



HAL
open science

Développement de couches magnétiques dures pour MEMS : application à un microswitch magnétique bistable

Arnaud Walther

► **To cite this version:**

Arnaud Walther. Développement de couches magnétiques dures pour MEMS : application à un microswitch magnétique bistable. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2007. Français. NNT : . tel-00348109

HAL Id: tel-00348109

<https://theses.hal.science/tel-00348109>

Submitted on 17 Dec 2008

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.

UNIVERSITE JOSEPH FOURIER

THESE DE DOCTORAT

Spécialité « micro et nano électronique »

Préparée au CEA-LETI, à l'Institut Néel (CNRS) et au G2ELab (CNRS)

dans le cadre de l'Ecole Doctorale « **Electronique, Electrotechnique, Automatique et
Traitement du Signal** »

soutenue par

Arnaud Walther

Le 5 juillet 2007

Titre :

Développement de couches magnétiques dures pour MEMS :
application à un microswitch magnétique bistable

Jury

M. PERNOT Philippe	, président
M. BREGUET Jean-Marc	, rapporteur
M. GONZALES Jesus	, rapporteur
M. CHIESI Laurent	, examinateur
M. DELAMARE Jérôme	, directeur de thèse
Mme DEMPSEY Nora	, co-encadrante
M. CUGAT Orphée	, co-encadrant
Mme MARCOUX Carine	, co-encadrante

Remerciements

Mes pensées vont d'abord aux personnes qui m'ont encadré au cours de cette thèse : Nora Dempsey, Christel Dieppedale, Carine Marcoux, Jérôme Delamare et Orphée Cugat. Je les remercie de leur disponibilité, de leurs qualités humaines et scientifiques et du plaisir que j'ai eu de travailler avec eux.

Je remercie Philippe Robert pour son souci de résultats et de valorisation de mes travaux, mais aussi pour m'avoir permis de continuer mon parcours professionnel dans son équipe.

Je remercie Dominique Givord pour l'expertise, les conseils et les brillantes idées qu'il a apportés au travail effectué pendant cette thèse. Je remercie les personnes avec lesquels j'ai collaboré : Brigitte Desloges, qui a réalisé ou encadré toutes les opérations en salle blanche ; Christophe Billard, qui pilote le projet Nanomag, Marcel Audoin, pour avoir apporté aide et expertise pour les tests des microsystemes, Oliver Gutfleisch, pour son expertise sur les matériaux magnétiques, Richard Haettel, pour la confection des alliages et la gestion des fours de recuit, David Barral, pour l'entretien de la machine de dépôt et Annick Lienard, à qui j'ai sous-traité un certain nombre de mesures.

Enfin je tiens enfin à remercier le CEA pour avoir financé ma thèse, ainsi que l'ANR pour le financement du projet Nanomag2, auquel j'ai participé.

Développement de couches magnétiques dures pour MEMS : application à un microswitch magnétique bistable

Cette thèse a été réalisée au LCMS (CEA-LETI), au G2E-Lab et à l'Institut Néel, sous la direction de N.M. Dempsey, C. Dieppedale, C. Marcoux, J. Delamare et O. Cugat. Débutée en octobre 2004, elle vise au développement et à la réalisation de micro relais utilisant des aimants permanents. Les aimants permanents ont rarement été mis en œuvre dans les technologies microsystemes. Des micro-aimants en CoPt ont toutefois été intégrés dans des process de microélectronique, notamment au CEA-LETI, mais avec des performances limitées.

Par l'introduction de matériaux magnétiques hautes performances dans les microsystemes, nous chercherons à développer un nouveau type d'actionneurs capables de rivaliser avec les actionneurs électrostatiques, aujourd'hui hégémoniques. Les micro-relais qu'on souhaite réaliser ont, entre autre, la particularité d'être bistable, c'est-à-dire qu'on peut maintenir le système dans 2 états distincts en ne dépensant de l'énergie que lors du passage de l'un à l'autre.

Cette thèse fait partie du projet Nanomag2, qui est financé par l'Agence Nationale de Recherche dans le cadre du programme PNANO. Ce projet regroupe 2 laboratoires du CEA-LETI, l'Institut Néel, le G2E-Lab et un partenaire industriel, Alcatel Alenia Space France. Le but de ce projet est de réaliser un commutateur radio-fréquence (RF) pour applications spatiales. Le projet ANR a permis de réunir un industriel, capable de définir les spécifications et les caractéristiques pour une application requise, et des laboratoires ayant des compétences diverses et complémentaires : microtechnologies (LETI/DIHS), simulations et mesures RF (LETI/DCIS), matériaux magnétiques (Institut Néel) et simulations magnétiques (G2E-Lab). Ce projet a débuté en février 2006 et est programmé pour une durée de 3 ans.

Ce travail de thèse touche aussi bien le dimensionnement des microsystemes magnétiques, que le développement et le dépôt de couches magnétiques et l'intégration des matériaux magnétiques dans un process de microtechnologie.

Aussi, l'introduction de ce mémoire portera sur les micro-actionneurs, leurs différents types d'actionnement et leurs caractéristiques respectives. Une attention plus particulière sera portée aux actionneurs magnétiques. Nous y démontrerons leur intérêt, mais aussi les difficultés qui y sont liées. Enfin nous traiterons du switch RAIMI, réalisé au LETI, et qui est un dispositif très prometteur par rapport à ce que nous désirons réaliser.

Le premier chapitre se rapporte au dimensionnement de microsystemes magnétiques. En utilisant les outils de simulation développés au G2E-Lab, nous allons créer de nouveaux designs de microswitchs magnétiques. Par rapport aux micro-relais magnétiques existant déjà, le but est d'augmenter les forces de contact, pour assurer un meilleur contact dans l'état passant, et de réduire les courants de commutation.

Le deuxième chapitre traite du dépôt de couches magnétiques dures (aimants). Le but de cette partie est de développer des couches magnétiques épaisses ($>1\mu\text{m}$) ayant les meilleures propriétés magnétiques possibles (rémanence, coercivités). Nous déterminerons quelles sont les méthodes de dépôt qui conviennent le mieux à notre cahier des charges (épaisseurs supérieures au micron, déposées en peu de temps sur de grandes surfaces), et quels sont les matériaux les plus intéressants. Puis nous étudierons l'influence des paramètres de dépôt et de traitement post-dépôt sur les différentes propriétés de nos couches.

La dernière partie est consacrée à l'empilement technologique prévu pour réaliser le microswitch Nanomag et au développement des briques de base incluant le matériau magnétique. On utilisera en particulier les techniques de microélectronique pour mettre en forme nos micro-aimants, et ce, avec le souci d'en conserver les propriétés magnétiques.

Table des matières

Introduction	11
I Actionnements couramment mis en jeu dans les MEMS	12
I.1 Actionnement électrostatique.....	12
I.2 Actionnement thermique.....	14
I.3 Actionnement piézoélectrique	15
I.4 Actionnement magnétostrictif.....	16
I.5 Alliages à mémoire de forme (AMF).....	16
II Actionnement magnétique	17
Lois d'échelle	17
Conclusion.....	22
III Les MEMS RAIMI.....	23
III.1 RAIMI 1	23
III.2 Tests du micro-relais RAIMI2	25
IV Objectifs de la thèse	33
Bibliographie	34
Chapitre 1 : Dimensionnement de nouveaux microsystemes magnétiques	37
I Outils de simulation	38
I.1 Flux2D	38
I.2 Dipole3D.....	38
II Premières pistes	39
II.1 Systèmes à aimantation dans le plan	39
II.2 Systèmes à aimantation hors du plan.....	42
Conclusion préliminaire	45
III Dimensionnement.....	45
III.1 Dimensionnement des micro-relais Nanomag	48
III.2 Pour aller plus loin... ..	50
IV Simulations dynamiques	52
Conclusion.....	55
Bibliographie	57

Chapitre 2 : Dépôt et étude de couches magnétiques dures	59
Introduction	60
I Matériaux magnétiques durs	60
I.1 Composé Nd ₂ Fe ₁₄ B	61
I.2 Composés SmCo	62
I.3 Composé FePt	63
I.4 Aimants massifs, propriétés extrinsèques	64
II Dépôts de matériaux magnétiques durs en couches – Etat de l’art.....	65
II.1 Techniques de dépôt	65
II.2 Etat de l’art : couche de NdFeB.....	65
II.3 Etat de l’art : couches de SmCo.....	68
Conclusion.....	70
III Techniques de dépôt et de caractérisation.....	71
IV Films de NdFeB	73
IV.1 Généralités	73
IV.2 Influence de la distance cible-substrat	73
IV.3 Influence de la température de dépôt	74
IV.4 Influence du recuit	78
IV.5 Influence de la sous-couche	84
IV.6 Homogénéité du dépôt	87
IV.7 Influence de la tension de la cible	89
IV.8 Problèmes mécaniques	90
IV.9 Couche très épaisses.....	90
IV.10 Mécanisme de coercivité.....	93
V Films de SmCo	95
V.1 Généralités.....	95
V.2 Couches de SmCo obtenues avec une cible de 3cm de diamètre	95
V.3 Couches de SmCo obtenues avec une cible de 9x9cm ²	99
Conclusion.....	104
Bibliographie.....	105
Chapitre 3 : Intégration de matériaux magnétiques durs dans un process de microtechnologie	109
I Process Nanomag.....	110
I.1 Description de l’empilement technologique	110

I.2 Briques de bases impliquant les matériaux magnétiques.....	112
II Remplissage de caissons.....	113
III Gravure chimique	115
IV Planarisation.....	117
Conclusion.....	118
Bibliographie.....	119
Conclusions et perspectives	121
Annexe : matériaux magnétiques durs	127

Introduction

Résumé :

Le but de ce travail est de concevoir et d'intégrer un micro actionneur magnétique bistable. Nous allons d'abord définir ce qu'est un MEMS et discuter des différents types d'actionnement et de leur intérêt. Les MEMS magnétiques ont pour avantage que la bistabilité est aisée à mettre en œuvre, les densités de forces sont élevées, la commutation est rapide ; de plus, il est possible de concevoir des MEMS magnétiques sans déformation mécanique avec des pièces en lévitation.

Un MEMS particulièrement intéressant à ce titre est le MEMS magnétique RAIMI, qui a été réalisé au LETI en 2004. Celui-ci contient des aimants intégrés en CoPt. Cette filière a montré toutefois un certain nombre de limites (liées aux matériaux, au process, au design, aux courants de commutation) pour pouvoir l'appliquer industriellement. Nous identifierons ces limites et définirons ainsi les objectifs de cette thèse, dont le but est de les dépasser.

Summary:

The purpose of this work is to conceive a bistable magnetic micro actuator. We will first define what MEMS are and discuss the various actuation principles and their assets. Magnetic MEMS have the advantage that bistability is easily obtained, force densities are high, switching is fast and it is possible to design magnetic micro actuators without mechanical deformation using levitating elements. A particularly interesting MEMS is the RAIMI MEMS, which has been realized in LETI in 2004. This switch is made using integrated CoPt magnets. This microsystem has nevertheless shown some limitations (due to the material, the process, the design or switching currents) which restrain prospects for industrial applications. We will identify these limitations and define the purpose of this thesis, the goal of which is to overcome them.

Nous allons dans un premier temps définir ce qu'est un MEMS, leur intérêt et les différents principes de fonctionnement. Nous allons ensuite nous attarder sur les MEMS magnétiques, qui feront l'objet de cette étude.

MEMS est le sigle pour « Micro-Electro-Mechanical Systems ». En français, on parle couramment de micro-systèmes. Les MEMS ont pour caractéristique d'être de taille submillimétrique et d'être fabriqués de manière collective par des procédés de micro-électronique. Ils sont réalisés en salle blanche afin d'éviter le plus possible les poussières, car celles-ci sont de la taille des détails des objets qu'on souhaite obtenir. Le plus couramment, ils sont fabriqués sur des substrats de Si (typiquement de 100 ou 200 mm de diamètre) ; Un substrat contient donc en général plusieurs centaines, voire des milliers de micro-systèmes.

Les MEMS peuvent se diviser en 3 catégories : les actionneurs, les générateurs et les capteurs. Parmi les actionneurs, on trouve des relais (pour l'électronique de puissance, les signaux RF ou pour des applications optiques), des moteurs ou encore des valves, des manipulateurs et des positionneurs. Parmi les capteurs, on trouve des accéléromètres (couramment utilisé dans les systèmes d'Airbag), des capteurs de pression, des capteurs thermiques, chimiques, ...

L'intérêt de la petite taille des MEMS et de leur méthode de fabrication réside dans la réduction des coûts, dans la réduction des masses, de l'encombrement ou de l'énergie utilisée. Ces points sont essentiels pour leur utilisation dans des systèmes embarqués et/ou autonomes tels que les satellites, les téléphones portables ou pour des applications in vivo. Les petites tailles permettent en outre l'exploitation de propriétés amplifiées par les réductions d'échelle, voire ne se manifestant qu'aux très petites échelles.

Par exemple, l'utilisation de μ -relais permet d'avoir des vitesses de commutation très inférieures à celles de macro-relais ; ces vitesses de commutation (20 μ s pour l'actionneur RAIMI, qui sera présenté plus en détail ultérieurement) sont certes très supérieures à celles des transistors, mais la qualité des contacts dans l'état fermé est susceptible d'être meilleure dans le cas d'un système mécanique [1].

Les moyens d'actionnement couramment utilisés dans les MEMS sont les actionnements :

- électrostatiques
- thermiques
- magnétiques
- piezoélectriques
- magnétostrictifs
- par alliages à mémoire de forme

Dans les systèmes encore plus petits (NEMS ou Nano Electro-Mechanical Systems), des forces à courtes portées peuvent être utilisées :

- effet Casimir [2]
- forces de Van Der Waals [3]

...

Mais nous laisserons celles-ci de côté pour l'instant et nous allons examiner les moyens classiques d'actionnement.

1 Actionnements couramment mis en jeu dans les MEMS

1.1 Actionnement électrostatique

L'actionnement électrostatique exploite le principe d'un condensateur variable. En appliquant un potentiel électrique entre 2 surfaces séparées par un isolant, des charges de signe opposé s'accumulent sur ces surfaces, et il apparaît alors une force attractive entre ces 2 surfaces. La force obtenue s'exprime sous la forme :

$$F = \frac{\epsilon S V^2}{2e^2}$$

Avec S la surface en regard, V le potentiel, e la distance de séparation entre les électrodes et ϵ la constante diélectrique. Ainsi, les MEMS électrostatiques sont usuellement constitués d'une partie mobile séparée d'une partie fixe par un gap d'air.

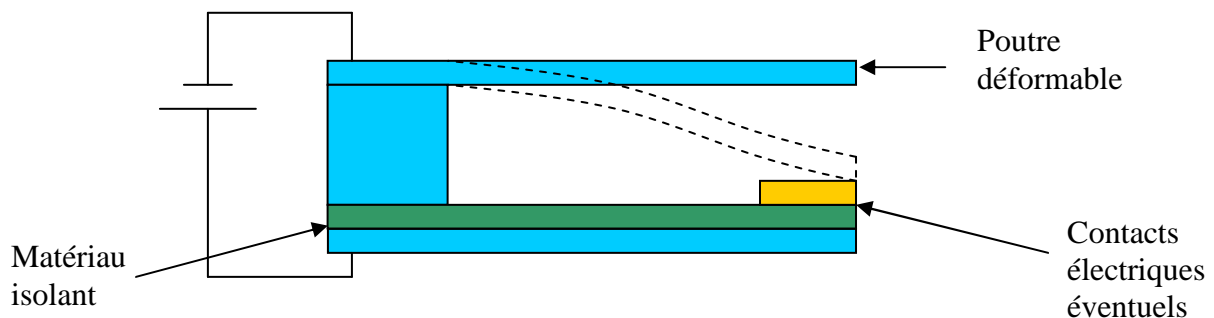


Figure 0-1 : principe de fonctionnement d'un MEMS électrostatique
(Actuation principle of an electrostatic MEMS)

Les MEMS électrostatiques requièrent des champs électrostatiques (et donc des tensions) importants, ce qui est un inconvénient, mais la consommation est faible : outre les courants de fuite, des courants apparaissent pour charger les capacités, mais, étant donné les fortes valeurs de tensions, les intensités du courant sont généralement très faibles. Les tensions d'actionnement sont limitées par le claquage (arc électrique) ; la tension de claquage dépend de la pression multipliée par l'espace entre électrodes, tel qu'indiqué par la courbe de Paschen [4]. Aussi, les MEMS électrostatiques sont souvent packagés sous vide. Néanmoins, la tension est principalement limitée par les alimentations. Les MEMS électrostatiques présentent de plus l'inconvénient d'attirer les poussières.

Par ailleurs, les densités de forces obtenues et donc les pressions de contact sont relativement faibles : pour une distance de séparation de $2 \mu\text{m}$ entre les surfaces du condensateur et une tension de 100 V, on obtient une pression d'environ 11000 Pa, soit 0.11 bar. Les forces sont donc relativement faibles et décroissent rapidement avec la distance ; on peut toutefois augmenter ces forces en augmentant les surfaces en regard par des configurations en peigne (« comb-drive ») [5] ou par le zipping (poutre courbée en contact partiel avec le substrat) [6].

Enfin, étant donné que la force n'apparaît que lorsqu'une tension est appliquée et qu'elle est toujours attractive, la bistabilité est difficile à mettre en œuvre. Il existe toutefois des solutions, l'une d'entre elle consistant à utiliser une poutre précontrainte avec 2 positions stables en flambage. L'actionnement électrostatique n'est alors utilisée que pour faire passer la poutre d'un position mécaniquement stable à une autre. Toutefois, cette configuration présente des difficultés liées aux contraintes dans les matériaux et à des forces de commutation très importantes. Ci-dessous, le schéma d'un actionneur électrostatique « comb drive » bistable [5] (Figure 0-2). Le flambage s'obtient en appliquant une contrainte extérieure sur la poutre après sa fabrication.

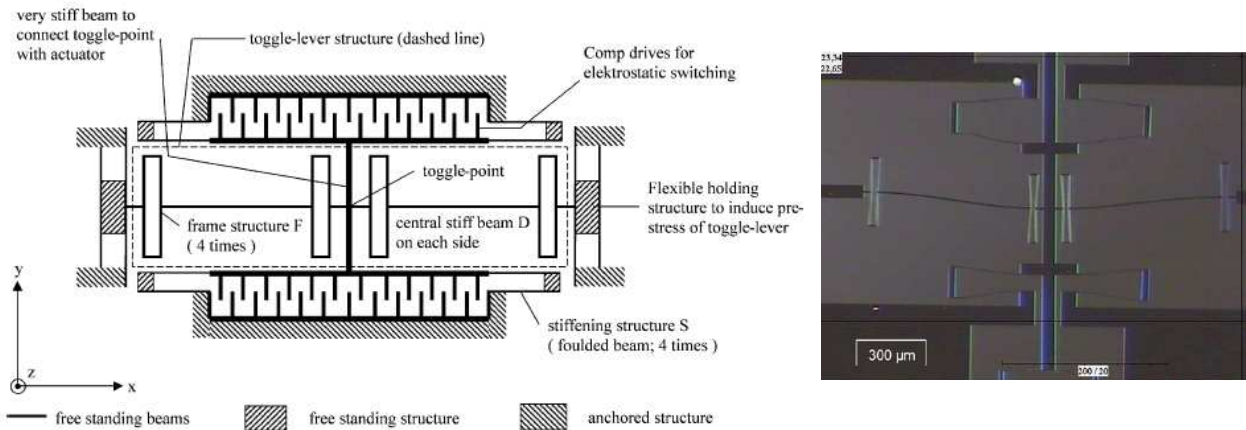


Figure 0-2 : actionneur électrostatique "comb drive" bistable, principe de fonctionnement et vue optique d'une partie de cet actionneur [5]

(Bistable "comb drive" electrostatic actuator: actuation principle and optical image [5])

Notons aussi (mais cette remarque est vraie pour d'autres moyens d'actionnement) que les MEMS électrostatiques impliquent une déformation mécanique, la flexion d'une poutre le plus souvent. Or lorsque les dimensions sont réduites, les poutres deviennent plus rigides. La densité de force pour déformer une poutre est donnée par :

$$\delta F = \frac{2Eh^2}{l^4} f$$

Où δF est la densité de force appliquée sur la poutre, f sa déflexion, h sa hauteur, l sa longueur et E le module d'Young. Lorsque toutes les dimensions sont réduites d'un facteur k , la densité de force augmente d'un facteur k . Vu qu'il s'agit de déformation élastique, cette énergie est stockée, néanmoins, plus on réduit les échelles, plus il faut fournir une densité de force élevée pour déformer une poutre. Par conséquent, la commutation d'une poutre en pré-flambage requiert aussi des densités de force de plus en plus importantes lorsque les dimensions sont réduites. D'une manière générale, on pourra éventuellement chercher à développer des MEMS sans déformation mécanique.

Malgré certains inconvénients (tensions élevées, bistabilité difficile à mettre en œuvre), les MEMS électrostatiques sont très répandus sur le marché car ils utilisent des matériaux et des techniques de fabrication très simples et très courants en micro-électronique.

I.2 Actionnement thermique

L'actionnement thermique peut générer des forces importantes, mais ce mode d'actionnement est assez lent à l'échelle centimétrique [7] (toutefois la réduction des échelles réduit l'inertie thermique et permet des vitesses d'actionnement plus rapides). Etant donné les faibles valeurs de dilatation thermiques, il est le plus souvent utilisé en bilame. On exploite alors la différence de déformation entre 2 matériaux qui sont chauffés par effet Joule à des températures différentes et/ou ont des coefficients de dilatation thermique différents.

Pour les mêmes raisons que précédemment, la bistabilité est difficile à mettre en œuvre. On peut toutefois, comme cela a été déjà mentionné, utiliser une structure avec une poutre en flambage. Ce principe de bistabilité convient particulièrement à ce principe d'actionnement étant donné les forces importantes générées.

Un tel microswitch, d'une taille d'environ 1 cm, a été réalisé par Qiu au MIT [8]. Ce relais peut commuter en 1 ms et, dans l'état passant, présente une résistance de contact de 60 mΩ pour 1 mN de force de contact et peut supporter jusqu'à 3 A. Voici ci-dessous une photo de ce relais ainsi que le principe de fonctionnement (Figure 0-3).

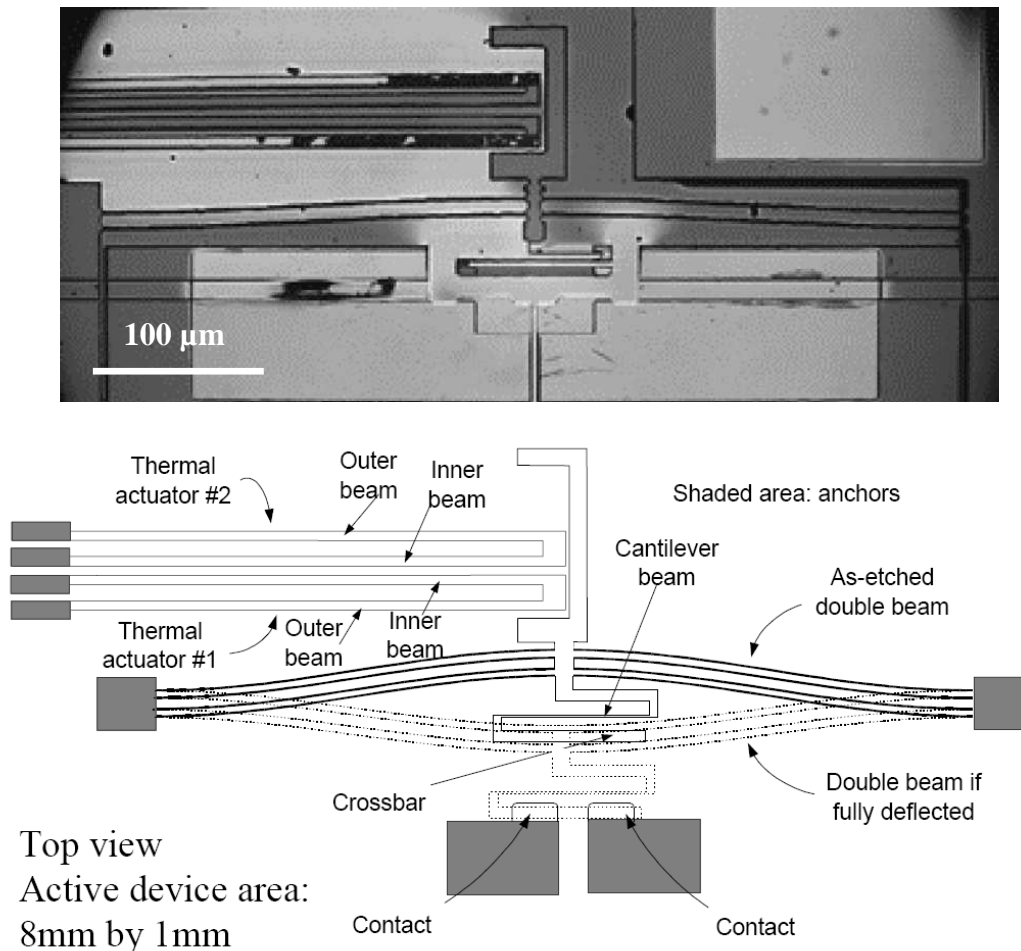


Figure 0-3 : vue MEB et principe de fonctionnement d'un actionneur thermique bistable à préflambage [8]
(SEM image and actuation principle of a bistable thermal actuator with a buckling cantilever [8])

I.3 Actionnement piézoélectrique

Les matériaux piézoélectriques sont des matériaux qui se déforment lorsqu'on leur applique une tension. Ils sont capables de délivrer des forces importantes, ont des temps de réponse rapide et consomment peu si les courants de fuite sont bien contrôlés, ce qui est le cas en quasi-statique. Toutefois ils présentent de petites déformations (<0.2 % en couche) ; aussi, on les utilise couramment dans les MEMS selon le principe du bilame [7]. Ainsi, une faible déformation longitudinale du piézoélectrique peut entraîner une déflexion transversale importante d'une poutre. Le principe est illustré Figure 0-4.

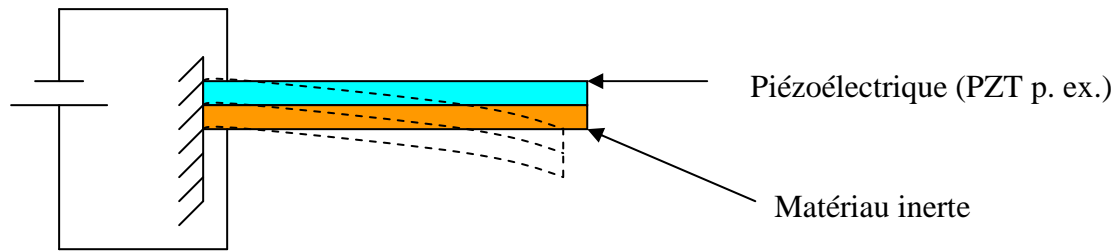


Figure 0-4 : principe de fonctionnement de l'actionnement piézoélectrique selon le principe du bilame (Principle of a piezoelectric actuator in a bimorph configuration)

Le composé le plus couramment utilisé est le PZT, une céramique de composition $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$. D'autres matériaux tel l'AlN ou le ZnO sont aussi utilisés.

Les actionneurs piézoélectriques ont été utilisés par exemple pour des micropompes [9], des applications médicales [10] ou pour des têtes d'imprimante [7].

Etant donné qu'il n'y a pas de force générée en l'absence de tension appliquée, la bistabilité est difficile à mettre en œuvre. Toutefois, le principe de poutre précontrainte peut être utilisé, avec les difficultés déjà soulignées.

I.4 Actionnement magnétostrictif

Les matériaux magnétostrictifs sont des matériaux qui se déforment en présence d'un champ magnétique. Le principe est le même que pour les matériaux piézoélectriques, à la différence que c'est un champ magnétique et non plus un champ électrique qui provoque une déformation. L'avantage, par rapport à l'actionnement piézoélectrique, est qu'il n'y a pas besoin de liaisons électriques.

Les matériaux couramment utilisés sont des alliages de terres rares et de métaux de transition tel le Terfenol-D (TbDyFe). Ils présentent des déformations très faibles (exemple : 0.03 % pour un film de TbFe rapporté par Tiercelin [11]).

L'actionnement magnétostrictif utilise lui aussi couramment le principe du bilame. Il permet de faire des actionneurs comme des micro-pompes [12] ou des capteurs de champs magnétiques. Osiander [13] a fabriqué un magnétomètre grâce à une poutre en Si recouverte de Terfenol-D. Son dispositif permet de mesurer un champ magnétique soit en mesurant la déflexion statique de la poutre, soit en mesurant la fréquence de résonance sous un champ magnétique alternatif. La précision de ce magnétomètre est de $1\mu\text{T}$.

I.5 Alliages à mémoire de forme (AMF)

Les alliages à mémoire de forme sont des matériaux dont la déformation irréversible se fait par changement de phase cristallographique. Ils possèdent une phase dite martensitique et une phase dite austénitique, cette dernière possédant une symétrie plus importante. En chauffant un AMF après déformation, on induit un changement de phase vers la phase de départ, ce qui permet au matériau de retrouver sa forme avant déformation.

Les AMF peuvent produire des forces très importantes et ont une vitesse d'actionnement lente [7]. Un alliage très couramment utilisé pour ce type de propriété est le TiNi.

Un des problèmes majeurs pour utiliser ces matériaux dans des MEMS est qu'il faut coupler l'AMF avec un actionnement supplémentaire pour, au départ, induire la déformation dans l'AMF.

II Actionnement magnétique

Les actionneurs magnétiques sont couramment utilisés dans le monde macroscopique. Dans les MEMS, l'actionnement magnétique reste intéressant ; étant donné que la présence d'aimants produit des forces permanentes et que les forces de Laplace peuvent être dirigées dans une direction ou une autre suivant le sens du courant, la bistabilité peut s'obtenir assez facilement et il est possible d'imaginer des actionneurs sans déformations mécaniques. Néanmoins, leur miniaturisation pose encore problème. La première difficulté vient des bobinages qui sont difficiles à transposer du macro au micro. Ils peuvent requérir des géométries tridimensionnelles qui nécessitent de nombreuses et coûteuses étapes de microtechnologie [10].

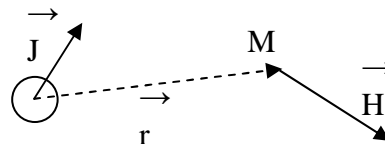
L'autre difficulté vient des matériaux spécifiques mis en jeu. Les matériaux magnétiques doux (FeNi par exemple) sont à présent couramment intégrés dans des microsystèmes, notamment au LETI, mais le dépôt de matériaux magnétiques durs (aimants) pose toujours problème. Les microtechnologues se sont pour l'instant concentrés sur différentes nuances de CoPt. Ce matériau dur, contrairement à ceux contenant des terres rares, peut être intégré par voie électrochimique. Toutefois, le coût de ce matériau est élevé à cause du Pt et les performances sont relativement limitées [14].

Bien que la miniaturisation des systèmes magnétiques présente des problèmes technologiques, les lois d'échelles sont très avantageuses pour l'actionnement magnétique, comme l'ont montré J. Delamare et al [15]. Nous allons donc maintenant analyser ces lois d'échelle pour des interactions entre aimants et des interactions entre aimants et conducteurs.

II.1 Lois d'échelle

Considérons un moment magnétique de volume V et de polarisation magnétique J . Celui-ci génère un champ H à un point M de l'espace qui s'exprime par la formule suivante :

$$\vec{H}(M) = \frac{V}{4\pi\mu_0 r^3} (3 \frac{\vec{J} \cdot \vec{r}}{r^2} \vec{r} - \vec{J})$$



Si on fait une réduction homothétique d'un facteur k de toutes les échelles, le volume V est divisé par k^3 , le terme du dénominateur de même, le second facteur de l'équation est un terme directionnel qui reste inchangé, et donc le champ H reste le même.

La densité de force δF produite par l'interaction d'un champ H avec un moment magnétique de polarisation J' s'exprime par :

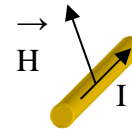
$$\delta F \propto J' \cdot \text{grad}(H)$$

Lorsque les dimensions sont réduites d'un facteur k , la polarisation J' , qui représente une densité, reste inchangée, le champ magnétique local H aussi s'il est produit par un moment magnétique, comme cela a été montré précédemment, et donc le gradient de H se retrouve multiplié par un facteur k .

La réduction d'échelle est donc avantageuse pour l'interaction aimant-aimant : les densités de forces augmentent d'un facteur k lorsque les échelles sont divisées par un facteur k.

Les forces de Laplace qui s'exercent entre un champ magnétique H et un conducteur de longueur l parcouru par un courant I, s'expriment ainsi :

$$\vec{F} = \mu_0 I * \vec{l} \wedge \vec{H}$$



On en déduit la force volumique :

$$\delta\vec{F} = \mu_0 \vec{j} \wedge \vec{H}$$

Avec δF la densité de force, j la densité de courant et H le champ magnétique. En réduisant les échelles, H est conservé s'il est généré par un moment magnétique, j, la densité de courant, aussi et donc l'opération reste neutre. **Les densités de force de Laplace sont aussi importantes qu'à grande échelle.**

Toutefois, la densité de courant admissible dans un conducteur peut être augmentée lorsqu'on réduit les échelles. En effet, le conducteur dissipe mieux la chaleur : le rapport de la surface de refroidissement sur le volume chauffant augmente lorsque les dimensions sont réduites, la diffusion de la chaleur est proportionnelle au gradient de la distribution en température et ce gradient augmente d'un facteur k lorsque les dimensions sont homothétiquement réduites, car la distance entre 2 points de températures différentes est diminuée d'un facteur k.


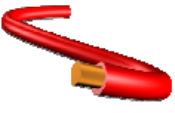
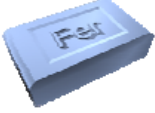
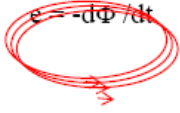





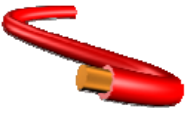




En régime dynamique, comme c'est le cas avec les micro actionneurs tels que ceux qui nous intéressent (bistable, à commutation rapide), d'une part, la dissipation de la chaleur est plus efficace, d'autre part, on a besoin de courant seulement pendant un temps restreint (la commutation), donc le conducteur chauffe par effet Joule, mais seulement pendant une durée limitée : l'énergie accumulée reste faible.

On peut augmenter les densités de courant, et donc les densités de force d'interaction courant-aimant d'un facteur k, lorsque les dimensions sont réduites.

En première approximation, ce facteur k peut être pris égal à k, mais il dépend de nombreux facteurs.

Le Tableau 0-1 résume l'évolution des interactions magnétiques lorsque les échelles sont divisées par un facteur k [15]. Y sont aussi pris en compte les interactions avec des matériaux doux et l'induction.

Tableau 0-1 : évolution des densités de force d'interaction magnétique lors d'une réduction d'échelle [15]
 (Evolution of magnetic interaction force densities with scale reduction [15])

Réduction d'échelle $1/k$	aimant 	courant 	fer 	induction 
aimant 	$\times k$ 	$\times k_i$ 	$\times k$ 	$/k$ \times vitesse 
courant 	$\times k_i$ 	$\times k_{i1} \times k_{i2} / k$ 	$\times k_i / k$ 	$\times k_i / k^2$ \times vitesse 

En plus d'avoir des lois d'échelle favorables, les densités de force des interactions magnétiques sont importantes. A titre de comparaison avec le cas des forces électrostatiques, si on prend 2 aimants d'aimantation 1 T, allongés dans le sens de l'aimantation pour avoir un rapport de forme favorable, et qu'on les met bout à bout en contact comme montré sur la Figure 0-5 (on compte une séparation de $2 \mu\text{m}$ de matériau amagnétique pour tenir compte de l'imperfection du contact et de la présence d'un autre matériau, un bon conducteur électrique par exemple), on obtient, **de manière permanente**, une pression de contact de 3.35 bar, soit 30 fois plus que dans le cas électrostatique avec une tension de 100 V et un entrefer de $2 \mu\text{m}$ entre les électrodes. Cette pression supérieure devrait permettre d'obtenir un meilleur contact électrique par rapport au cas électrostatique, et ce, sans dépenser d'énergie.

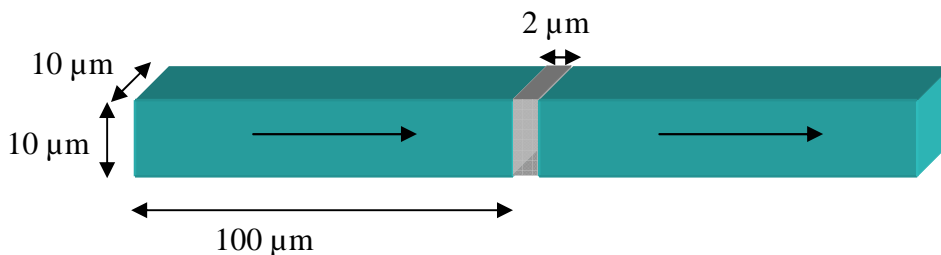


Figure 0-5 : aimants en contact
 (Magnets in contact)

Un certain nombre de MEMS magnétiques ont déjà été réalisés, notamment avec des conducteurs et des matériaux doux. Taylor [16] a, par exemple, réalisé un commutateur monostable constitué d'une poutre de Fe-Ni en suspension qui vient fermer un contact lorsqu'un courant passe dans un bobinage. Ce courant aimante les matériaux doux qui se trouvent dans le substrat et dans la poutre en suspension (Figure 0-6).

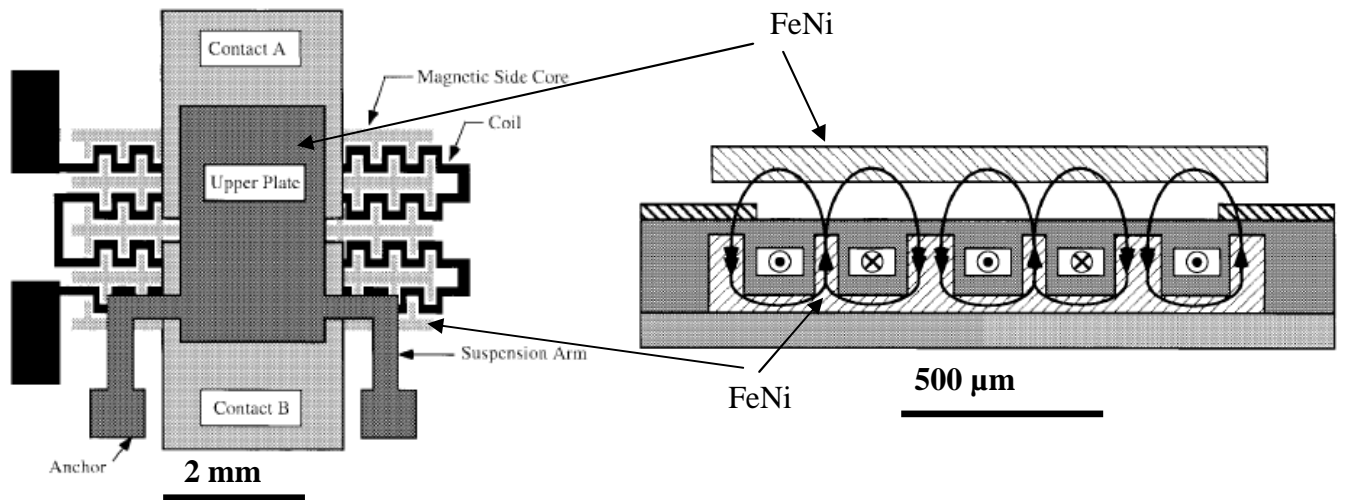


Figure 0-6 : schéma d'un actionneur magnétique monostable vu de dessus et en coupe [16]
 (Scheme of a monostable magnetic actuator: top and side views [16])

Ce switch commute à partir de 180 mA en un temps de l'ordre de 1 ms, dissipe 33mW, et des résistances de contact jusqu'à 22.4 mΩ ont été mesurées.

Certains microsystèmes requièrent des architectures tridimensionnelles, comme le commutateur optique 2 entrées - 2 sorties réalisé par Matsuura [17] (Figure 0-7). Ce commutateur utilise des aimants et un bobinage rapportés qui permet de faire fléchir une poutre en Si sur laquelle est posé un miroir. Ce switch optique a l'avantage de présenter des mouvements de grande amplitude (180 μm) et les performances optiques sont tout à fait intéressantes (pertes d'insertion de 1.5 dB, isolation de 60 dB). La vitesse de commutation est d'environ 20 ms.

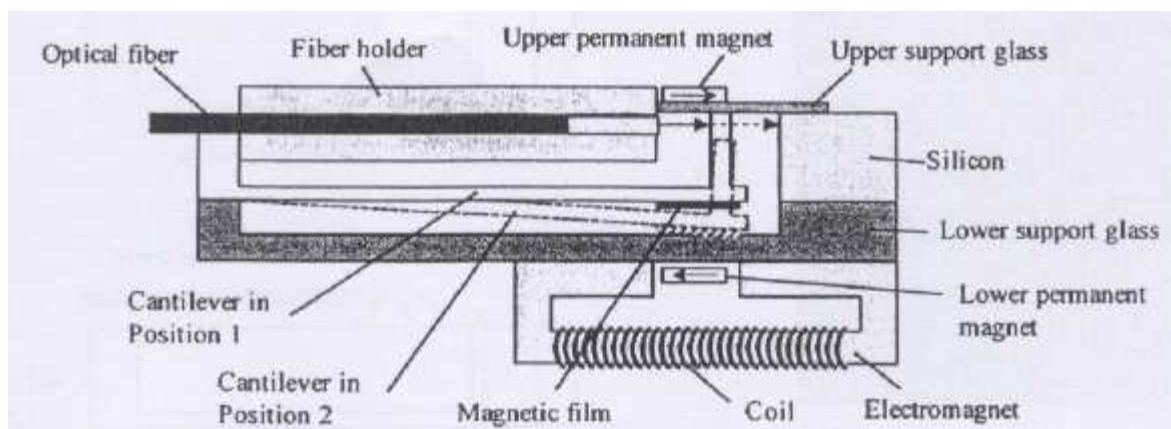


Figure 0-7 : schéma d'un MEMS optique magnétique [17]
 (Scheme of a magnetic optical MEMS [17])

Ruan [18] a, quant à lui, réalisé un microswitch bistable. Tout comme dans l'exemple précédent, ce microsystème utilise là aussi un aimant rapporté, ce qui illustre bien le problème de l'intégration des matériaux magnétiques durs. Ce type de microswitch a été commercialisé par la compagnie Magfusion.

Le switch commute avec un courant d'environ 60 mA en 0.2 ms et a une résistance de contact de 50 mΩ. Le principe de fonctionnement est décrit ci après (Figure 0-8) et une vue par

microscope optique est montrée Figure 0-9. Un champ magnétique permanent vertical, pouvant être produit par un aimant massif, aimante la poutre de FeNi selon sa direction de facile aimantation dans un sens ou dans l'autre selon l'angle de cette poutre. La poutre est en rotation autour de bras de torsion reliés au substrat et fait un angle de quelques degrés avec le plan du substrat. Le couple créé par l'angle entre la poutre aimantée et le champ permanent maintient cette première dans sa position en butée à droite ou en butée à gauche. Le passage d'un courant dans les conducteurs sous la poutre crée un champ magnétique essentiellement planaire capable de renverser l'aimantation de la bascule en FeNi. Ceci crée un couple qui fait basculer la poutre de FeNi dans l'autre position stable.

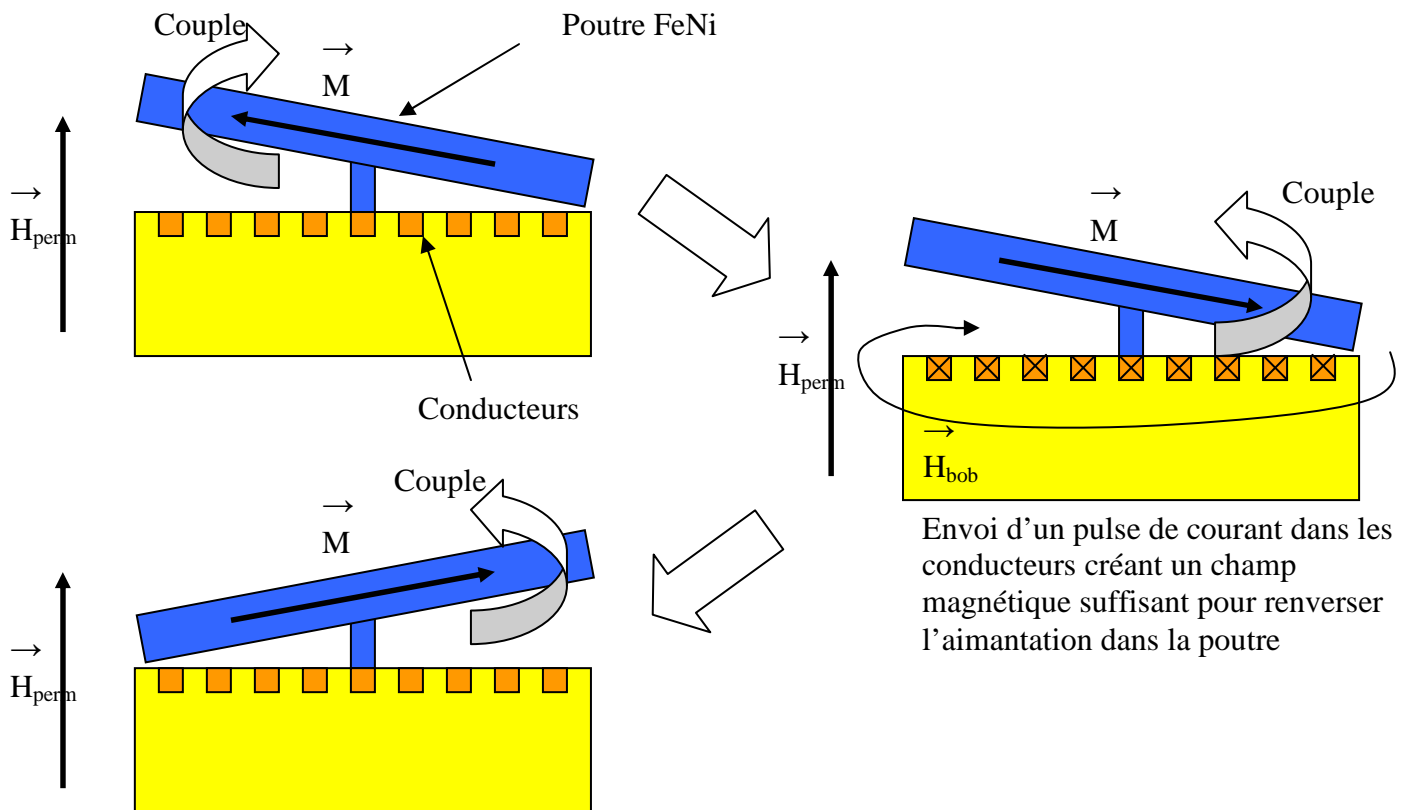


Figure 0-8 : principe de fonctionnement d'un actionneur magnétique bistable [18]
(Principle of a bistable magnetic actuator [18])

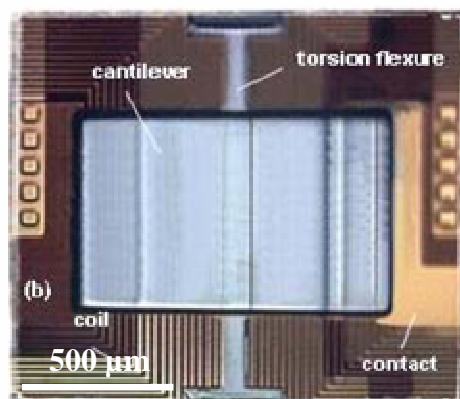


Figure 0-9 : vue de dessus d'un microactionneur magnétique bistable [18]
(Top view of a bistable magnetic micro actuator [18])

Enfin, le LETI a réalisé la performance d'intégrer des matériaux magnétiques durs dans des microsystèmes. Plusieurs équipes se sont déjà intéressées au CoPt électrodéposé [14] [19],

dont le CEA-LETI [20]. Plusieurs MEMS ont ainsi été réalisés avec ce matériau magnétique dur. Ces MEMS ont l'avantage d'être bistable et de ne pas utiliser de déformation mécanique, contrairement aux précédents exemples.

H. Rostaing [21] [22] [23] a ainsi récemment développé un switch à mouvement vertical qui commute sur de grandes distances (jusqu'à 120 μm) et en un temps réduit (<0.5 ms) ; une vue par microscopie optique est montrée Figure 0-11. Pour l'instant, les contacts électriques n'ont pas été encore intégrés. Pour la commutation, on envoie des pulses de courant dont l'énergie est de l'ordre de 50 μJ , toutefois, les intensités requises sont élevées (environ 1 A). L'empilement technologique est décrit sur le schéma de la Figure 0-10. La bistabilité est assurée par la présence d'aimants permanents aimantés dans la même direction que l'aimant mobile. La commutation se fait en envoyant un pulse de courant dans les conducteurs qui crée une force de Laplace verticale sur l'aimant mobile (cette force varie en fonction de la position de l'aimant), qui va se coller sur le substrat haut ou le substrat bas.

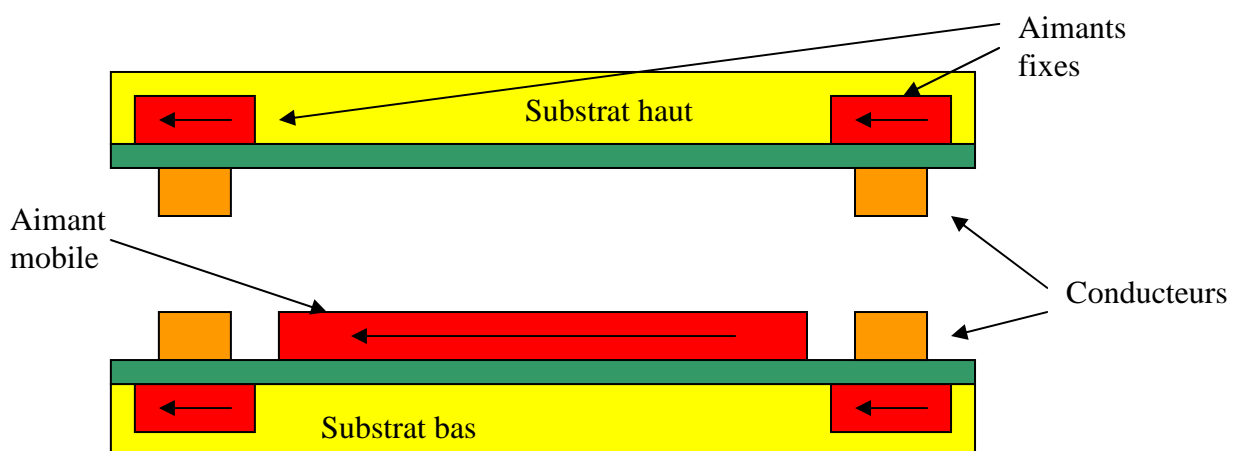


Figure 0-10 : schéma de l'actionneur magnétique bistable MIAM [21]
(Scheme of the MIAM bistable magnetic actuator [21])

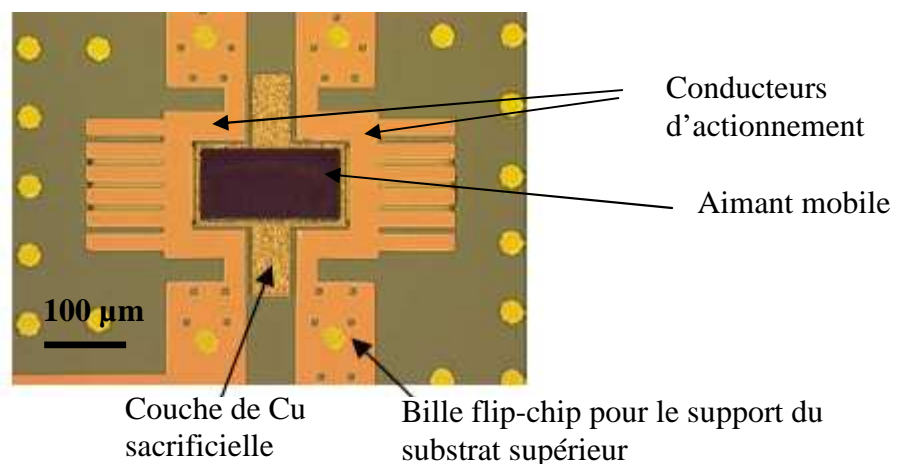


Figure 0-11 : image optique de la partie inférieure du microswitch magnétique MIAM [21]
(Optical image of the bottom part of the MIAM magnetic microswitch [21])

Conclusion

Par rapport aux autres systèmes d'actionnement, l'actionnement magnétique présente certains avantages décisifs : bistabilité facile à mettre en œuvre, mouvements de grande amplitude,

rapidité de commutation. Ils présentent cependant 2 inconvénients : la géométrie et les matériaux spécifiques mis en jeu. Les géométries 3D utilisées dans le monde macroscopique sont difficilement transposables, toutefois, des MEMS magnétiques présentant des géométries 2D ont été conçus comme on l'a montré dans le paragraphe précédent. Le LETI a réalisé le switch RAIMI [24] [25], qui présente les avantages d'avoir une géométrie 2D, d'être bistable et d'avoir des matériaux durs intégrés. Le principe de ce MEMS est donc très intéressant, c'est pourquoi nous allons nous pencher plus particulièrement sur les dispositifs RAIMI pour en développer une nouvelle génération.

III Les MEMS RAIMI.

III.1 RAIMI 1

Le MEMS RAIMI est un microsystème à actionnement horizontal constitué d'aimants fixes et d'un aimant mobile en CoPt qui commute lorsqu'on fait passer un pulse de courant dans des conducteurs. La particularité de cet aimant mobile est d'être en lévitation lors de la commutation d'une position stable à une autre.

Le principe de la commutation fonctionne comme suit : comme on l'a représenté sur la Figure 0-12, un aimant produit un champ magnétique. En certains points de l'espace, le champ magnétique a une composante verticale. Si, en ces points de l'espace, on fait passer un courant orienté comme sur la Figure 0-13, l'aimant crée une force horizontale sur les conducteurs. Une force réciproque est créée sur l'aimant mobile qui peut se mettre alors en mouvement.

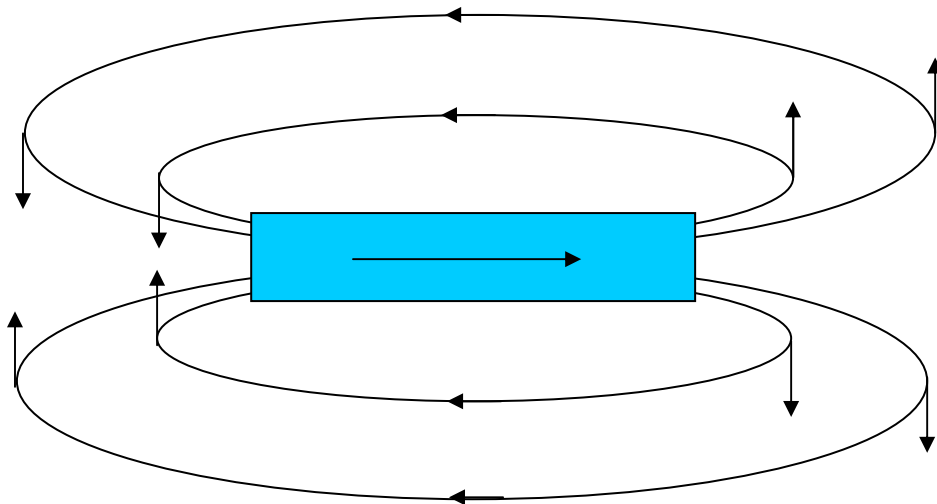


Figure 0-12 : lignes du champ magnétique créé par un aimant
(Scheme of magnetic field created by a magnet)

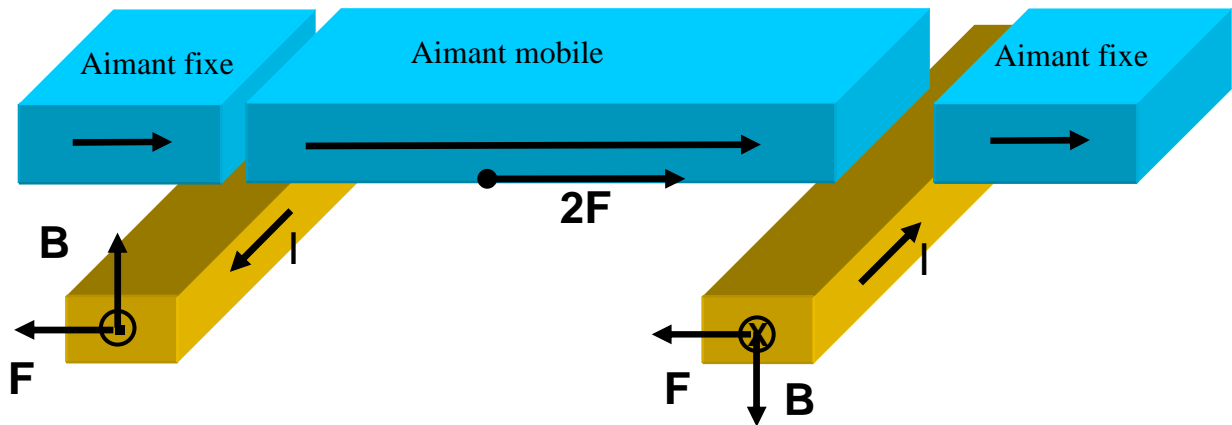


Figure 0-13 : principe de fonctionnement de l'actionneur magnétique bistable RAIMI
(Actuation principle of the RAIMI bistable magnetic MEMS)

Les aimantations dans la même direction assurent la bistabilité de la partie mobile en butée à droite ou en butée à gauche.

Ce microsystème a été réalisé en salle blanche par l'empilement technologique décrit sur la Figure 0-14. Les aimants en CoPt (avec environ 85 % atomique de Co) sont déposés par voie électrolytique sous un champ magnétique constant de 1.2 T ; le matériau magnétique est aimanté dans la bonne direction après dépôt. L'aimant mobile est libéré par usinage chimique d'une couche sacrificielle de cuivre.

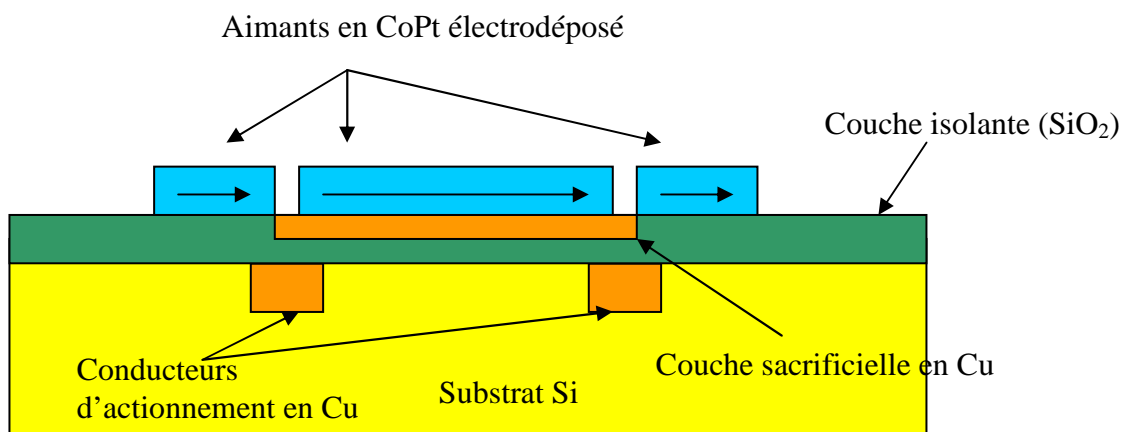


Figure 0-14 : empilement technologique réalisé pour concevoir le MEMS RAIMI
(Scheme of technological process for RAIMI MEMS)

Deux runs de ce microswitch ont été réalisés. Le premier a permis de tester le process et en particulier l'étape critique de la libération de l'aimant mobile.

Ce premier run a validé avec succès le principe de commutation et a permis de sélectionner les variantes qui fonctionnent le mieux. Les faiblesses identifiées lors de la phase de test de ces puces sont le nombre limité de commutations, le comportement mécanique des aimants mobiles (chevauchement des aimants fixes après plusieurs commutations, par exemple) et l'intensité de commutation élevée ; l'énergie d'un pulse de commutation est de l'ordre de 30 μJ , cependant les courants requis sont de l'ordre de 3 A pendant 30 μs .

Le second run n'a donc repris que les variantes les plus intéressantes, les paramètres critiques étant les épaisseurs d'aimant, l'entrefer et la taille des trous dans les aimants fixes qui permettent une libération optimale. Des pistes en or reliées aux 4 aimants fixes ont été

ajoutées de sorte de fonctionnaliser ce dispositif pour en faire un commutateur électrique (Figure 0-15).

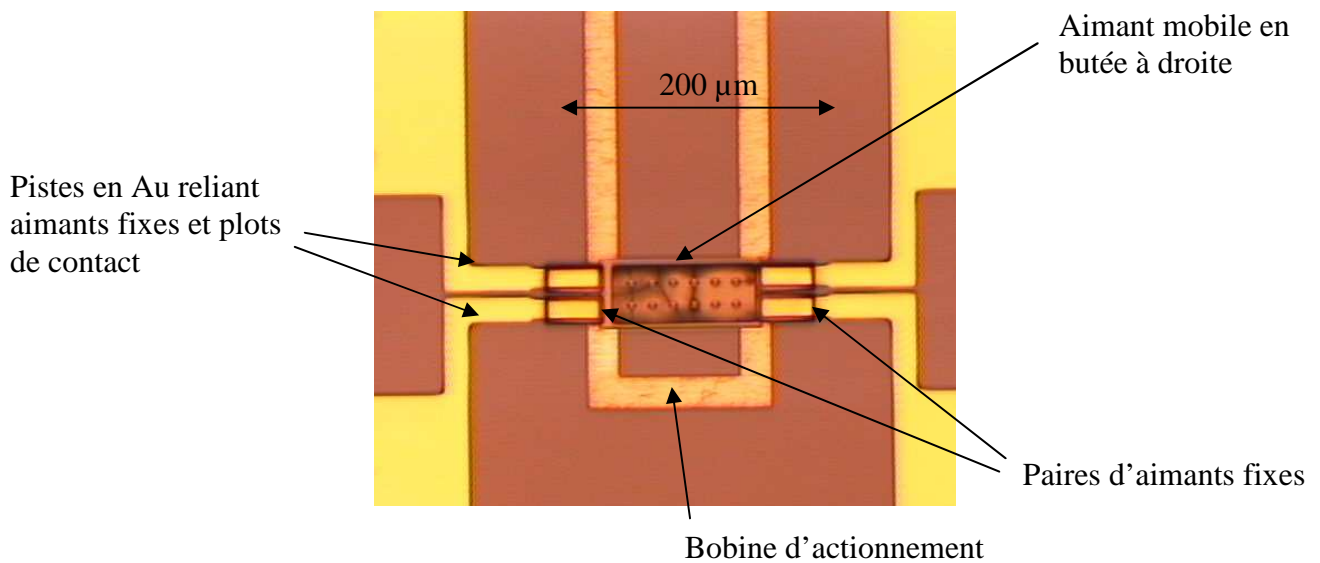


Figure 0-15 : vue de dessus par microscopie optique de l'actionneur RAIMI (Top view optical image of RAIMI micro actuator)

Avant de passer à la conception et au développement de nouveau MEMS magnétiques, il convient de faire le bilan de la filière RAIMI. Aussi, nous avons testé ce second run. Les tests, dont les protocoles et résultats sont présentés maintenant, ont été réalisés en collaboration avec M. Audoin.

III.2 Tests du micro-relais RAIMI2

Le but de la filière RAIMI2 est de faire de ce micro actionneur un micro switch qui va fermer et ouvrir des circuits électriques. A cette fin, des pistes en or ont été rajoutées de part et d'autre du système. Les plots de contact 1 et 2 et 5 et 6 sont soit isolés électriquement, soit en contact par l'intermédiaire de l'aimant mobile suivant sa position. Différentes valeurs d'écart entre aimants fixes adjacents ont été testées.

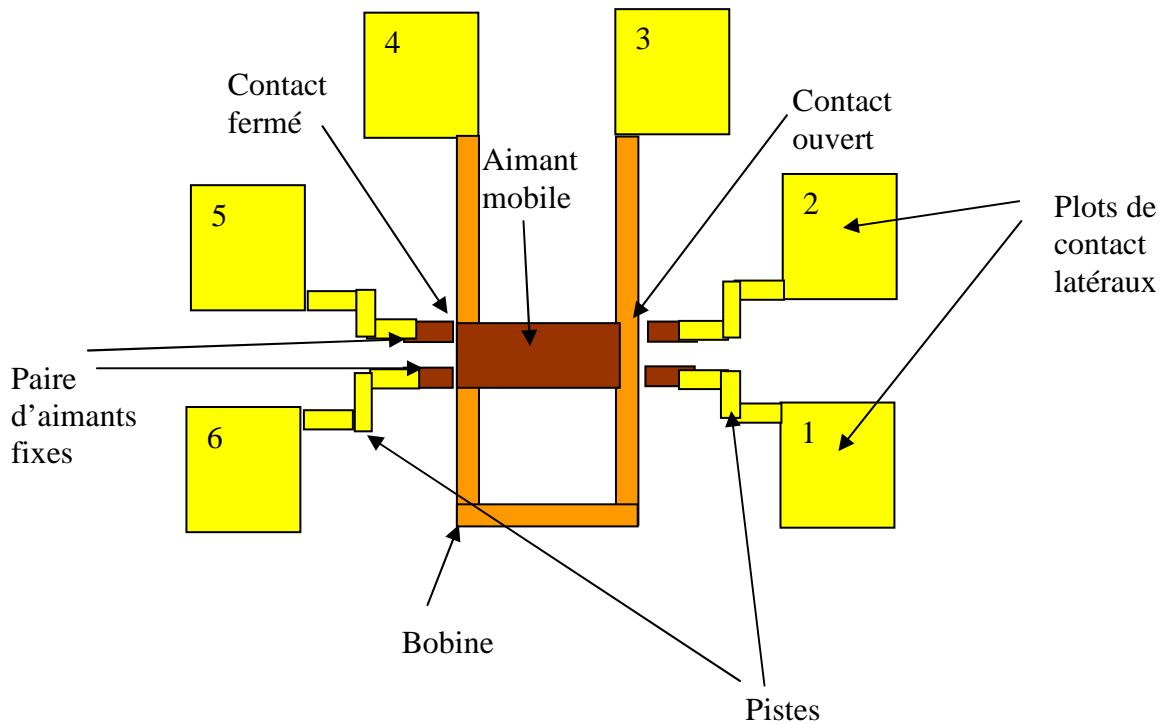


Figure 0-16 : schéma d'un actionneur RAIMI vue de dessus
(Scheme of top view of RAIMI MEMS)

Le but des tests auxquels on a procédé est de déterminer si **l'aimant mobile peut assurer le contact électrique** - et donc si le dispositif est capable d'assurer la fonction switch -, **d'évaluer la qualité de ce contact** et de **visualiser la commutation de l'aimant grâce à des mesures électriques**.

Mesures statiques

Méthodologie

Nous avons sélectionné des puces non seulement pour les faire commuter physiquement, mais aussi pour caractériser l'ouverture et la fermeture des contacts électriques.

Nous avons d'abord mesuré la résistance des bobines pour éliminer les puces qui ont des bobines défectueuses.

La libération des aimants mobiles a été vérifiée visuellement et pour ces puces libérées, les résistances latérales ont été mesurées. Nous avons retenu les puces pour lesquelles la résistance latérale du côté où l'aimant mobile est en butée est inférieure à une valeur-seuil et la résistance latérale de l'autre côté est supérieure à cette valeur, au départ prise arbitrairement à 1 k Ω (mesures de résistivité 5 et 6 sur le schéma de la Figure 0-17).

Résultats

Nous avons caractérisé 3 plaques (P01, P02, P08). La plaque P01 a une épaisseur de CoPt de 4.25 μm , a 3 bobines endommagées, 41.8 % d'aimants libérés et 59 puces ont été sélectionnées pour la commutation selon les critères précédemment cités.

La plaque P02 a une épaisseur de CoPt de 5.43 μm , n'a aucune bobine endommagée, 61.5 % d'aimants libérés et 101 puces ont été sélectionnées.

La plaque P08 a une épaisseur de CoPt de 2.35 μm , a 42 bobines endommagées, 33.8 % d'aimants libérés et 36 puces ont été sélectionnées

Nous avons fait les mesures représentées ci-dessous pour nous assurer de l'isolation.

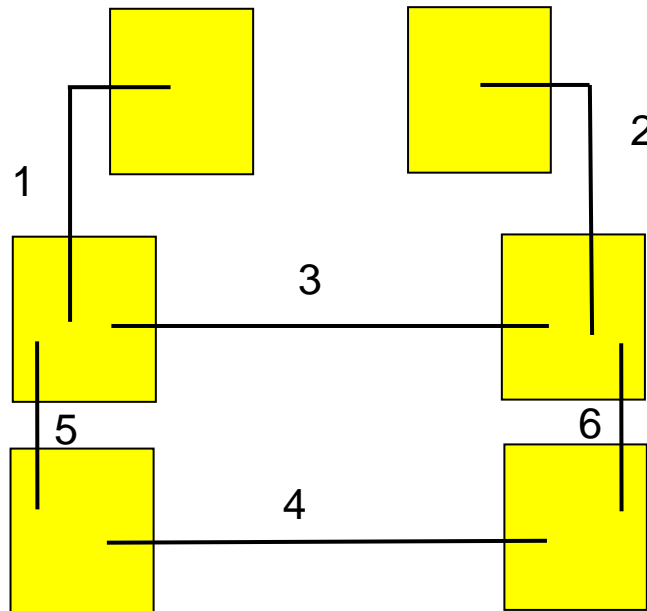


Figure 0-17 : schéma représentant les mesures d'isolation effectuées sur le MEMS RAIMI (Scheme of insulation measurements carried on RAIMI MEMS)

Si les bobines sont bien isolées des pistes (mesures de résistance 1 et 2 sur la Figure 0-17), nous avons mis en évidence un défaut d'isolation entre les pistes sur de nombreuses puces (mesures de résistance 3 et 4).

Aussi avons-nous mis en œuvre une autre méthodologie, qui a été appliquée sur la plaque P01 :

- constatation visuelle de la libération
- isolation des plots latéraux (résistances 3 et 4 supérieures à 100 M Ω)
- bobine intègre
- pas de court-circuit entre les pistes adjacentes (résistances 5 et 6)

Tests dynamiques

Méthodologie

La première commutation requiert beaucoup d'énergie pour décoller l'aimant mobile. Nous envoyons donc des pulses de 1 à 10 A pendant 50 à 200 μs . Pour les commutations suivantes, nous envoyons des pulses de 30 μs et nous cherchons l'intensité minimale de commutation en augmentant progressivement le courant à partir de 1 A.

Résultats P08

Nous avons rencontré de nombreux problèmes sur les puces testés sur cette plaque :

- peu d’aimants bougent, et s’ils bougent :
 - le plus souvent, nombre réduit de commutation
 - l’aimant s’envole après plusieurs commutations voire lors de la première commutation
- après le 1^{er} mouvement, un aimant commute pour une certaine intensité puis l’intensité du pulse doit être augmentée pour obtenir une nouvelle commutation
- absence de reproductibilité des mesures de résistance sur les quelques puces qui commutent plusieurs fois.

Néanmoins, lors de commutations, on a pu observer quelques variations importantes de résistance.

Résultats P01

Sur cette plaque 161 puces ont été testées. Les courants de commutation varient de 2.8 à 5.6 A, ce qui est en bon accord avec la simulation [26]. Parmi les puces testées, 41 ont commuté plus de 10 fois et semblaient encore en mesure de commuter lorsque l’on a cessé de les actionner. Les résistances de contact, par contre, sont trop élevées et sont de l’ordre de 1 à 10 M Ω .

Remarques :

- lorsque l’aimant mobile se soulève et vient chevaucher les parties fixes, le contact est bien meilleur et on a une résistance de contact de quelques ohms.
- Il est très souvent arrivé que la résistance chute brutalement de quelques M Ω à moins de 10 Ω sans raison apparente lorsque le contact est fermé. Après cela, il devient impossible de faire bouger l’aimant mobile. La création d’une microsoudure induite par la mesure est envisagée.

Le tableau suivant regroupe les courants de commutation pour les puces qui ont commuté un grand nombre de fois suivant la largeur des aimants fixes. Les forces de contact et les courants de commutation sont censés être proportionnels à la largeur des aimants fixes. Or, on voit qu’il n’y a qu’une très faible influence de la largeur d’aimant fixe sur les courants de commutation. Ces derniers se situent en moyenne entre 3 et 4 ampères et les écart-types sont relativement importants.

Tableau 0-2 : courants moyens de commutation des puces RAIMI en fonction de la largeur des aimants fixes (pulses de courant de commutation : 30 μ s)
Average switching currents of RAIMI switches as a function of fixed magnets width (switching currents pulses of 30 μ s)

<i>Largeur aimants fixes (μm)</i>	<i>Nombre de puces</i>	<i>Courant moyen de commutation (A)</i>	<i>Ecart-type (A)</i>
10	5	3.7	0.75
15	21	3.4	0.78
17.5	15	3.7	0.75

Résultats P02

Sur cette plaque 103 puces ont été testées. Les courants de commutation varient là aussi de 2.8 à 5.6 A. Parmi les puces testées, seules 13 ont commuté plus de 10 fois et beaucoup d'aimants n'ont commuté qu'une ou 2 fois, ce qui peut être attribué à une désaimantation des aimants. Même remarque que précédemment concernant les contacts.

Visualisation électrique de la commutation

Nous avons utilisé un oscilloscope 2 voies (+1 pour la synchronisation) pour observer électriquement la commutation. Nous visualisons les résistances de contact en créant un pont diviseur de tension entre la résistance de contact et la résistance interne de l'oscilloscope (1 M Ω). La tension appliquée est de 4 V ; l'oscilloscope est synchronisé sur le générateur de pulse (Figure 0-18).

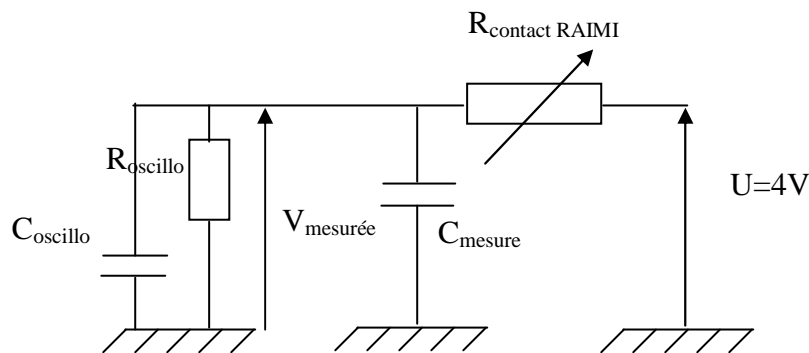


Figure 0-18 : schéma électrique de mesure en temps réel des résistances de contact du switch RAIMI (Electrical scheme of real time contact resistance measurements of RAIMI switch)

Lorsqu'un contact s'ouvre, la tension dans l'oscilloscope passe d'un niveau haut à un niveau bas avec un temps caractéristique d'environ 500 μs . La capacité interne de l'instrument est de 13 pF et sa résistance de 1 M Ω , ce qui correspond à un temps caractéristique de 13 μs . Ce temps de réponse long est dû à une impédance supplémentaire, qui est attribuée à l'impédance de la sonde de mesure.

On a pu observer le temps de commutation de l'aimant, c'est-à-dire, le temps entre lequel un contact s'ouvre et l'autre se ferme ou le temps qui sépare le début de la commande de la fermeture d'un contact (Figure 0-19). Ce **temps de commutation est d'environ 20 μs** , comme cela a, par ailleurs, été prévu par le calcul [26].

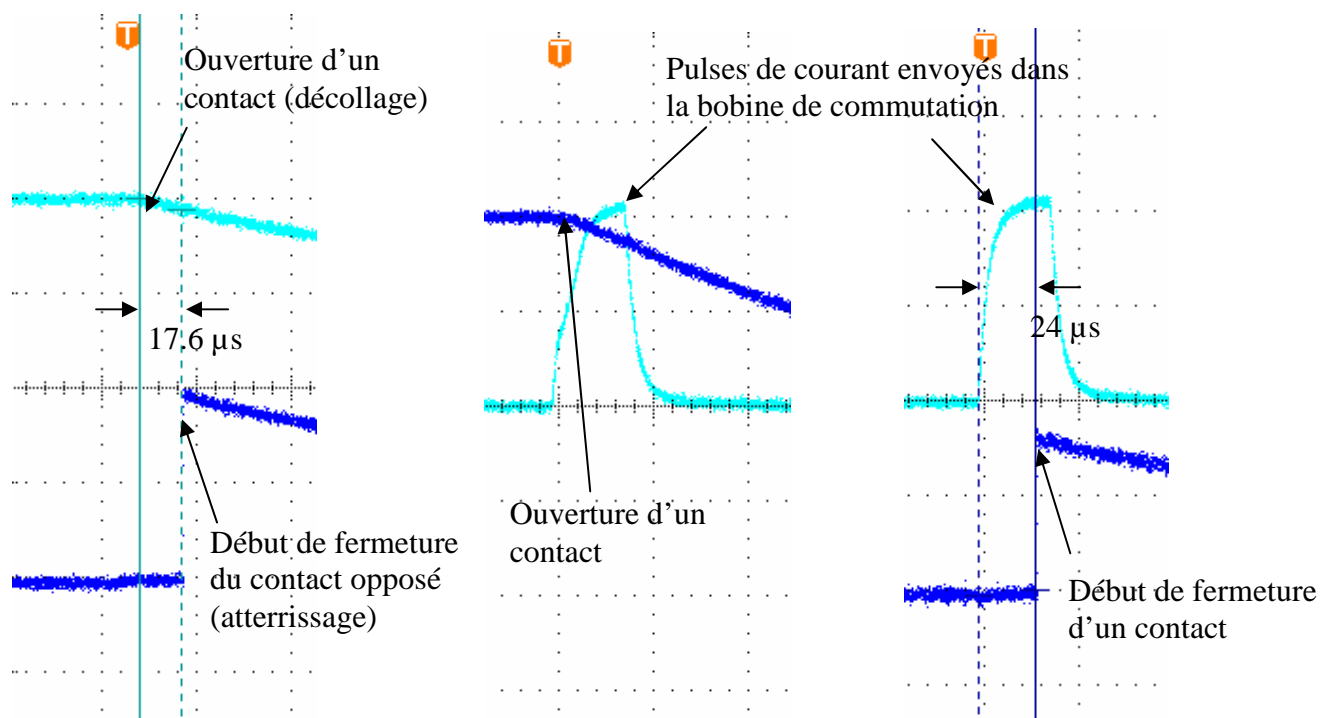


Figure 0-19 : visualisation électrique des pulses de courant de commutation, de l'ouverture et de la fermeture de contacts observés lors de commutations d'un MEMS RAIMI
(Electrical visualisation of switching currents, opening and closing of contacts observed on switching RAIMI MEMS)

On observe parfois un petit décalage entre le début d'un pulse de courant et l'ouverture d'un contact. Ce retard est attribué au temps de montée du courant : le switch ne commute que lorsque le courant d'actionnement a atteint une certaine valeur seuil.

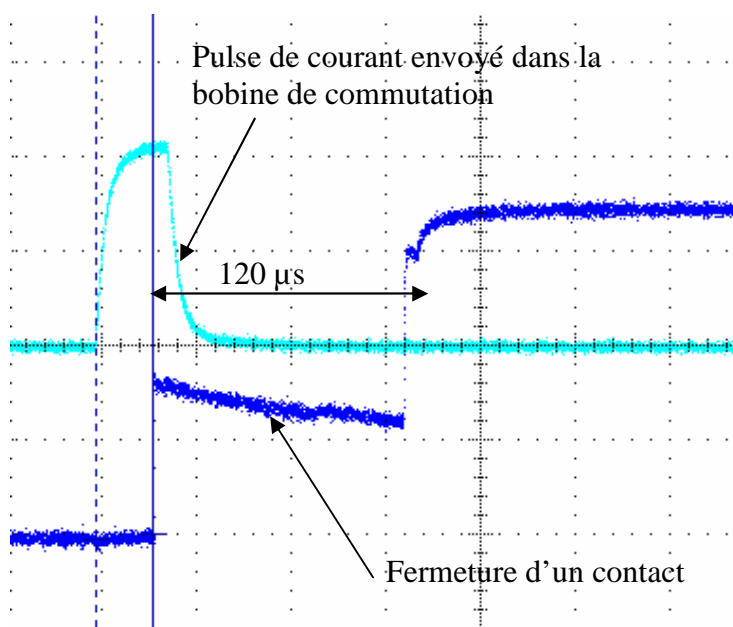


Figure 0-20 : visualisation électrique d'un pulse de courant de commutation et de la fermeture d'un contact électrique sur un MEMS RAIMI
(Electrical visualisation of a switching current impulse and of the closing of a RAIMI MEMS contact)

On peut néanmoins constater sur les clichés précédents que le contact définitif met un certain temps à s'établir. En général, la résistance au départ est très grande et diminue pour atteindre

leur valeur définitive en un temps relativement long (120 μ s sur la Figure 0-20, parfois plus). On peut envisager l'existence de rebonds de l'aimant mobile sur les aimants fixes.

Cause du défaut d'isolation

Sur les puces où l'aimant mobile n'est plus présent, on peut voir qu'il reste une couche sous la place qu'occupait cet aimant. Il s'agit vraisemblablement de la couche d'accroche du Cu sacrificiel. Cette couche d'accroche est en Ti et n'a pas été complètement gravée.

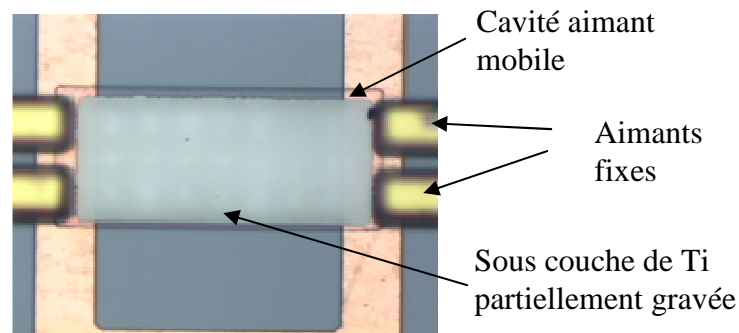


Figure 0-21 : vue au microscope optique d'un MEMS RAIMI dont l'aimant mobile est manquant (Top view optical image of a RAIMI MEMS with missing moving magnet)

Après reprise de la plaque P01 dans un bain de gravure Ti, l'isolation des pistes est bien meilleure.

Réaimantation de la plaque P02

La laque P02 a été placée dans un champ de 1.2 T afin de réaimanter les aimants. On a considéré les puces qui n'avaient commuté au maximum que 3 fois. Parmi celles-ci, il y avait un certain nombre d'aimants absents qui ont dû partir lors de la réaimantation (14). Nous avons donc en tout envoyé des pulses de courant dans 37 puces parmi lesquelles 26 ont commuté de nouveau au moins une fois et 10 ont commuté 10 fois et semblaient encore en mesure de commuter. Il semble donc que la désaimantation des aimants est bien l'une des sources du nombre limité de commutations.

Contacts électriques

Nous avons observé les contacts des puces RAIMI au MEB et nous avons pu voir que la zone de contact est très limitée, ce qui peut expliquer la forte résistivité de ces contacts (Figure 0-22). La chute de résistivité des contacts suivie d'une impossibilité à commuter par la suite pourrait être attribuée à une microsoudure. Celle-ci pourrait être provoquée par la mesure de résistivité qui induit un échauffement soit continu soit lors d'une décharge ; les surfaces de contact étant séparées par une zone de grande résistance, elles peuvent se comporter comme les surfaces d'un condensateur. Bien que les courants de mesure soient très limités, cette hypothèse permettrait d'expliquer les 2 phénomènes à la fois (chute de résistivité et collage de l'aimant mobile).

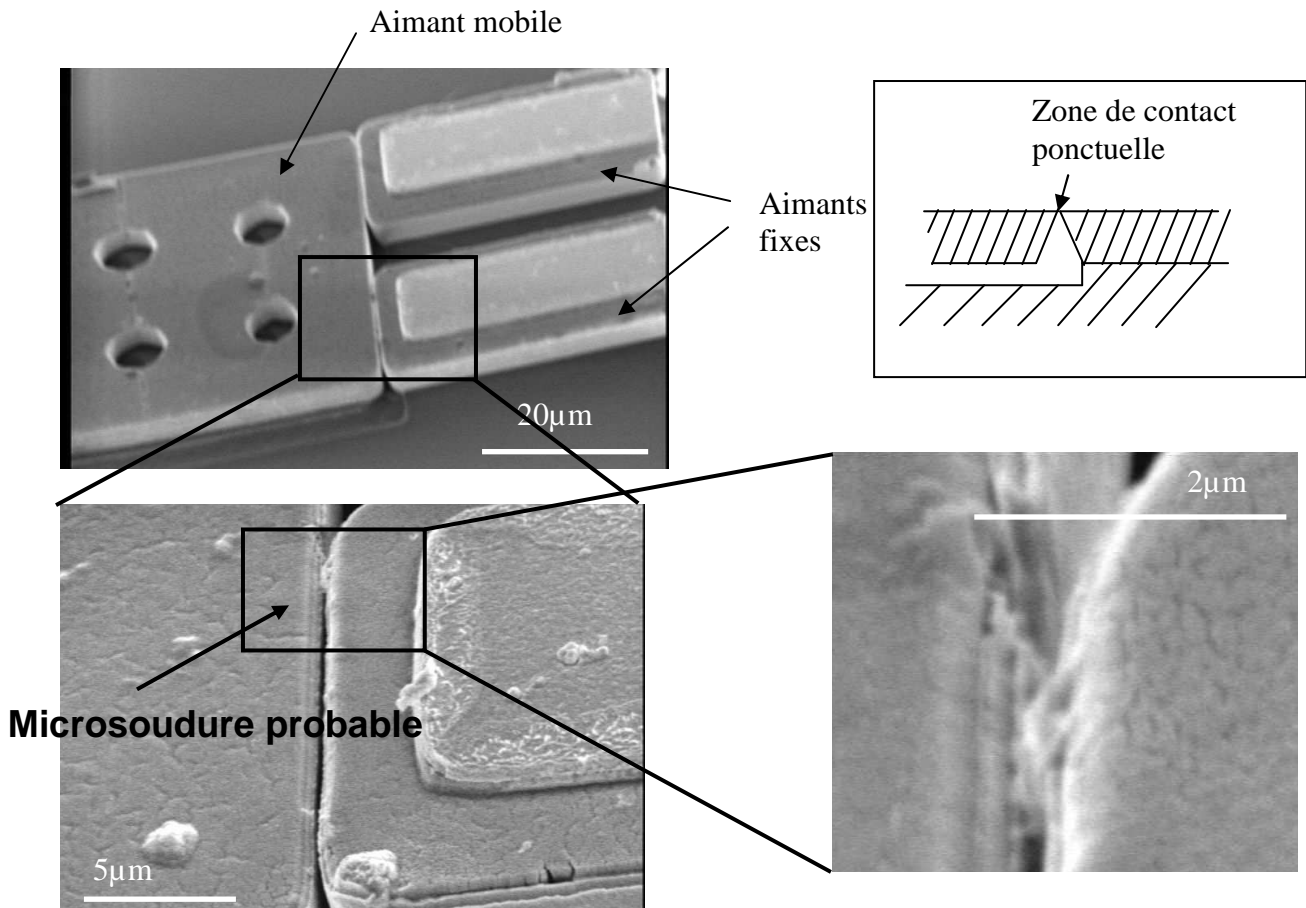


Figure 0-22 : observation de la zone de contact d'un aimant RAIMI "micro-soudé"
(Observation of contact area of a RAIMI MEMS with a possible welded contact)

Conclusion des tests

Les MEMS RAIMI sont des micro-actionneurs magnétiques capables d'être utilisés comme switches électriques, même si la qualité des contacts doit être améliorée (de quelques $M\Omega$ à moins d' $1\ \Omega$!). Il semblerait que la désaimantation soit bien une cause de la limitation du nombre de commutation. Cela semble avoir clairement été mis en œuvre dans le cas de la plaque P02, ce qui peut s'expliquer par une plus faible coercivité du CoPt due à une plus faible teneur en Pt sur cette plaque. La question de la reproductibilité de l'électrodéposition du CoPt est aussi en jeu. La Figure 0-23 illustre les possibles mécanismes de désaimantation et la Figure 0-24 montre le cycle d'hystérésis du CoPt, qui présente une coercivité assez faible.

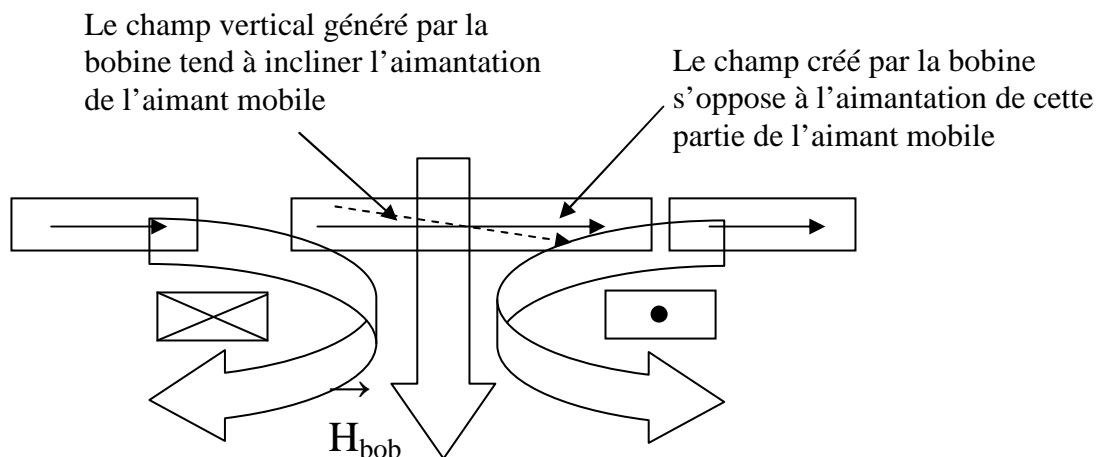


Figure 0-23 : mécanisme de désaimantation de l'aimant mobile par les courants de commutation
(Scheme of possible demagnetisation processes of the mobile magnet with switching current)

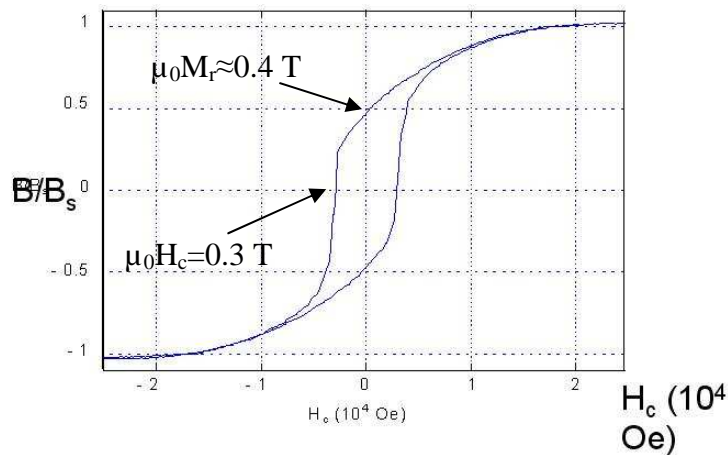


Figure 0-24 : cycle d'hystérésis magnétique dans le plan de CoPt électrodéposé (In plane magnetic hysteresis loop of electroplated CoPt)

IV Objectifs de la thèse

Nous avons vu qu'il était possible de produire un switch électrique bistable à actionnement magnétique. Ce switch commute très rapidement, en approximativement $20 \mu\text{s}$. Le matériau magnétique dur, du CoPt électrodéposé, a l'avantage d'être déposé par une technique compatible avec les technologies MEMS, d'avoir une vitesse de dépôt rapide (env. $2 \mu\text{m/h}$) et de ne pas requérir de recuit.

Cependant ce principe de switch peut encore être amélioré : les courants de commutation (env. 3 A) sont très importants et il conviendrait de les réduire. Le nombre limité de commutations pose problème ; il est en partie attribué à la désaimantation des aimants qui ont une trop faible coercivité, mais il faudrait aussi s'intéresser au comportement mécanique de l'aimant mobile afin d'améliorer la fiabilité de la commutation (pas de chevauchement de la partie mobile sur les aimants fixes, par exemple). Enfin, une augmentation de la rémanence des aimants entraînerait une augmentation des pressions de contact, et donc de la qualité de contact, ainsi qu'une augmentation des interactions aimant-bobine.

Dans cette thèse, les 3 objectifs seront donc de :

- créer des nouveaux designs pour réduire les courants de commutation
- déposer et étudier des couches magnétiques dures épaisses hautes performances pour remplacer le CoPt
- intégrer ces nouveaux matériaux dans un process de microtechnologies.

Cette thèse est incluse dans le projet ANR Nanomag2 qui vise à produire un switch RF magnétique bistable pour applications spatiales.

Bibliographie

- [1] R. Woods, R. Mahadevan, V. Dhuler, B. Dudley, A. Cowen, E. Hill, K. Markus, MEMS microrelays, *Mechatronics*, Vol 8, p535-547, 1998
- [2] H. B. Chan, V. A. Aksyuk, R. N. Kleiman, D. J. Bishop, Federico Capasso, Quantum Mechanical Actuation of Microelectromechanical Systems by the Casimir Force, *Science*, Vol 291 (5510), p 1941-1944, 2001
- [3] M. Dequesnes, S. V. Rotkin, N. R. Aluru, Calculation of pull-in voltages for carbon-nanotube-based nanoelectromechanical switches, *Nanotechnology*, Vol 13, p 120-131, 2002
- [4] F. Paschen, Über die zum Funkenübergang in Luft, Wasserstoff and Kohlensäure bei verschiedenen Drücken erforderliche Potentialdifferenz, *Weid. Annalen der Physick*, Vol 37, p 69-96, 1889
- [5] M. Freudenreich, U. Mescheder, G. Somogyi, Simulation and realization of a novel micromechanical bi-stable switch, *Sensors and Actuators A*, Vol 114, p451-459, 2004
- [6] C. Divoux, J. Charton, W. Schwartz, E. Stadler, J. Margail, L. Jocoü, T. Enot, J. C. Barbe, J. Chiaroni, P. Berruyer, A novel electrostatic actuator for micro deformable mirrors: fabrication and test, *Transducers proceedings*, Vol 1, p 488-491, 2003
- [7] D. Woods, J. S. Burdess, A. J. Harris, actuators and their mechanism in microengineering, *Engineering Science and Education Journal*, p 19-27, feb 1998
- [8] J. Qiu, An Electrothermally-Actuated Bistable MEMS Relay for Power Applications, mémoire de thèse, MIT, 2003
- [9] C. Hilbert, H. Curtis, MCC/WTEC Strategic Technology Tour on: MEMS and Microsystems in Europe, Final Report of Findings, Chap. 5, 2000
http://www.wtec.org/loyola/mcc/mems_eu/Pages/Chapter-5.html
- [10] J. Judy, Microelectromechanical systems (MEMS) : fabrication, design and applications, *Smart Mater. Struct.* Vol 10, p 1115-1134, 2001
- [11] N. Tiercelin, P. Pernod, V. Preobrazhensky, H. Le Gall, J. Ben Youssef, P. Mounaix, D. Lippens, Giant magnetostriction thin films for multi-cantilever micro-structures driving, *Sensors and Actuators*, Vol 81, p 162-165, 2000
- [12] E. Quandt, K. Seeman, Fabrication and simulation of magnetostrictive thin film actuators, *Sensors and Actuators A*, Vol 50, p105-109, 1995
- [13] R. Osiander, S. A. Ecelberger, R. B. Givens, D. K. Wickenden, J. C. Murphy, T. J. Kistenmacher, A microelectromechanical-based magnetostrictive magnetometer, *Appl. Phys. Lett*, Vol 69 (19), p2930-2931, 1996

- [14] R. B. Zmood, L. Qin, D.K. Sood, T. Vinay, D. Meyrick, Magnetic MEMS in smart structures which exploit magnetic materials properties, Proceedings of SPIE, Vol 4235, p173-184, 2001
- [15] J. Delamare, G. Reyne, O. Cugat, Magnetic down-scaling laws, micromagnets and applications of magnetic micro-actuators (MAGMSAS), Proceedings of the 18th workshop on high performance magnets and their applications (HPMA 04), Annecy, France, 2004
- [16] W. P. Taylor, O. Brand, M. G. Allen, Fully Integrated Magnetically Actuated Micromachined Relays, Journal of Microelectromechanical systems, Vol 7 (2), 1998
- [17] T. Matsuura, T. Fukami, M. Chabloz, Y. Sakai, S. Izuo, A. Uemura, S. Kaneko, K. Tsutsumi, K. Hamanaka, Silicon micro optical switching device with an electromagnetically operated cantilever, Sensors and actuators, Vol 83, p 220-224, 2000
- [18] M. Ruan, J. Shen, C. Wheeler, Latching micromagnetic relays, Journal of Microelectromechanical systems, Vol 10 (4), p 224-227, 2001
- [19] N. V. Myung et al., Electrochemical society proceedings, PV 00-29, p 506, 2000
- [20] D. Gamet, Elaboration par voie électrochimique, caractérisation, et intégration pour applications industrielles d'aimants permanents à base de Co-Pt, mémoire de thèse, Université Joseph Fourier, Grenoble, 2003.
- [21] H. Rostaing, Conception, modélisation et fabrication d'un micro-actionneur bistable, hors plan et magnétique, mémoire de thèse, INPG, Grenoble, 2004
- [22] H. Rostaing, J. Stepanek, O. Cugat, C. Dieppedale, J. Delamare, Magnetic, out-of-plane, totally integrated bistable micro-actuator, Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, Vol 2, p 1366-1370, 2005
- [23] H. Rostaing, J. Delamare, O. Cugat, C. Locatelli, Actionneur magnétique à lévitation, brevet N° FR 02 09 882, 02/08/2002
- [24] C. Dieppedale, B. Desloges, H. Rostaing, J. Delamare, O. Cugat, J. Meunier-Carus, Magnetic bistable micro-actuator with integrated permanent magnet, Proceedings of IEEE Sensors, Vienne, France, 2004
- [25] J. Delamare, O. Cugat, C. Locatelli, Micro-actionneur bistable utilisant le guidage magnétique et des aimants, brevet N° FR 01 10 81, 27/07/2001
- [26] J. Meunier-Carus, Conception et réalisation d'un micro-actionneur électromagnétiques, mémoire de DRT, Université Joseph Fourier, Grenoble, 2002

Chapitre 1 : Dimensionnement de nouveaux microsystemes magnétiques

Résumé :

Dans cette partie nous utiliserons des outils de simulation numérique mis au point au G2E-Lab afin de modéliser les propriétés statiques et dynamiques de microsystemes magnétiques. Sur la base du principe de fonctionnement du switch RAIMI, décrit en introduction, nous allons définir de nouveaux designs dans le but d'optimiser une ou plusieurs caractéristiques des micro-relais telles que force de contact, courant de commutation ou vitesse de commutation.

Summary:

In this part, we will use numerical simulation tools developed in G2ELab in order to simulate static and dynamical properties of magnetic microsystems. Using the actuation principle of the RAIMI MEMS, which was described in the introduction, we will develop new designs to optimise one or several characteristics of our micro switch such as contact force, switching current or switching time.

I Outils de simulation

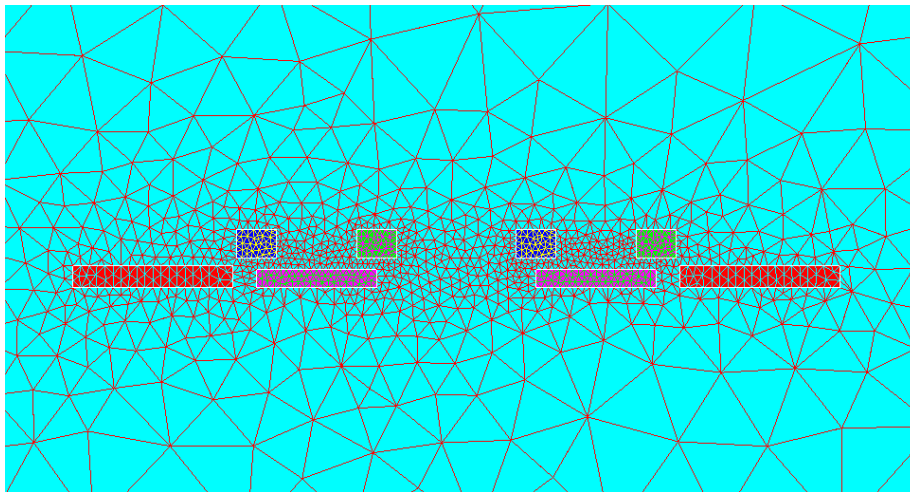
Nous avons utilisé plusieurs outils de simulation numérique et semi-analytique afin de dimensionner nos microsystèmes et de modéliser leur comportement dynamique.

Les simulations mises en œuvre sont des simulations magnétostatiques. Comme l'a montré J. Stepanek dans sa thèse [1], les courants induits dans les conducteurs d'actionnement par le mouvement de l'aimant peuvent être négligés par rapport aux courants de commutations très élevés dans des systèmes tels que ceux que nous étudions.

I.1 Flux2D

Flux2D [2] est un logiciel de calcul par éléments finis créé au G2E-Lab, développé et commercialisé par la société Cedrat. Cette application permet, entre autre, de modéliser les champs et interactions magnétostatiques et magnétodynamiques mettant en jeu des matériaux durs, doux ou des conducteurs. Les différentes pièces sont définies et maillées en 2 dimensions, et l'entrée d'une valeur de profondeur permet de calculer numériquement des grandeurs comme les forces ou les couples magnétiques (Figure 1-1).

Une version tridimensionnelle du logiciel existe, mais nous ne l'utiliserons pas en raison de la complexité et du temps de calcul accrus, ce qui n'est pas justifié pour notre application, d'autant plus que nos systèmes peuvent être ramenés à des géométries invariantes par translation suivant y (largeur) et que la largeur est beaucoup plus grande que l'épaisseur, ce qui a pour conséquence que les effets de bord sont négligeables.



**Figure 1-1 : exemple de maillage d'un dispositif magnétique sous Flux2D
(Example of meshing of a magnetic system with Flux2D)**

I.2 Dipole3D

Dipole3D [3] est un logiciel à usage interne créé et développé dans l'équipe « microsystèmes magnétiques » du G2E-Lab et permettant le calcul semi-analytique de champs, de forces et de couples dans des systèmes mettant en jeu des conducteurs et des aimants permanents. Les éléments sont discrétisés en sphères de volume équivalent, ce qui simplifie grandement les calculs. La discrétisation peut être adaptée localement aux géométries spécifiques, comme

c'est le cas sur la Figure 1-2. Le calcul des forces et des couples se fait analytiquement et est basé sur l'évaluation des gradients d'énergie d'interaction.

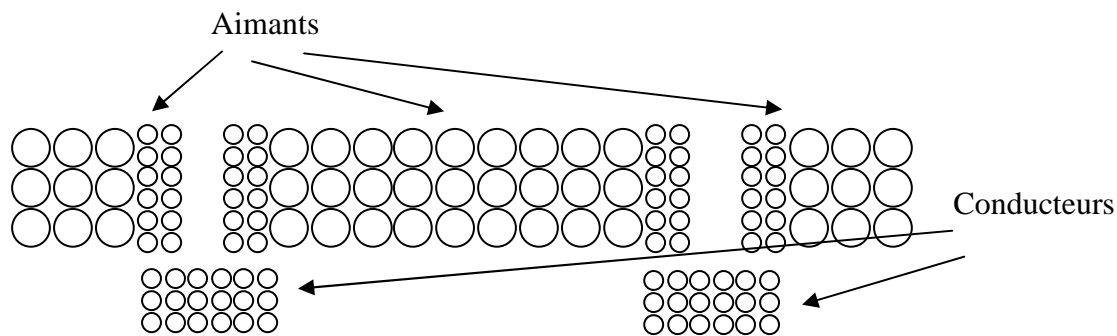


Figure 1-2 : exemple de discrétisation d'un système magnétique sous Dipôle3D (Example of discretisation of a magnetic system with Dipole3D)

Dipole3D peut être connecté à d'autres logiciels tels que Matlab ou CDIOptimizer. L'utilisation du module Simulink de Matlab permet de modéliser le comportement dynamique de nos microsystèmes magnétiques, comme cela sera montré ultérieurement. CDIOptimizer [4], logiciel développé au G2E-Lab, permet d'optimiser le dimensionnement selon des méthodes d'optimisation au choix (calcul de dérivées, algorithme génétique...), afin, par exemple de maximiser ou de minimiser une grandeur de sortie (force, couple...) en fonctions de paramètres et contraintes.

D'autres logiciels d'optimisation, comme CADES, ont aussi été mis au point au G2E-Lab et auraient pu être utilisés pour cette étude [5].

II Premières pistes

Le dispositif RAIMI a été présenté précédemment. Il souffre de plusieurs faiblesses : l'une d'elle est liée au matériau magnétique, une autre est liée aux courants de commutation. L'un des buts de cette thèse est d'introduire des matériaux magnétiques hautes performances dans les microsystèmes. Dans nos simulations, dont le but est de créer de nouveaux designs pour faire baisser les courants de commutation, nous considérerons que nos matériaux durs sont des aimants parfaits : grande coercivité, pas de désaimantation lorsque soumis à un champ magnétique (champ créé par les bobines d'actionnement ou son propre champ démagnétisant).

Un certain nombre de nouveaux designs intégrant bobines, matériaux durs et, dans certains cas, matériaux doux ont été testés sous Flux2D.

II.1 Systèmes à aimantation dans le plan

Dans les conditions que nous avons choisies, et qui reproduisent les caractéristiques du switch RAIMI (aimant mobile= $100 \times 50 \times 5 \mu\text{m}^3$, $\mu_0 M_r = 0.4 \text{ T}$), nous avons calculé une force de maintien de $7.7 \mu\text{N}$ au contact entre les aimants fixes et l'aimant mobile (Figure 1-3). Si on fait passer un courant dans les conducteurs d'actionnement, on exerce une force d'interaction de $2.45 \mu\text{N}$ par ampère sur l'aimant mobile et il faut donc un peu plus de 3 A pour vaincre la force de maintien et obtenir la commutation.

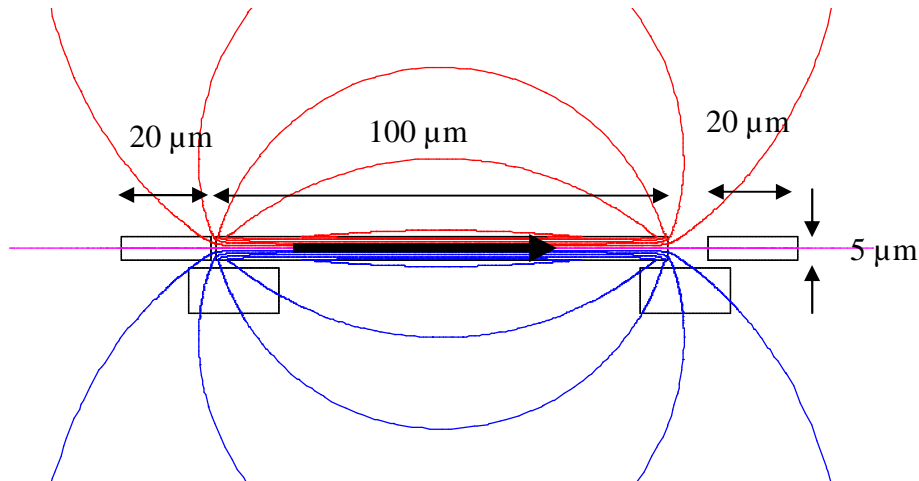


Figure 1-3 : vue en coupe d'un dispositif magnétique comprenant des aimants fixes de part et d'autre d'un aimant mobile et des conducteurs d'actionnement (géométrie RAIMI) ; représentation des lignes de champ créées par l'aimant mobile (Flux2D)
 (Side view of a magnetic system with fixed magnets with a mobile magnet in-between and actuation conductors (RAIMI design)); representation of the magnetic field lines created by the mobile magnet (Flux2D)

Etant donné qu'on exploite la composante verticale du champ magnétique pour créer un mouvement horizontal, une première idée pourrait être de mettre une couche de FeNi sous les bobines de sorte que les lignes de champ soient bien verticales au niveau des conducteurs (Figure 1-4).

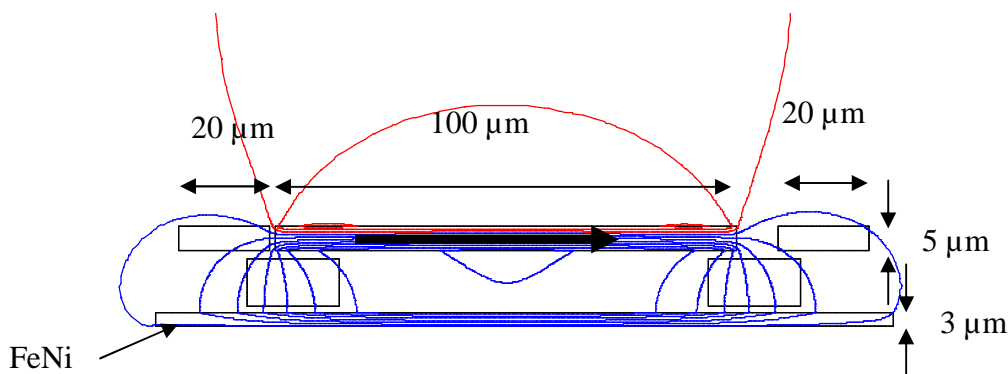


Figure 1-4 : vue en coupe d'un dispositif magnétique comprenant des aimants fixes de part et d'autre d'un aimant mobile, des conducteurs d'actionnement et une couche d'un matériau doux ; représentation des lignes de champ créées par l'aimant mobile (Flux2D)
 (Side view of a magnetic system with fixed magnets with a mobile magnet in-between, actuation conductors and a soft magnetic material film); representation of the magnetic field lines created by the mobile magnet (Flux2D)

Les simulations par éléments finis montrent que la force de contact est la même, mais on obtient une force d'interaction de 3 μN par ampère entre les conducteurs et l'aimant mobile, soit un gain de 20 % par rapport à la configuration précédente, et on peut faire commuter la partie mobile avec un courant de 2.6 A.

La couche de FeNi crée une force attractive sur l'aimant mobile (dans cette configuration 1.5 μN). Cette force peut être néanmoins compensée par la force verticale opposée créée par les conducteurs lors de la commutation et l'aimant mobile ne devrait a priori pas rester collé au substrat.

Cette option ne sera toutefois pas retenue en priorité étant donné que cela représente un nombre d'étapes technologiques et un coût accru de la fabrication pour un gain modéré.

Une autre idée est de fractionner l'aimant mobile. On reproduit plusieurs fois la partie motrice, on relie ces blocs mécaniquement de sorte que les forces s'additionnent et on connecte aussi les bobines. La résistance de la bobine augmente, mais avec un même courant, on peut démultiplier la force appliquée sur l'aimant mobile fractionné.

Par exemple, on décide d'appliquer ce principe à un aimant mobile de même taille que précédemment (100 μm), qui se décompose en 2 parties de 30 μm d'aimant reliées mécaniquement et séparées par 40 μm d'un milieu non magnétique (Figure 1-5).

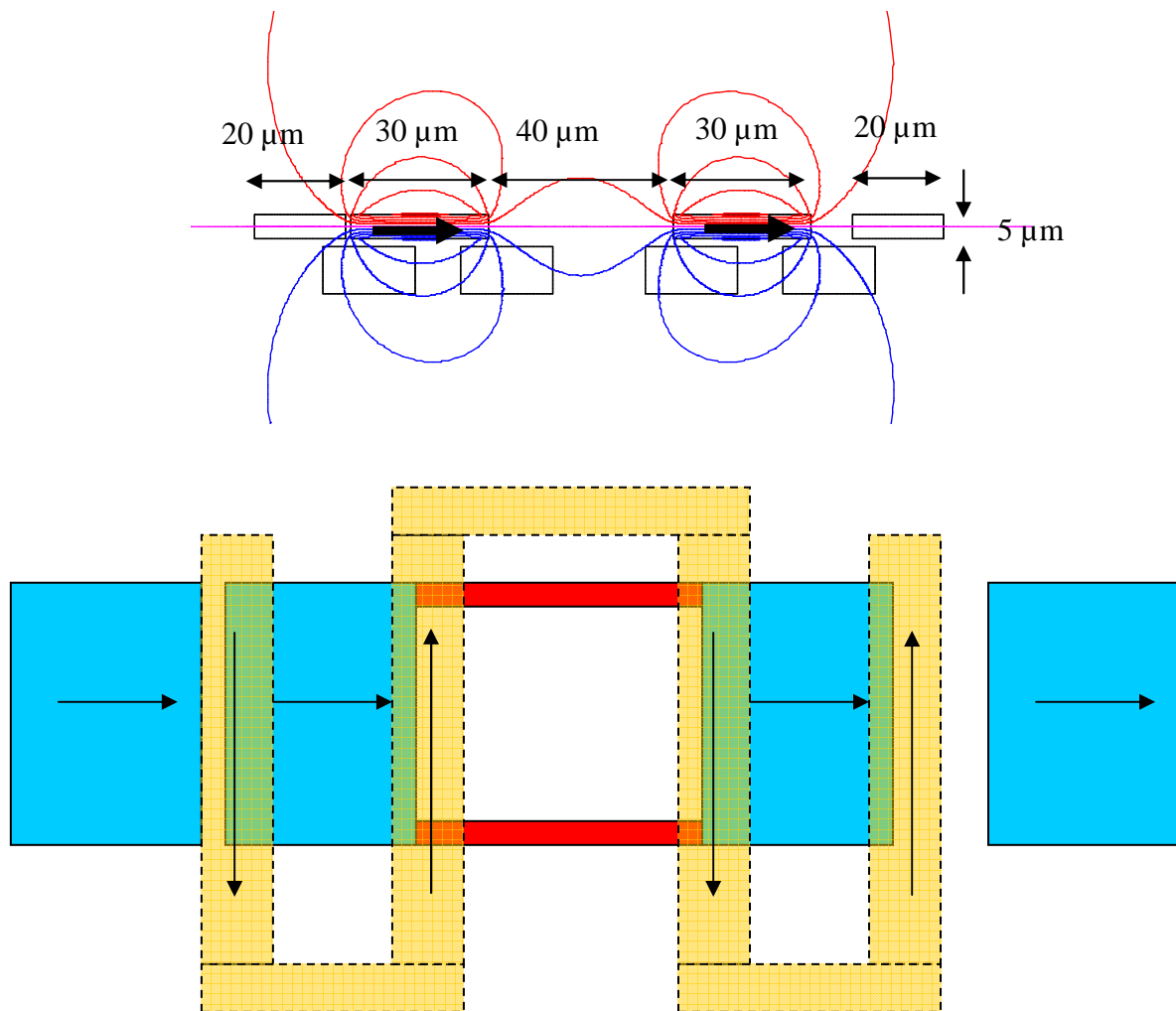


Figure 1-5 : vue en coupe et vue de dessus d'un dispositif magnétique comprenant des aimants fixes de part et d'autre d'un aimant mobile scindé en 2 parties reliées par un matériau amagnétique, ainsi que les conducteurs associés ; représentation des lignes de champ créées par l'aimant mobile (Flux2D)
 (Side view and top view of a magnetic system with fixed magnets, a mobile magnet in 2 parts linked by a non magnetic material and actuation conductors); representation of the magnetic field lines created by the mobile magnet (Flux2D)

Pour ce dispositif, on a environ la même force de contact, mais on a une force d'interaction de $4.85 \mu\text{N}$ par ampère, soit un gain de presque 100 %, et on peut alors faire commuter notre système avec 1.6 A seulement.

Cette force d'interaction n'a pas tout à fait été doublée car les aimants sont plus courts, le facteur de forme est moins favorable et donc le champ rayonné est légèrement inférieur. De plus, étant donné que les 2 aimants de la partie mobile ne sont pas à une distance infinie l'une de l'autre, il y a des interactions entre les 2 parties motrices qui réduisent la force d'interaction totale.

Par cette méthode, on garde une force de contact quasiment inchangée, celle-ci étant principalement assurée par les matériaux proches du contact.

On peut appliquer ce principe en fractionnant en 3 blocs la partie mobile et en gardant la même longueur pour cette partie mobile. On peut reproduire ce principe autant de fois qu'on veut en allongeant la partie mobile de sorte de démultiplier arbitrairement la force d'interaction entre la partie mobile et la bobine. **Ceci permet donc de diminuer arbitrairement le courant de commutation en gardant une même force de contact.**

Par ce principe, étant donné qu'on diminue la masse de la partie mobile, on gagne en temps de commutation, cependant, dans la pratique, la liaison mécanique entre les différentes parties de l'aimant mobile risque de le fragiliser.

II.2 Systèmes à aimantation hors du plan

Etant donné qu'on utilise le champ magnétique vertical issu des aimants, une idée pourrait être de faire un système utilisant des aimants avec aimantation perpendiculaire. Le mode d'actionnement utilise les forces de Laplace comme précédemment et est illustré sur la Figure 1-6.

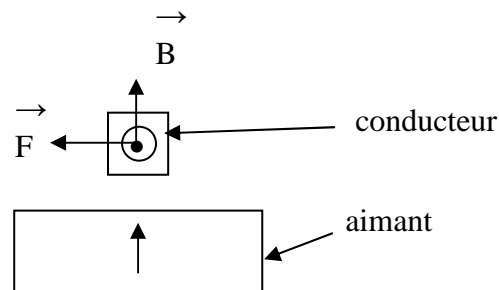


Figure 1-6 : principe d'actionnement d'un aimant orienté verticalement par un courant créant une force horizontale

(Actuation principle of a magnet with vertical magnetisation by an electrical current, which creates a horizontal force)

Le facteur de forme de l'aimant est capital pour avoir un champ émis par l'aimant suffisamment important. Imaginons en effet un aimant infiniment plat. Comme la divergence du champ magnétique est nulle, une zone de l'aimant subit autant de champ qu'elle en émet, comme on l'illustre sur la Figure 1-7 et le champ de fuite est nul.

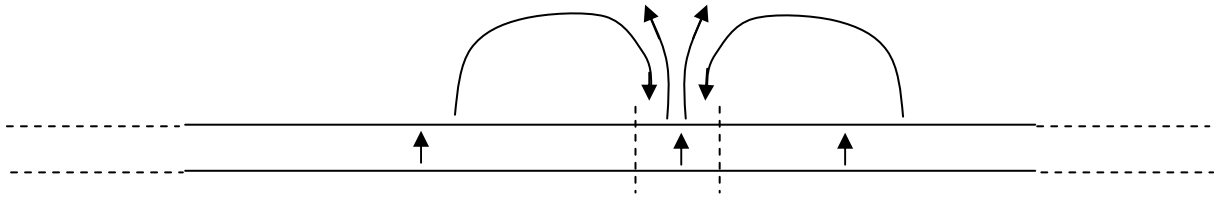


Figure 1-7 : aimant infiniment plat à aimantation vertical (pas de champ de fuite)
(Infinitely flat magnet with vertical magnetisation (no stray field))

Pour que l'actionnement soit le plus efficace possible, il faut donc que l'aimant ait un rapport hauteur sur largeur le plus grand possible. Nous allons donc tout de suite considérer un design avec fractionnement de l'aimant mobile.

La bobine d'actionnement fait des va-et-vient au dessous de l'aimant mobile et donc le sens du courant est alterné, comme c'était le cas précédemment. Il semble alors plus efficace d'alternier les aimantations verticales vers le haut et vers le bas. Comme illustré sur la Figure 1-6, les conducteurs d'actionnement doivent être à la verticale des parties aimantées pour un actionnement efficace. Dans une configuration telle que celle de la Figure 1-8, cela induit des contraintes géométriques : il faut que l'entrefer soit égal au pas des conducteurs ou à un multiple de ce pas, qui est, lui-même, égal au pas de la structure magnétique mobile.

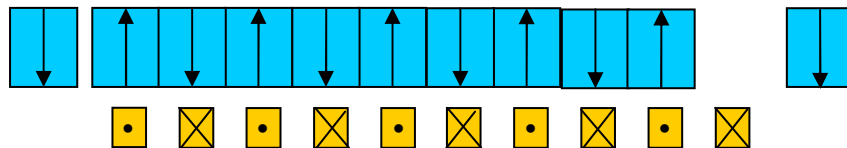


Figure 1-8 : microsystème magnétique à aimantation vertical alternée
(Magnetic MEMS with alternated magnetisation)

Nous avons dessiné un système avec un aimant mobile d'épaisseur $5\ \mu\text{m}$ composé de 9 parties. L'aimant mobile est fractionné en zones de $5\ \mu\text{m}$ de large pour avoir un bon rapport de forme ; le coefficient de champ démagnétisant vaut dans ce cas environ 0.5, et, étant donné que nous considérons pour le moment des aimants parfaits, nous supposons qu'il n'y a pas de problème de démagnétisation. Dans la configuration de la Figure 1-8, les aimantations de la partie mobile sont alternées. Comme cela peut éventuellement être difficile à mettre en œuvre à nos échelles, on a aussi considéré une partie mobile où les segments sont aimantés vers le haut et séparés par une partie douce voire du vide. Ces configurations et leurs lignes de champ simulées sur Flux2D sont illustrées par la Figure 1-9. Pour plus de clarté, nous n'avons représenté que la partie mobile.

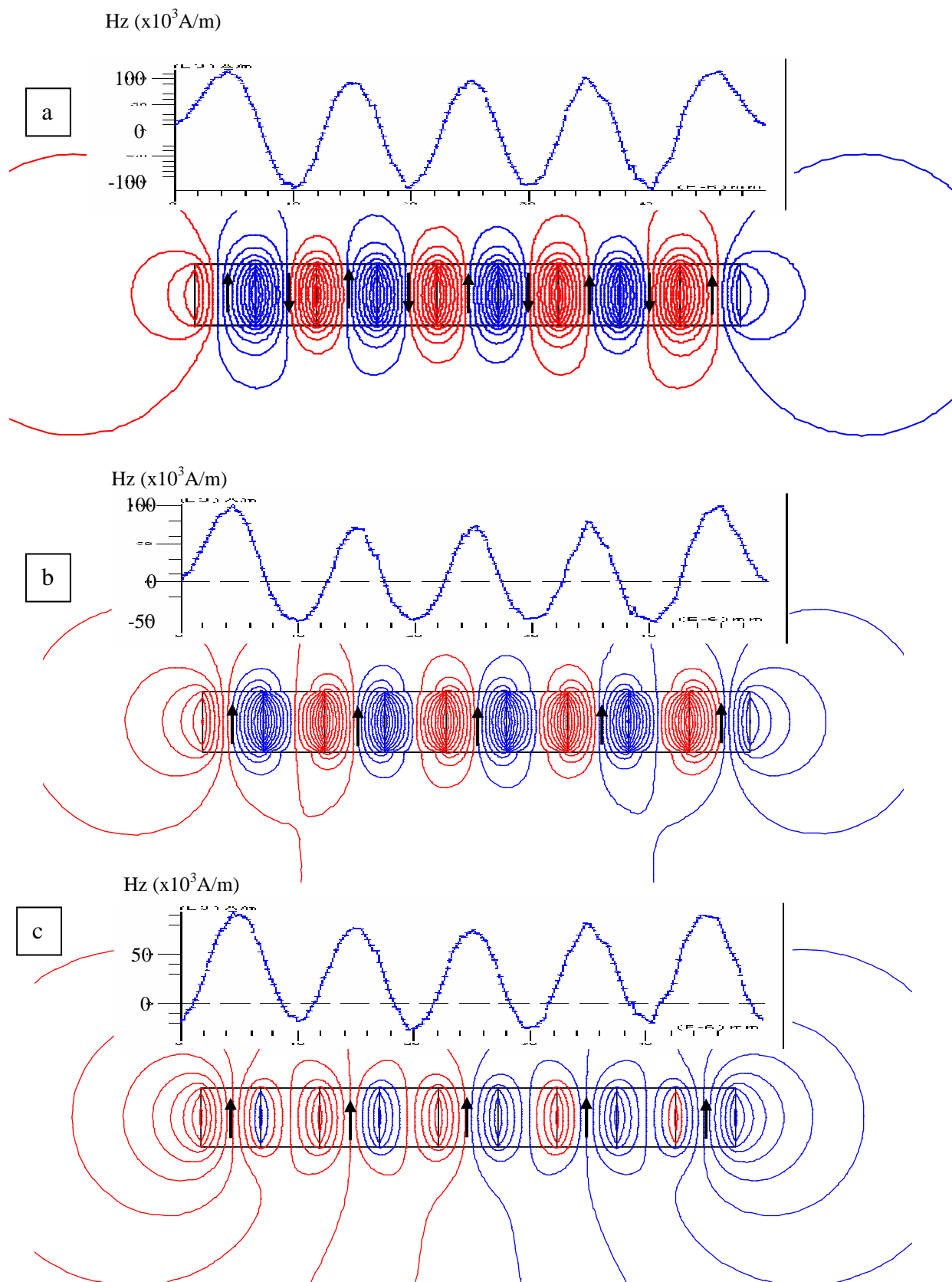


Figure 1-9 : lignes de champ générées par 5 aimants avec une aimantation vers le haut et séparés respectivement par des zones aimantées en sens inverse (a), un matériau magnétique doux (b) et un matériau amagnétique (c), et champ vertical en fonction de la position à $2.5 \mu\text{m}$ au dessus du système (Magnetic field created by 5 magnets with vertical magnetisation alternated with, respectively, opposite magnetised magnets (a), soft magnetic material (b) or non magnetic material (c), and vertical magnetic field $2.5 \mu\text{m}$ above the system)

Dans ces designs, les forces de contact sont très similaires et aux environs de $6.7 \mu\text{N}$. Dans la configuration avec aimantations alternées, les forces d'interaction aimant-bobine sont de $19 \mu\text{N}$ par ampère et on peut faire commuter le dispositif avec une intensité de 350 mA . Ce courant de commutation a une valeur très réduite par rapport aux courants de commutation initiaux de la filière RAIMI ; toutefois, soulignons que dans ce système, nous avons 9 « blocs moteur » au lieu de 1 pour RAIMI.

Si on remplace les aimantations vers le bas par un matériau doux, qui sera aimanté vers le bas par les aimants permanents, on peut faire commuter le dispositif avec un courant de 540mA , et dans le cas où il n'y a que des aimants aimantés vers le haut et séparés par du vide, on fait commuter avec 700mA .

Conclusion préliminaire

La configuration avec aimantation hors du plan semble plus avantageuse parce que plus compacte et d'autre part, comme on le verra par la suite, on est susceptible d'avoir des matériaux de plus forte aimantation dans la configuration hors du plan que dans la configuration dans le plan.

Cependant, le facteur de forme est limité par la technologie. Il est en effet difficile en pratique d'obtenir des formes plus hautes que larges avec des process de micro-électronique. Si la configuration avec du vide entre les aimants semble être faisable, réaliser des configurations avec alternance de pôles ou de matériaux durs et doux semble actuellement difficile vu les échelles en jeu. Enfin, pour assurer la bistabilité, des aimantations alternées sont requises, au moins entre les aimants fixes et la partie mobile, ce qui complique déjà fortement la réalisation d'une telle configuration.

Pour ces raisons pratiques, nous nous concentrerons à court terme sur les configurations avec aimantation dans le plan, que nous avons montrées être très flexibles.

III Dimensionnement

Voici la géométrie-type et les différents paramètres des switches que nous allons dimensionner. Toutes les aimantations sont orientées dans la même direction du plan, comme indiqué sur la Figure 1-10. Pour des questions pratiques, la partie mobile est faite en une seule pièce et est composée d'un nombre variable de tronçons qui sont autant de « blocs-moteur » et qui sont reliés mécaniquement par des jonctions faites du même matériau. D'autre part, pour des raisons liées à l'empilement technologique, la bobine d'actionnement est placée par-dessus l'aimant mobile.

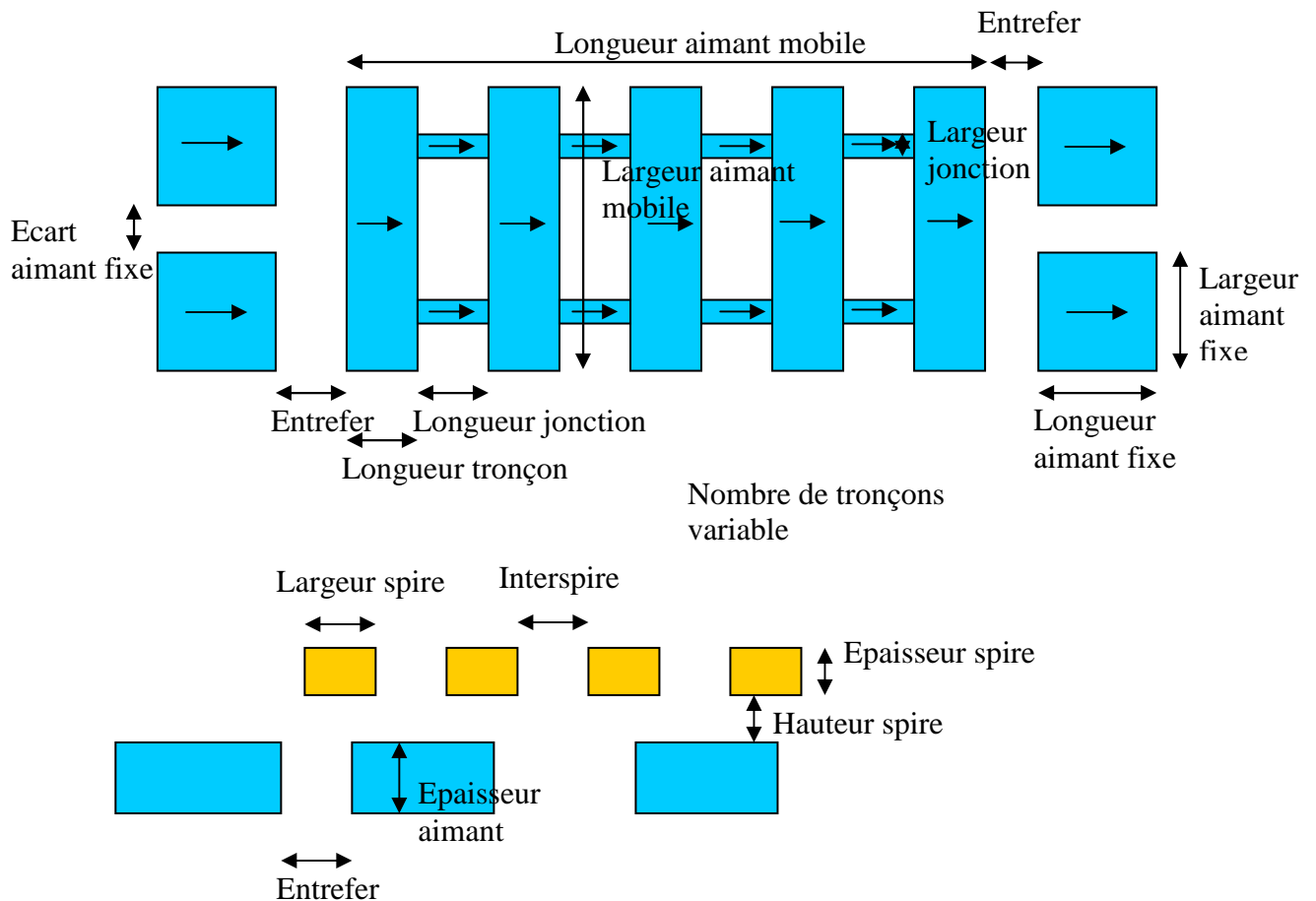


Figure 1-10 : vue de dessus et vue en coupe d'un dispositif magnétique comprenant 2 paires d'aimants fixes de part et d'autre d'un aimant mobile fractionné en plusieurs tronçons reliés entre eux par des jonctions
 (Top and side view of a magnetic system with 2 pairs of fixed magnets on both parts of a fractioned mobile magnet)

Les principales caractéristiques opérationnelles d'un micro-switch sont les forces de contact, le courant de commutation, et la vitesse de commutation. La qualité du contact électrique ou RF dépend de la force de contact, mais aussi de la pression, qui dépend aussi des surfaces effectivement en contact et qui peut être ajustée par plusieurs méthodes, dont certaines seront explicitées ultérieurement.

Voici comment évoluent ces caractéristiques avec les différents paramètres géométriques et physiques.

Pour augmenter les forces de contact, il faut :

- augmenter la surface en regard entre aimants fixes et aimants mobile, c'est-à-dire augmenter les largeurs des aimants fixes et mobiles et/ou augmenter les épaisseurs d'aimants
- augmenter l'entrefer pour limiter la force de rappel de l'aimant fixe éloigné, ce qui a toutefois peu d'effets à partir d'une certaine distance
- augmenter la rémanence des aimants

Pour diminuer les courants de commutation, il faut :

- augmenter le nombre de tronçons de l'aimant mobile et, avec lui, le nombre de spires de la bobine
- augmenter la largeur de l'aimant mobile
- diminuer la largeur des jonctions magnétiques de l'aimant mobile (mais attention à la tenue mécanique)
- rapprocher la bobine de l'aimant mobile
- diminuer la section du conducteur (pour concentrer le courant là où le champ magnétique créé par l'aimant est le plus fort)
- diminuer la force de contact (voir plus haut)
- augmenter la rémanence des aimants
- augmenter la longueur des jonctions et tronçons de l'aimant mobile

Pour diminuer le temps de commutation, il faut :

- diminuer la masse de l'aimant mobile
- augmenter le courant d'actionnement
- diminuer l'entrefer pour diminuer la distance à parcourir

Nous voyons déjà que nous avons tout intérêt à avoir des aimants avec la plus forte rémanence possible. Ensuite, nous voyons que l'augmentation des forces de contact et la diminution du courant d'interaction sont 2 choses contradictoires, cependant on peut accorder les 2 en augmentant les dimensions de l'aimant mobile (largeur, nombre de tronçons, longueur des tronçons et jonctions). Toutefois, cela se fait au détriment de la compacité.

Pour des raisons liées à la technologie, les conducteurs sont placés au dessus de la partie mobile, ce qui présente aussi l'avantage de contenir mécaniquement l'aimant mobile. Ils seront en or. Leur section sera un compromis entre l'efficacité de la commutation (plus la section est réduite, plus l'interaction courant-aimant est susceptible d'être forte) et leur échauffement par effet Joule lors de l'envoi des pulses de courant de commutation (plus la section est réduite, plus l'échauffement est important).

L'énergie volumique et l'échauffement du conducteur dans des conditions adiabatiques s'expriment par la formule suivante :

$$E_{vol} = \frac{\rho}{s^2} I^2 \Delta t$$
$$\Delta T = \frac{E_{vol}}{c_p m_v}$$

Où ρ est la résistivité ($3 \cdot 10^{-8} \Omega m$ pour l'or), I l'intensité, Δt la durée du pulse, s la section du conducteur, c_p la chaleur spécifique (0.129 J/gK) et m_v la masse volumique ($19.3 \cdot 10^6 \text{ g.m}^{-3}$). Nous nous plaçons dans des conditions adiabatiques car, d'une part elles sont les plus défavorables, d'autre part l'échauffement se produit durant un temps très limité. Nous nous fixons comme critère de ne pas dépasser une élévation de température de plus de 200°C .

L'épaisseur des aimants est limitée par la technologie, nous prendrons une épaisseur de $5\mu m$ par défaut. Pour augmenter les forces de contacts, il faut donc principalement jouer sur les dimensions latérales des aimants fixes et mobiles.

Pour diminuer le courant, il faut rajouter des tronçons. Il convient alors de trouver un compromis, pour une longueur donnée, entre le nombre de tronçons (plus il y en a, plus le courant de commutation peut être diminué) et la longueur des tronçons et jonctions (plus ils sont longs, plus on peut diminuer le courant de commutation). Les calculs faits avec dipole3D

montrent qu'il est plus rentable, pour une longueur fixée de l'aimant mobile, de mettre beaucoup de petits tronçons (jusqu'à une certaine longueur minimale) que moins de tronçons plus longs. Au fur et à mesure qu'on a fait décroître les courants de commutation, la section des conducteurs a été diminuée de $20 \times 10 \mu\text{m}^2$ à $10 \times 5 \mu\text{m}^2$, ce qui améliore l'efficacité de l'actionnement. Etant donné l'encombrement de la spire, on peut faire décroître la longueur des tronçons et des jonctions jusqu'à $15 \mu\text{m}$. L'épaisseur des aimants étant de $5 \mu\text{m}$, il y a un rapport de forme encore suffisamment grand pour que l'aimant rayonne un fort champ magnétique.

La distance conducteur-aimant mobile doit être la plus petite possible, néanmoins le minimum est fixé par des contraintes technologiques. En fonction de ce minimum, le logiciel CDIOptimizer couplé avec Dipole3D nous a permis de trouver l'optimal de position.

Pour maximiser les forces d'interaction dans le cas d'entrefer jusqu'à $5 \mu\text{m}$, les conducteurs sont placés de sorte qu'ils soient centrés sur le bord des tronçons lorsque la partie mobile est au milieu (Figure 1-11). Cette force est optimisée pour une position de l'aimant mobile en butée, car c'est dans cette position qu'il y a besoin de la plus grande force. Cet optimum n'est cependant valable que dans la limite où l'entrefer n'excède pas la moitié de la largeur des conducteurs, soit $5 \mu\text{m}$ dans le cas présent.

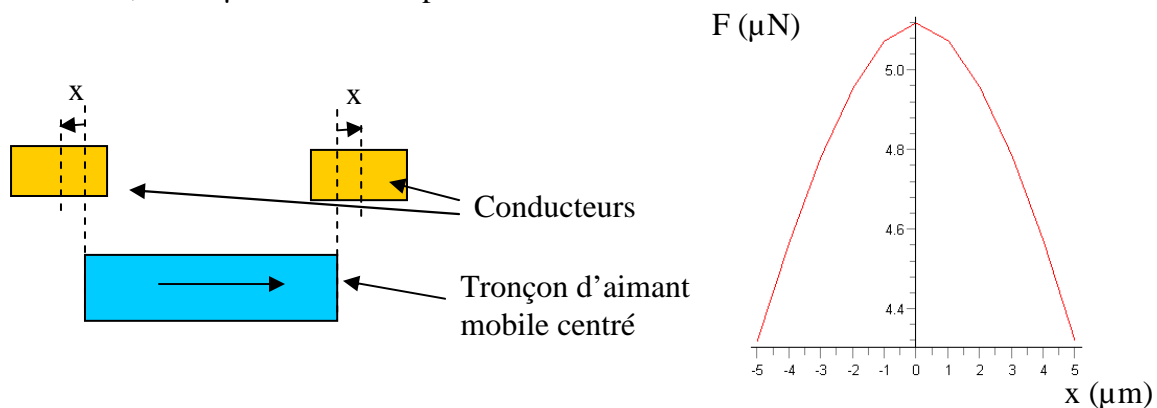


Figure 1-11 : positionnement optimal des conducteurs et évolution de la force d'interaction aimant-bobine en fonction du décalage de la bobine par rapport à cette position optimale (Optimal position of actuation conductors and evolution of interaction force between magnet and conductors according to the position of the conductors)

III.1 Dimensionnement des micro-relais Nanomag

Les spécifications à atteindre dans le cadre du projet Nanomag sont des forces de contact d'au moins $100 \mu\text{N}$ pour des courants de commutation inférieurs à 1A .

Les designs des switches Nanomag ont été conçus en collaboration avec C. Billard du CEA-LETI, qui a de plus dimensionné les circuits RF.

Nous nous sommes fixés 3 types de design correspondant à 3 forces de contact différents : $10 \mu\text{N}$, $50 \mu\text{N}$ et $100 \mu\text{N}$. Le design $10 \mu\text{N}$ est un design assez simple qui doit permettre de valider la technologie et le fonctionnement.

Les forces de contact dépendent essentiellement des surfaces d'aimants en regard. L'épaisseur des aimants par défaut est fixée à $5 \mu\text{m}$, l'entrefer est de $5 \mu\text{m}$ par défaut et nous prendrons pour hypothèse que la rémanence des aimants dans le plan est de 0.7T . L'espacement des aimants en contact dépend de paramètres technologiques, et nous ferons l'hypothèse que cet espacement est de $1 \mu\text{m}$. Avec ces hypothèses, une force de contact de $10 \mu\text{N}$ correspond à

des aimants fixes de 10 μm de large, et la force de contact évolue proportionnellement à cette largeur, toute chose égale par ailleurs.

Pour le design 10 μN , afin d'obtenir un courant de commutation inférieur à la valeur spécifiée, la largeur de l'aimant mobile est fixée à 100 μm et on porte le nombre de tronçons à 8, chaque tronçon faisant 15 μm de long et étant séparé par des jonctions de 15 μm , ce qui permet de diminuer le courant de commutation à 0.64 A.

En évaluant la masse de l'aimant mobile, la force minimale qui s'exerce sur celui-ci, connaissant la distance à parcourir par l'aimant mobile, on peut faire une évaluation de son temps de commutation, qui est évalué à 60 μs . Cette évaluation se fait soit par simulation dynamique (voir partie suivante), soit par interpolation polynomiale de la force subie par l'aimant mobile en fonction de la position. En prenant une force constante égale à celle de départ, on aboutit déjà à une bonne évaluation du temps de commutation, proche de ce qu'on obtient avec une interpolation d'ordre supérieur ou une simulation dynamique. Si on envoie un pulse de courant de 0.64 A pendant 60 μs , l'augmentation en température des conducteurs en or de $10 \times 5 \mu\text{m}^2$ de section est de 120°C ; on respecte donc notre critère d'échauffement inférieur à 200°C.

Pour créer les autres designs, avec une force de contact de 50 et 100 μN , on va augmenter les surfaces en regard entre aimants fixes et aimant mobile, ce qui conduit à une largeur d'aimants fixes de 50 et 100 μm respectivement. Comme, pour une même configuration, les courants de commutation augmentent proportionnellement aux forces de contact, il faut augmenter la taille de l'aimant mobile pour conserver des courants de commutation faibles. Il faut d'une part augmenter la largeur de l'aimant mobile, ce qui est nécessaire, par ailleurs, pour avoir des surfaces en regard suffisantes entre aimants fixes et mobiles pour les forces de contact requises ; le courant de commutation diminue proportionnellement à l'augmentation de la largeur de l'aimant mobile. D'autre part, il faut augmenter la longueur de l'aimant mobile en ajoutant des tronçons ; les courants de commutation diminuent proportionnellement au nombre de tronçons. **Ainsi, en augmentant les dimensions de l'aimant mobile, il est possible de conserver des courants de commutation bas tout en ayant des forces de contact beaucoup plus grandes.**

Pour les 3 forces de contact considérées (10, 50 et 100 μN), nous avons créé des designs avec respectivement 8, 20 et 32 tronçons de 15 μm de long. Les dimensions respectives des aimants mobiles sont 100x225 μm^2 , 250x585 μm^2 et 400x945 μm^2 et les courants de commutation varient de 0.65 A à 0.14 A selon la configuration (dimensions de l'aimant mobile, entrefer...). Une vue 3D d'un design avec force de contact de 10 μN est représentée Figure 1-12 et les caractéristiques des designs de base sont regroupées dans le Tableau 1-1.

Différentes variantes ont été prévues, principalement sur le design 10 μN : largeur de jonctions plus ou moins grande, différents entrefers (3, 5 et 10 μm), longueur des jonctions de 20 μm au lieu de 15 μm .

Dans les designs par défaut la largeur des 2 jonctions vaut environ la moitié de la largeur de l'aimant mobile, ce qui réduit d'un facteur 2 l'efficacité de l'interaction aimant mobile-conducteur par rapport au cas idéal où cette largeur est nulle. Cependant, plus la largeur des jonctions est réduite, plus le design est risqué pour la tenue mécanique de l'aimant mobile. Des designs avec des jonctions plus fines afin de diminuer encore le courant de commutation sont prévus.

Si on considère enfin le design comprenant 32 tronçons et qu'on prend une largeur d'aimant fixe de 10 μm de sorte d'avoir des forces de contact de 10 μN , on peut réduire les courants de commutation à quelques dizaines de mA.

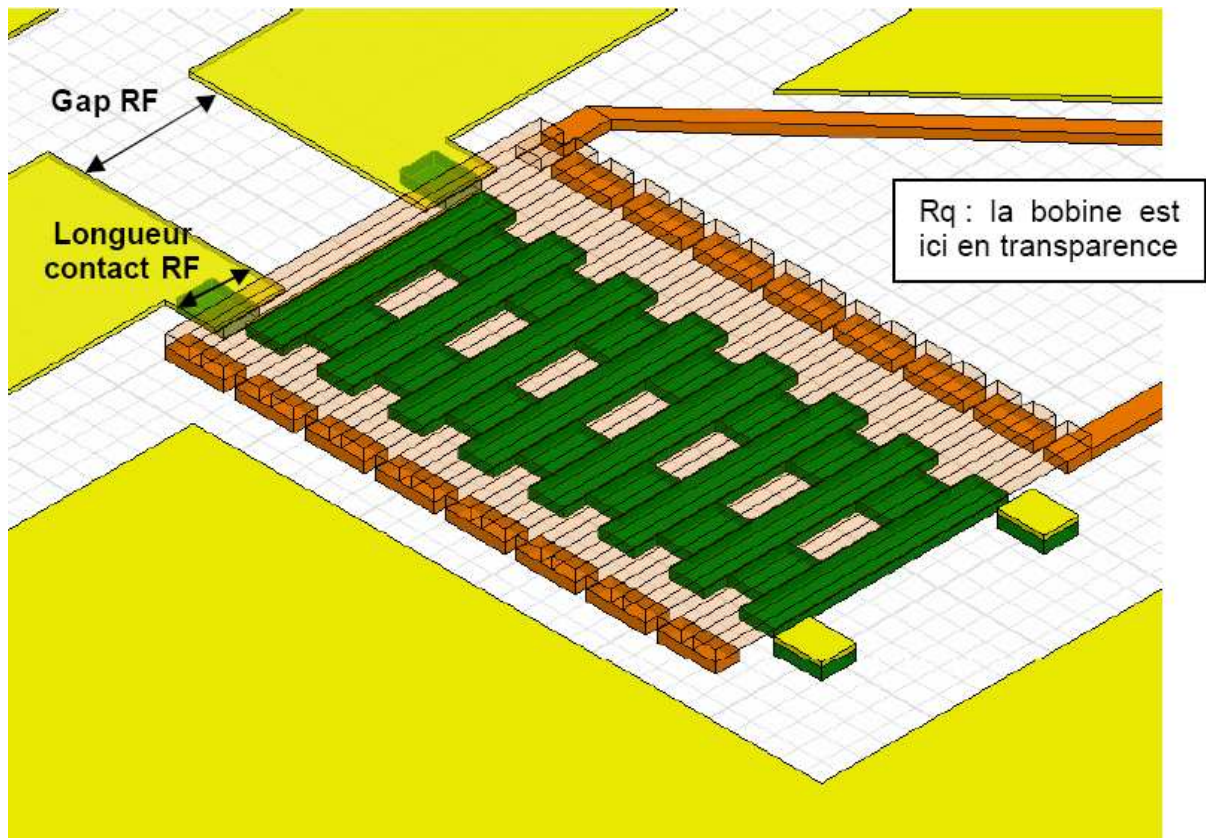


Figure 1-12 : vue 3D d'un switch Nanomag inclus dans un circuit RF (C. Billard)
(3D view of a RF Nanomag switch (C. Billard))

Tableau 1-1 : résumé des principales dimensions et caractéristiques des designs de base des switches Nanomag
(Summary of the main dimensions and characteristics of different Nanomag switch designs)

	<i>Largeur aimant mobile</i>	<i>Longueur aimant mobile</i>	<i>Nombre de tronçons</i>	<i>Largeur aimants fixes</i>	<i>Courant de commutation</i>	<i>Temps de commutation</i>
<i>Design 10μN</i>	100 μ m	225 μ m	8	10 μ m	0.64A	60 μ s
<i>Design 50μN</i>	250 μ m	585 μ m	20	50 μ m	0.45A	65 μ s
<i>Design 100μN</i>	400 μ m	945 μ m	32	100 μ m	0.35A	75 μ s

III.2 Pour aller plus loin...

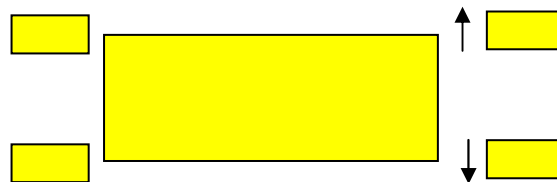
Nous présenterons ici quelques moyens envisageables pour diminuer encore les courants de commutation, ainsi que quelques designs un peu plus exotiques.

Si on désire avoir des courants de commutation très bas, une solution est de diminuer les forces de contact. Celles-ci dépendent essentiellement de l'aire des surfaces magnétiques en regard et de leur distance.

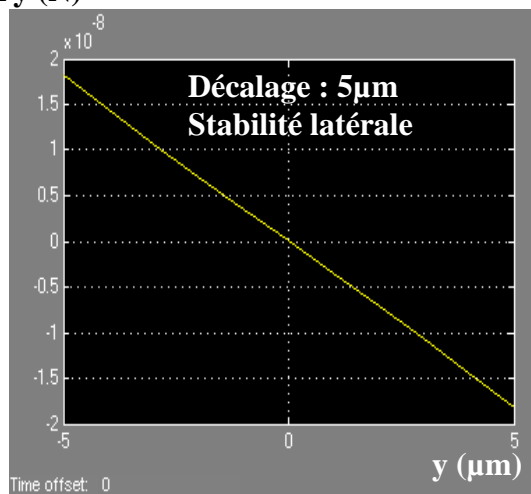
La diminution de l'épaisseur réduit donc les forces de contact, mais aussi les forces d'interaction conducteur-aimant. Toutefois, sur une de nos configurations, nous avons déterminé que réduire l'épaisseur des aimants de 6 à 2 μ m faisait passer les courants de commutation de 85 à 50 mA.

Si on accepte de réduire les forces de contact, il est donc efficace, pour réduire les courants de commutation, de diminuer les épaisseurs des aimants. Cela peut s'expliquer par le fait que plus une partie aimantée est éloignée des conducteurs, plus sa contribution champ magnétique vertical créé au niveau des conducteurs est faible, plus la contribution à l'interaction courant-aimant est faible. Toutefois, il est important de souligner que réduire les épaisseurs se fait au dépend de la tenue mécanique de l'aimant.

Pour diminuer les forces de contact en diminuant d'autant les courants de commutation, une solution évidente est de diminuer la largeur des aimants fixes seuls. Cependant, il y a une limite technologique à la largeur minimale. On peut alors décaler les aimants fixes vers l'extérieur, comme indiquer sur la Figure 1-13. Ce décalage ne doit toutefois pas dépasser la moitié de la largeur des aimants fixes, sinon l'aimant mobile n'ira se coller que sur un seul aimant fixe (à moins d'être suffisamment bien guidé mécaniquement) : on perdrait alors le guidage magnétique latéral. On peut ainsi réduire les forces de contact jusqu'à un facteur 2.



Fy (N)



Fy (N)

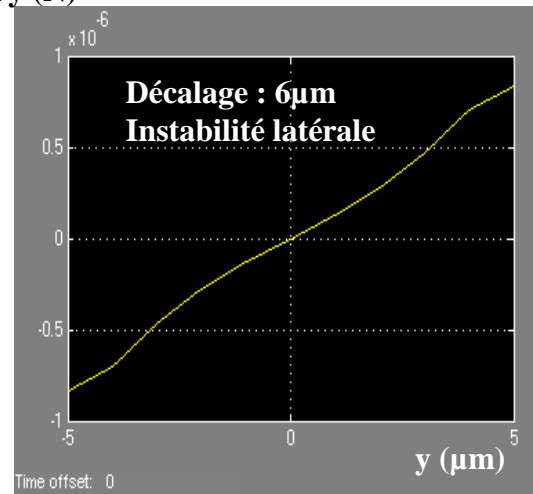


Figure 1-13 : dispositif magnétique de type RAIMI avec aimants fixes décalés vers l'extérieur (bobine non représentée) et énergie potentielle du système en fonction de la position latérale pour des aimants fixes de 10 μm

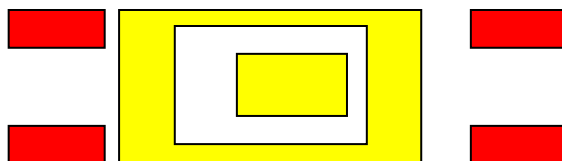
(RAIMI-like magnetic system with fixed magnets shifted to the outside and potential energy of the system according to lateral position with 10 μm wide fixed magnets)

Pour diminuer les forces de contact, on peut aussi décorréler les aimants fixes des plots de contact de sorte d'agrandir la distance entre les aimants fixes et l'aimant mobile en position de butée (Figure 1-14).



**Figure 1-14 : dispositif magnétique de type RAIMI avec contacts en matériau amagnétique (rouge) décorrésés des aimants fixes (jaunes) (bobine non représentée)
(RAIMI-like magnetic system with non magnetic contacts)**

Dans ce cadre, l'aimant fixe peut être placé au milieu de l'aimant mobile. Mais le guidage magnétique est susceptible d'être moins bon (Figure 1-15).



**Figure 1-15 : dispositif de type RAIMI avec aimant fixe au centre de l'aimant mobile (bobine non représentée)
(RAIMI-like magnetic system with fixed magnet inside the mobile magnet)**

Pour améliorer la qualité du contact, il est possible d'augmenter la pression de contact. En adoptant une géométrie telle que sur la figure suivante, on perd peu de force de contact en ajoutant des excroissances aux aimants fixes, mais, comme la surface de contact est inférieure, on augmente localement la pression de contact (Figure 1-16).



**Figure 1-16 : dispositif de type RAIMI avec zone de contact plus étroite (bobine non représentée)
(RAIMI-like magnetic system with smaller contact areas)**

IV Simulations dynamiques

Dipole3D a été inséré dans la boucle Simulink suivante. Les valeurs d'entrée sont le courant dans les conducteurs et les positions spatiales et angulaires de l'aimant mobile. Le module Dipole3D calcule alors les forces et les couples qui s'exercent sur l'aimant mobile, ce qui permet de remonter par double intégration à la position spatiale et angulaire.

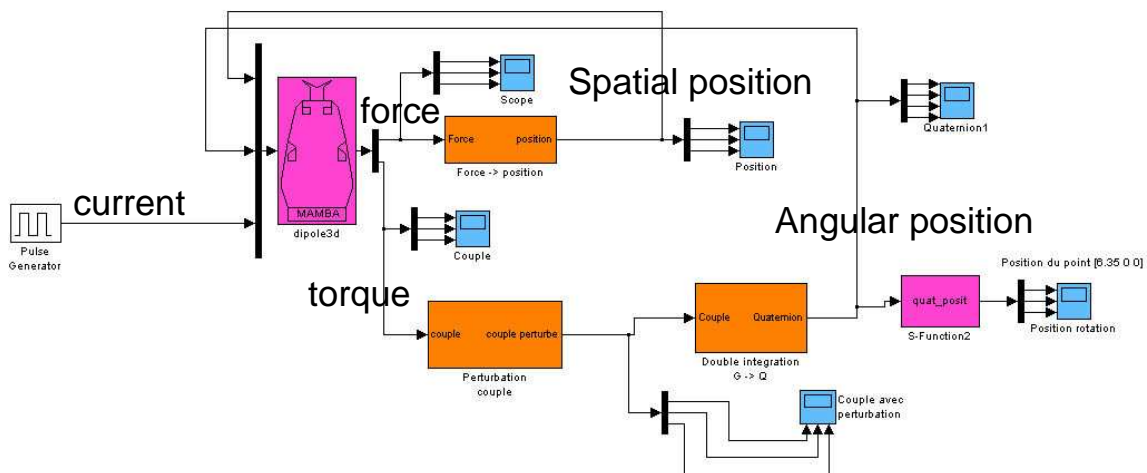


Figure 1-17 : boucle Simulink incluant un module de calcul Dipole3D et permettant de réaliser des simulations dynamiques de dispositifs magnétiques (Simulink loop with a Dipole3D calculation module in order to realise dynamical simulations of magnetic systems)

Cet outil de simulation a été mis au point par J. Stepanek pendant sa thèse [1]. Le mouvement simulé de notre système magnétique peut ensuite être visualisé en dynamique grâce à l'interface graphique présentée sur la Figure 1-18.

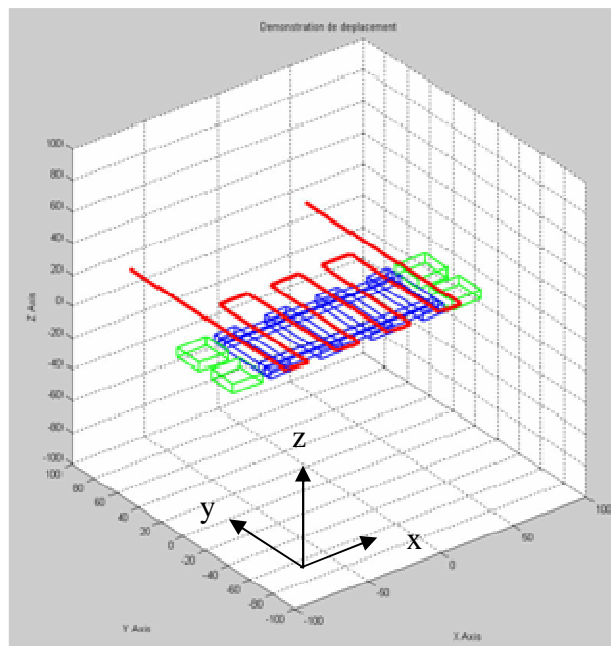


Figure 1-18 : interface graphique sous Matlab permettant de visualiser le comportement dynamique d'un microswitch magnétique (Graphic interface on Matlab in order to visualise the mechanical behaviour of a magnetic system)

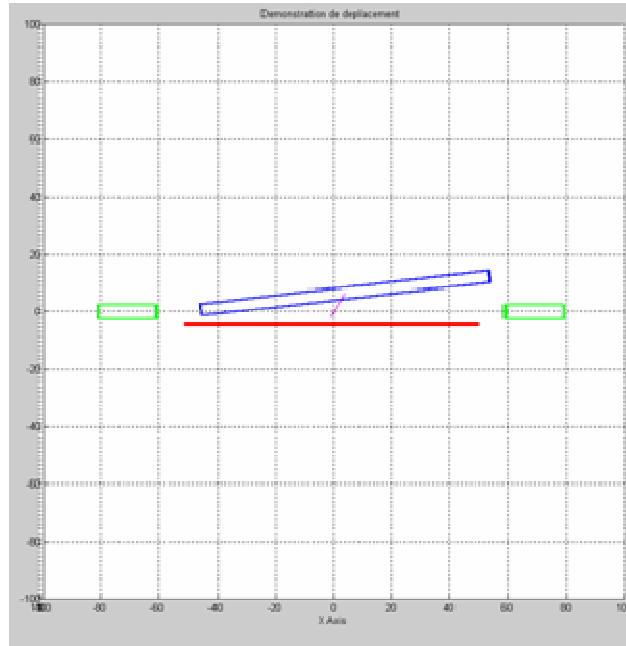


Figure 1-19 : simulation du comportement mécanique du microswitch RAIMI lors d'une commutation (Simulation of the mechanical behaviour of the RAIMI microsystem during a switch)

La Figure 1-19 montre le comportement mécanique d'un microswitch de type RAIMI. Une force selon z tend à soulever l'aimant mobile vers le haut et, de plus, il existe un couple selon y qui concourt à ce que l'aimant mobile vienne chevaucher les aimants fixes. C'est pourquoi, il sera préférable, non seulement d'un point de vue technologique, mais aussi du point de vue du comportement mécanique, de placer la spire d'actionnement au dessus de l'aimant mobile en non plus en dessous, de sorte que celui-ci soit projeté vers le bas où il est piégé, plutôt que vers le haut, où il peut s'échapper.

Voici par exemple la simulation d'un microswitch composé de 2 tronçons et faisant un aller retour sur $8\mu\text{m}$ en envoyant des pulses de courants de 2 A pendant $20\ \mu\text{s}$. On voit le déplacement selon les 3 directions spatiales (Figure 1-20).

L'aimant commute en un peu plus de $30\mu\text{s}$. Le mouvement selon y est très faible, et la partie mobile subit une force verticale d'abord vers le bas (les conducteurs sont par-dessus l'aimant) puis vers le haut en fin de commutation. Le mouvement en z a été saturé vers le bas pour modéliser la présence du substrat. L'aimant mobile frotte sur le substrat pendant une partie importante de son parcours.

Il est toutefois à regretter que pour les systèmes complexes tels que ceux dimensionnés pour les actionneurs Nanomag, le temps de calcul devienne trop long pour faire une simulation numérique dynamique. On peut toutefois faire une estimation de la vitesse de commutation en évaluant la masse de la partie mobile, la distance de commutation et en interpolant de manière plus ou moins précise la force que subit l'aimant mobile.

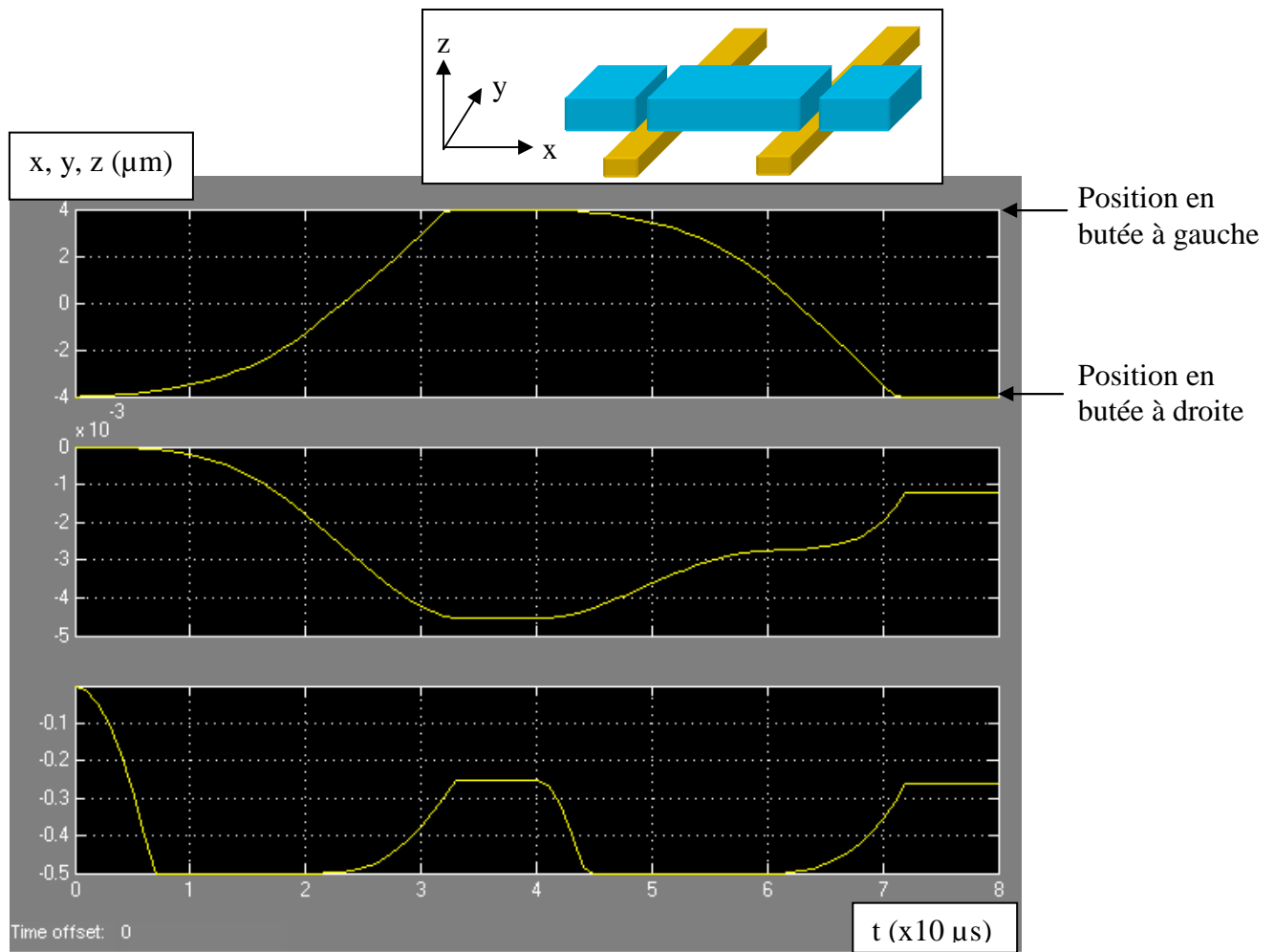


Figure 1-20 : mouvement selon x, y et z (de haut en bas) représentant une double commutation d'un microswitch magnétique (Motion in x, y and z (from top to bottom) during a double switch of a magnetic microsystem)

Conclusion

Nous avons montré qu'il est possible à la fois d'augmenter les forces de contact et de diminuer sensiblement les courant de commutation pour un microswitch magnétique de type RAIMI. Bien que la configuration avec aimantation verticale présente un grand intérêt, elle semble aujourd'hui plus risquée technologiquement ; nous nous sommes donc d'abord concentrés sur des dispositifs à aimantation horizontale.

Les outils de simulation mis au point par J. Stepanek pendant sa thèse ont permis de réaliser les simulations, soit statiques (force de contact, courant de commutation), soit dynamiques (mouvement de la partie mobile), et d'implémenter nos géométries dans un optimiseur.

De ces simulations, on peut tirer les caractéristiques souhaitées des aimants. On cherche des aimants ayant une forte rémanence soit dans le plan (prioritaire, notamment pour le projet Nanomag), soit hors du plan : plus la rémanence est élevée, plus on accroît à la fois les interactions aimant-aimant (et donc les forces de contact) et les forces d'interaction aimant-conducteur (ce qui permet, à force de contact constante, de diminuer les courants de commutation).

On cherche ensuite à ce que les aimants ne se désaimantent pas. Ils sont soumis à leur propre champ démagnétisant ainsi qu'à des champs créés par les bobines d'actionnement. Si on se

fixe comme critère que les courants d'actionnement ne doivent pas dépasser 1A, le champ créé par les bobines ne dépasse pas 0.1 T, mais le champ démagnétisant peut atteindre la valeur du champ rémanent dans le cas le plus défavorable (aimant très plat aimanté selon l'épaisseur). Il faut donc que l'aimant ait une coercivité supérieure à son aimantation rémanente plus le champ créé par les conducteurs ($\mu_0 H_c > \mu_0 M_r + 0.1 \text{ T}$). De plus, il est souhaitable que le cycle d'hystérésis du matériau magnétique soit le plus rectangulaire possible, de sorte que l'aimantation diminue le moins possible lorsque l'aimant est soumis à un champ magnétique.

Enfin, l'aimant doit être très anisotrope pour ne pas s'aimanter dans une direction orthogonale lorsque soumis à des champs magnétiques créés par les pulses de courant.

Bibliographie

- [1] J. Stepanek, Commande et asservissement en lévitation d'un micro-actionneur magnétique bistable, mémoire de thèse, INPG, Grenoble
- [2] <http://www.cedrat.com/software/Flux/pdf/flux.pdf>
- [3] J. Delamare, E. Rullière, J.-P. Yonnet, 3D calculation of permanent magnet interactions, IMACS'1, Canada, p 289-292, 1993
- [4] B. Delinchant, J. Stepanek, L. Rokotoarison, J. Delamare, O. Cugat, F. Wurtz, Capilizing on computation tools to improve design and knowledge sharing of magnets based devices, HPMA proceedings, Annecy, France, 2004
- [5] B. Delinchant, D. Duret, L. Estrabaut, L. Gerbaud, H. Nguyen Huu, B. Du Peloux, H.L. Rakotoarison, F. Verdiere, F. Wurtz, An optimizer using the software component paradigm for the optimization of engineering systems, The International Journal for Computation and Mathematics in Electrical and Electronic Engineering, Vol 26 (2), p 368-379, 2007

Chapitre 2 : Dépôt et étude de couches magnétiques dures

Résumé

Dans ce chapitre, nous chercherons quels matériaux magnétiques durs peuvent remplacer le CoPt utilisé jusqu'à présent dans nos MEMS magnétiques et le moyen de les déposer en films. Le choix se portera sur le dépôt de NdFeB et SmCo par pulvérisation cathodique triode.

Nous étudierons l'influence des différents paramètres de dépôt et de traitement post-dépôt sur les propriétés magnétiques, cristallographiques et microstructurales de nos couches. Ceci nous permettra de définir quels matériaux et quels process conviennent pour nos microsystèmes magnétiques.

Summary

In this chapter, we explore which hard magnetic materials can replace the CoPt that has been used in our magnetic MEMS until now. We choose triode sputtering for the preparation of NdFeB and SmCo films.

We will study the influence of deposition parameters and post deposition treatments on the magnetic, crystallographic and microstructural properties of our films. This will enable us to define which materials and processes are the most suitable for our magnetic microsystems.

Introduction

Le LETI a réalisé la performance peu commune d'intégrer un matériau magnétique dur dans des microsystèmes [1]. Les propriétés du CoPtP électrodéposé ont été optimisées par D. Gamet dans sa thèse [2] et, si ce matériau présente un certain nombre d'avantages (vitesse de dépôt élevée, pas de recuit nécessaire, méthode de dépôt adaptée aux process de microtechnologies), ses propriétés magnétiques ($\mu_0 H_c=0.3$ T, $\mu_0 M_r=0.4$ T) se sont révélées insuffisantes pour notre application.

Dans les microsystèmes que nous voulons réaliser, une aimantation rémanente supérieure permettrait à la fois d'augmenter les forces de contact, et donc d'améliorer la qualité du contact dans l'état passant, mais aussi d'augmenter la force d'interaction entre aimant et conducteurs.

D'autre part, la coercivité du CoPtP s'est révélée insuffisante pour le microswitch RAIMI et il semblerait que les pulses de courant utilisés pour la commutation désaimantent les aimants. Nous chercherons donc à remplacer ce matériau par un matériau à forte aimantation rémanente et avec une coercivité et une rectangularité assez grande, ceci dans le but ne pas avoir de variation sensible d'aimantation due aux courants de commutation et aux champs démagnétisants, même dans le cas de rapports de forme défavorables. Etant donné que nous avons dessiné des géométries nécessitant des aimantations dans le plan et hors du plan, nous rechercherons des matériaux adaptés à ces 2 configurations.

I Matériaux magnétiques durs

Le Tableau 2-1 résume les propriétés magnétiques intrinsèques des principaux matériaux magnétiques durs.

Tableau 2-1 : propriétés magnétiques intrinsèques des principaux matériaux magnétiques durs : température de Curie (T_c), énergie d'anisotropie magnétocristalline (K_u), polarisation à saturation ($J_s=\mu_0 M_s$), champ d'anisotropie (H_A), produit énergétique maximum théorique (BH_{max}) [3]
(Intrinsic magnetic properties of the main hard magnetic materials: Curie temperature (T_c), magnetocrystalline anisotropy energy (K_u), saturation polarisation ($J_s=\mu_0 M_s$), anisotropy field (H_A), theoretical maximum energetic product (BH_{max}) [3])

Material	T_c (K)	K_u (10^6 J/m ³)	J_s (T)	$\mu_0 H_A$ (T)	$BH_{th,max}$ (kJ/m ³)
Nd ₂ Fe ₁₄ B	585	4.6	1.60	7.3	512
Sm ₂ Co ₁₇	1173	3.5	1.25	7	326
Sm ₂ Co ₇	693	6.3	0.8	20	127
SmCo ₅	1000	11-20	1.14	24-44	258
L ₁₀ FePt	750	6.6-10	1.43	11.6	407
L ₁₀ CoPt	840	4.9	1.00	12.3	199
L ₁₀ FePd	760	0.7-2.4	1.38	3.3	379
Hex. Co ₃ Pt	1100	0.8-2	1.38	3.6	378
BaO·6[Fe ₂ O ₃]	450	0.3	0.5	1.2	50
Co	1117	0.45	1.79	0.6	*

Deux familles de matériaux magnétiques durs semblent intéressantes: les alliages terres rares – métaux de transition ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ et SmCo) et les phases L1_0 , typiquement CoPt et FePt , avec une composition autour de 50 % atomique de Pt. En effet, d'après le Tableau 2-1, ils ont des aimantations à saturation et/ou des champs d'anisotropie élevés, ce qui permet d'envisager respectivement des aimantations rémanentes et des coercivités élevées.

I.1 Composé $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$

Le composé $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ a une maille quadratique, représentée sur la Figure 2-1 [4]. La maille élémentaire contient 68 atomes et a pour symétrie de groupe $\text{P4}_2/\text{mmm}$. Cette structure est la même pour tous les composés du type $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, où R représente une terre rare ou l'yttrium.

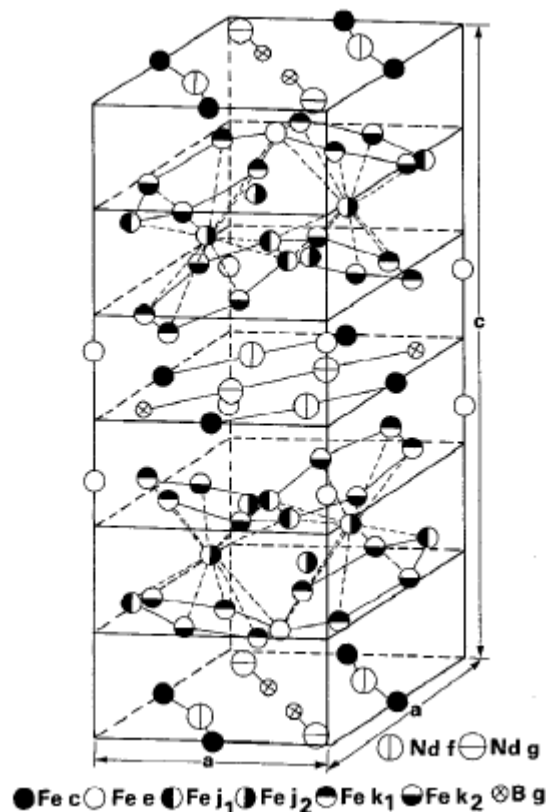


Figure 2-1 : maille cristallographique du composé $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ [4]
(Crystallographic unit cell of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ compound [4])

Le $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ est ferromagnétique, l'axe de facile aimantation est l'axe c pour une température supérieure à 135 K et on bascule à un cône de facile aimantation en dessous de cette température, dite température de réorientation de spin. Pour d'autres terres rares, les composés sont soit ferromagnétiques (moments magnétiques des terres rares orientés dans la même direction que ceux du Fe) pour les terres rares légères (Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm), soit ferrimagnétiques (moments magnétiques des terres rares orientés dans la direction opposée à ceux du Fe, d'où une aimantation globale réduite) pour les terres rares lourdes (Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Lu). A part pour $\text{R}=\text{Sm}$, Er, Tm, pour lesquels on a un plan de facile aimantation perpendiculaire à l'axe c, les composés $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ présentent toujours un axe de facile aimantation selon l'axe c à température ambiante [4].

Parmi tous les composés $R_2Fe_{14}B$, le $Nd_2Fe_{14}B$ est le plus intéressant puisqu'il a la plus forte aimantation à température ambiante. Néanmoins, la substitution partielle de Nd par d'autres terres rares peut être envisagée : en ajoutant du Dy ou du Tb, on peut augmenter l'anisotropie magnétocristalline et donc la coercivité, mais on fait décroître l'aimantation. Pour diminuer la température de réorientation de spin, on peut substituer du Pr au Nd, car le $Pr_2Fe_{14}B$ n'a pas de réorientation de spin, et cela sans diminuer sensiblement l'aimantation.

Des aimants massifs très performants peuvent être réalisés avec des alliages NdFeB et le produit énergétique record est 474 kJ/m^3 [5], ce qui est très proche de la valeur maximale théorique, qui est de 512 kJ/m^3 [3].

I.2 Composés SmCo

Il existe plusieurs structures voisines de type RCo_x , avec R une terre rare. La structure de base est la structure RCo_5 , dont la maille cristalline hexagonale est représentée Figure 2-2. Cette structure est de type $CaCu_5$ et a une symétrie $P6/mmm$. [6]

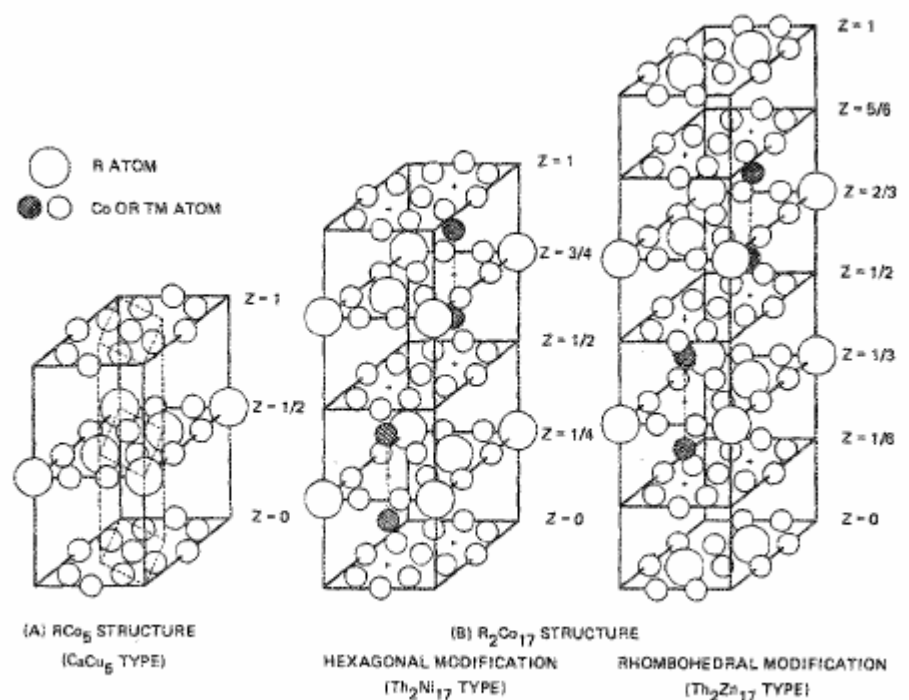


Figure 2-2 : mailles cristallographiques des composés $SmCo_5$ et Sm_2Co_{17} [6]
(Crystallographic unit cells of $SmCo_5$ and Sm_2Co_{17} compounds [6])

Les composés RCo_5 sont ferromagnétiques pour les terres rares légères (Y, La, Ce, Pr, Nd, Sm) et ferrimagnétiques pour les terres rares lourdes (Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Lu). Les composés présentant les plus grandes valeurs d'aimantation sont $PrCo_5$, $NdCo_5$ et $SmCo_5$, avec respectivement $\mu_0 M_s = 1.2$, 1.22 et 1.14 T [7]. Le $SmCo_5$ est le composé le plus couramment utilisé, car il possède une très grande anisotropie magnéto-cristalline ($\mu_0 H_A$ entre 24 et 44 T à 300 K [3][6][7][8]), alors que $NdCo_5$ a une très faible anisotropie magnéto-cristalline. Le Pr peut être utilisé en substitution partielle du Sm dans les aimants $SmCo_5$,

néanmoins le PrCo_5 , qui a une anisotropie lui aussi très élevée ($\mu_0 H_A = 17 \text{ T}$), est peu utilisé dans la pratique en raison de l'apparition fréquente de précipités $\text{Pr}_5\text{Co}_{19}$ ou $\text{Pr}_2\text{Co}_{17}$, phases qui, du fait de leur faible anisotropie, dégradent fortement la coercivité [7].

Il existe d'autres structures reliées à la structure RCO_5 . La structure dite RCO_7 , de type TbCu_7 , se déduit de la structure CaCu_5 par substitution aléatoire de Sm par des paires de Co (« Co dumbbells ») orientées dans la direction de l'axe c, tandis que les structures R_2Co_{17} , de type $\text{Th}_2\text{Ni}_{17}$ ou $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$, sont des superstructures qui se déduisent de la structure CaCu_5 par substitution ordonnée de Sm par les paires de Co, comme cela est représenté sur la Figure 2-2. La phase RCO_7 est métastable, tandis que les phases R_2Co_{17} sont stables, la structure hexagonale ($\text{Th}_2\text{Ni}_{17}$) à haute température et la structure rhomboédrique ($\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$) à basse température [6].

Les phases R_2Co_{17} sont aussi utilisées dans les aimants SmCo. En effet, cette phase a une aimantation à saturation plus élevée que le SmCo_5 . Néanmoins, son anisotropie est sensiblement inférieure à celle de la phase 1-5 ($\mu_0 H_A = 7 \text{ T}$).

Dans les aimants SmCo, plusieurs substitutions peuvent être faites. Le Sm peut être partiellement remplacé par du Pr, ou aussi du « mischmetal » (mélange de différentes terres rares), ce qui réduit les performances magnétiques, mais aussi le coût. Du Fe peut être substitué au Co afin d'augmenter l'aimantation à saturation et de réduire le coût. Cette substitution se pratique dans les aimants de type 2-17 et non 1-5. La phase SmFe_5 n'existe pas et le Fe est peu soluble dans le SmCo_5 , tandis qu'une phase $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ de type $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ existe et le Fe peut se substituer au Co dans la structure 2-17 rhomboédrique jusqu'à 100 % [6].

Par ailleurs, par rapport au NdFeB, les aimants SmCo ont la particularité d'avoir des températures de Curie élevées (1000 K pour le SmCo_5 , 1173 K pour le $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ contre 585 K pour le $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ [3]) ce qui le rend particulièrement intéressant pour les applications à haute température.

I.3 Composé FePt

Le FePt et le CoPt existent sous 2 formes : la forme désordonnée, douce, de structure cristallographique cubique face centrée (type A_1) et une phase ordonnée, dure ($\mu_0 H_A = 11.6 \text{ T}$ [3]), de structure cristallographique tétragonale face centrée (type $L1_0$) (Figure 2-3).

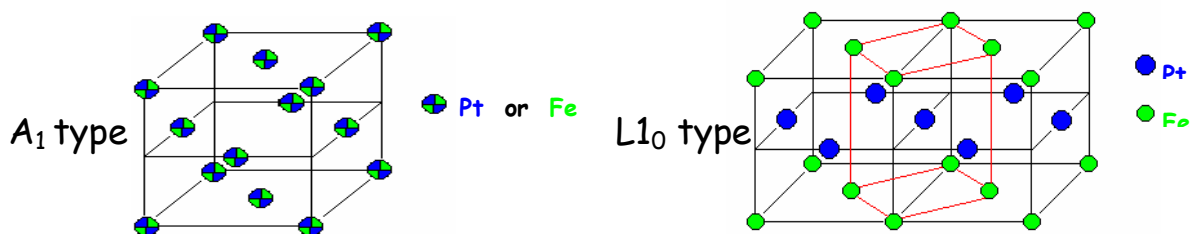


Figure 2-3 : représentation de la phase FePt désordonnée (A_1 , cubique face centrée) et de la phase ordonnée ($L1_0$, tétragonale face centrée) (Crystallographic unit cells of ordered (A_1 , face centered cubic) and disordered ($L1_0$, face centered tetragonal) FePt compound)

Contrairement aux alliages contenant des terres rares, ce composé est peu oxydable, peu sensible à la corrosion et biocompatible. Il est cependant peu utilisé dans les aimants massifs

en raison de son coût prohibitif (50 % atomique de Pt). Cependant, son utilisation peut être envisagée dans les MEMS où les quantités requises sont beaucoup moins importantes.

I.4 Aimants massifs, propriétés extrinsèques

Si le champ d'anisotropie est une donnée intrinsèque des matériaux magnétiques durs, la coercivité est une donnée extrinsèque. Elle est toujours inférieure au champ d'anisotropie et dépend de la microstructure.

Le processus de renversement d'aimantation dans les aimants peut être contrôlé soit par nucléation (création et expansion de domaines d'aimantation opposée) soit par piégeage de paroi (les parois de domaines sont bloquées par des défauts jusqu'à un certain champ). La courbe de première aimantation peut nous informer sur le processus présent dans les aimants [7]. Dans un aimant où le processus est contrôlé par la nucléation, on a une courbe de type A, et pour un processus contrôlé par piégeage, on a une courbe de type B (Figure 2-4). Il arrive parfois qu'on ait un mélange des 2 types de renversement d'aimantation.

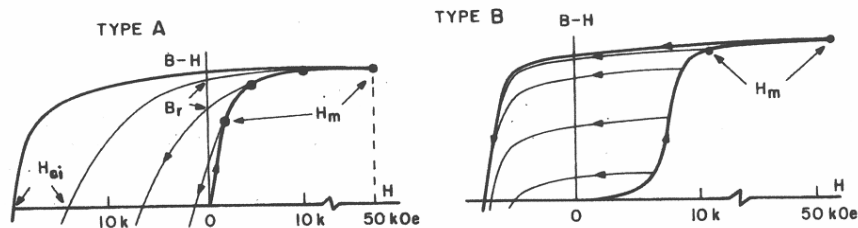


Figure 2-4 : schémas représentatifs de courbes d'aimantation dans le cas d'un processus contrôlé par la nucléation (type A) ou par le piégeage (type B) [7]

(Schemes of magnetic hysteresis loops for nucleation controlled (type A) or pinning controlled (type B) magnetisation reversal processes [7])

Les aimants NdFeB frittés de même que les aimants SmCo_5 sont de bons exemples de matériaux magnétiques durs dont le renversement d'aimantation est contrôlé par nucléation. A l'inverse, les aimants de type $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ sont gouvernés par le piégeage. Etant donné la faible anisotropie de la phase 2-17, pour obtenir de fortes coercivités, une microstructure particulière est requise : il faut développer une structure cellulaire avec, à l'intérieur des grains, des cellules de $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ entourées de SmCo_5 . Le retournement d'aimantation suit alors un mécanisme de piégeage des parois magnétiques au niveau de la phase 1-5. [7]

D'autre part, l'introduction de Cu dans les aimants SmCo_5 génère vraisemblablement des petits précipités durcissants qui piègent les parois [9].

II Dépôts de matériaux magnétiques durs en couches – Etat de l’art

II.1 Techniques de dépôt

Intéressons nous à présent au moyen d’intégrer des micro-aimants dans des MEMS. Nous souhaitons, pour notre étude, obtenir des couches épaisses ($>1 \mu\text{m}$), déposées en un temps raisonnable ($<1 \text{ h}$ pour $5 \mu\text{m}$, par exemple) et sur des substrats compatibles avec les process de micro-électronique (typiquement des wafers de Si de 100 mm).

Il existe 2 voies principales : dépôt par voie chimique (électrodéposition) ou dépôt par voie physique (dépôt par plasma ou par pulvérisation laser).

L’électrodéposition des terres rares présente de grandes difficultés, d’une part à cause d’un potentiel de réduction très négatif des terres rares, d’autre part parce que ces métaux sont très facilement oxydables et nécessiteraient un bain d’électrodéposition non aqueux. Nous n’envisagerons donc pas cette méthode pour le dépôt d’alliage contenant des terres rares. En revanche, des composés FePt ou CoPt ont été fréquemment électrodéposés et des résultats prometteurs ont été obtenus, mais les propriétés magnétiques (coercivités, rémanence, produit énergétique) reste très en dessous de ce qui peut être obtenu avec les alliages à base de terres rares [10].

Des couches de NdFeB ou SmCo ont été obtenues par pulvérisation, RF ou DC, diode ou triode, magnétron... La plupart de ces méthodes ne permettent pas des vitesses de dépôt de plus de 0.5 nm/s , or avec une telle vitesse, cela prend presque 3 heures pour déposer une couche de $5 \mu\text{m}$, ce qui est très long pour un process que l’on veut industriel. Il devient inenvisageable de déposer des couches très épaisses (jusqu’à $100 \mu\text{m}$) avec de tels procédés. Parmi les travaux recensés dans la littérature, Kapitanov [11] (du MISA, Moscow Institute of Steels and Alloys) a réalisé des dépôts par pulvérisation cathodique triode qui permet des vitesses de dépôt entre 5.5 et 11 nm/s (Voir schéma Figure 2-13). Plus récemment, Uehara [12] signale une vitesse de dépôt de 3 nm/s par pulvérisation magnétron, tandis que Liu [13] indique un taux de dépôt de 2.2 nm/s par une configuration particulière de pulvérisation RF, dite pulvérisation tridimensionnelle.

D’autre part, les vitesses de dépôt par ablation laser sont en général très lentes, néanmoins, Nakano a mis au point une méthode qui permet des taux très élevés, jusqu’à 20 nm/s [14], mais la surface de dépôt est très petite (1 cm^2 , communication privée).

La taille des substrats est rarement spécifiée dans la littérature. Le dépôt et l’homogénéité du dépôt dépendent du dimensionnement des systèmes de pulvérisation, néanmoins nous savons que le bâti de pulvérisation cathodique triode tel que celui utilisé au MISA permet, en plus de vitesses de dépôt élevées, de déposer sur de grandes surfaces (plusieurs cm^2 , communication privée, Kornilov, MISA).

II.2 Etat de l’art : couche de NdFeB

De nombreuses équipes ont déjà travaillé sur le dépôt de couches magnétiques dures, cependant peu de chercheurs ont pu obtenir et étudier des couches de plus de $1 \mu\text{m}$ d’épaisseur. Nous chercherons, quant à nous à obtenir des couches d’épaisseur supérieure à $1 \mu\text{m}$ de manière à pouvoir les fonctionnaliser dans des microsystèmes. Parmi les travaux effectués précédemment, notons qu’au début des années 90, Kapitanov et al [11] ont été les pionniers dans le dépôt de couches épaisses de NdFeB hautes performances ; cependant les technologies microsystèmes n’étaient pas prêtes à cette époque pour pouvoir les utiliser. Nous

allons maintenant présenter les travaux publiés sur le dépôt de couches magnétiques dures en relevant les substrats utilisés, les empilements, les conditions de dépôt et les traitements thermiques et nous identifierons leurs effets sur les propriétés des couches de ces différents éléments.

Les substrats couramment utilisés dans les études précédentes sont principalement le Si, des céramiques telles qu' Al_2O_3 ou MgO , du verre ou des feuilles métalliques (Ta, Mo). Pour notre part, le choix du Si nous est imposé par la compatibilité avec les technologies microsystemes. Il est alors nécessaire de mettre une couche tampon entre le Si et le NdFeB, pour éviter la diffusion de Si dans la couche magnétique et la formation, par exemple, de composés amagnétiques Fe-Si [15]. Les sous couches couramment utilisées sont le Ta, le Mo ou le W. D'autres sous couches ont été testées ; en particulier, Jiang [16] a testé des sous couches telles que Cr, Ti, Nb, V. Bien qu'une diffusion éventuelle n'est pas mise en évidence par ce papier, des coercivités réduites sont obtenues pour des sous couches Cr et V et des problèmes d'adhérence sont signalés pour les sous couches Cr, Mo et V, selon l'épaisseur des couches et le recuit. Kim [17] a utilisé des sous couches Ta sur du Si et présente des vues MEB de la section, et aussi bien l'interface entre le Ta et le NdFeB que celle entre le Ta et le Si semblent très nettes (Figure 2-5). Quant à Hanneman [18], il a procédé à la réalisation de profils en composition par SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy), ce qui lui a permis de mettre en évidence le fait que le Ta constitue un bonne barrière de diffusion entre le NdFeB et le Al_2O_3 , mais que ce n'est pas le cas du Cr. Le chrome, puis l'aluminium et l'oxygène du substrat diffusent dans le film de NdFeB (Figure 2-6).

Par défaut, nous utiliserons donc des sous couches de Ta entre le Si et nos couches de NdFeB. Par ailleurs, une couche de protection est nécessaire pour éviter l'oxydation de la couche de NdFeB, ce qui entraîne une chute de la coercivité [19]. Comme couche de protection nous prendrons aussi le Ta.

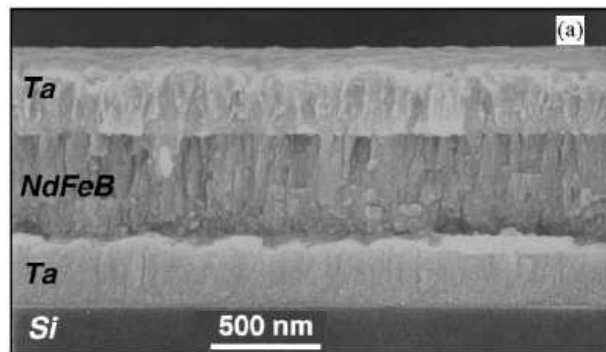


Figure 2-5 : vue MEB en coupe d'un empilement Si/Ta/NdFeB/Ta déposé à 700°C [17] (SEM cross section view of Si/Ta/NdFeB/Ta film deposited at 700°C [17])

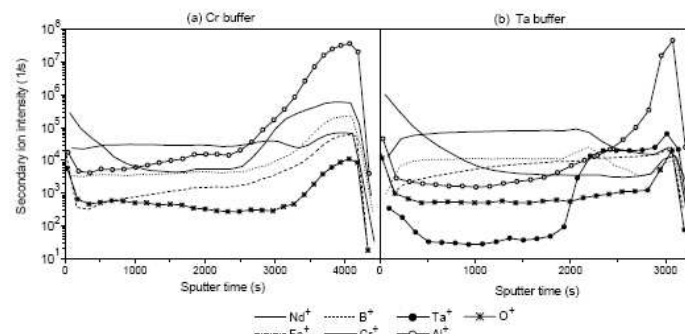


Figure 2-6 : profils de concentration obtenus par SIMS de films d'architecture Cr/NdFeB/Cr/ Al_2O_3 (a) et Cr/NdFeB/Ta/ Al_2O_3 (b) [18] (SIMS concentration profiles of Cr/NdFeB/Cr/ Al_2O_3 (a) et Cr/NdFeB/Ta/ Al_2O_3 (b) films [18])

Les traitements thermiques appliqués aux couches de NdFeB sont de 2 natures différentes : soit les couches sont déposées sur un substrat à température élevée, soit elles sont déposées sur un substrat à une température quelconque et puis subissent un recuit ad hoc.

Kapitanov [11] a ainsi montré que les couches déposées à plus de 500°C sont coercitives, et à partir de 550°C, un recuit post dépôt n'augmente pas la coercivité. La coercivité chute pour des dépôts à plus de 600°C. Les couches déposées à moins de 500°C ne sont coercitives qu'après recuit. Les couches cristallisées pendant dépôt ont une texture magnétique hors du plan ($M_r \perp \gg M_r \parallel$) et les couches déposées à plus basse température et recuites sont isotropes dans le cas d'une température de dépôt de 100°C et développent une texture hors du plan lorsque la température de dépôt augmente (Figure 2-7). Par ailleurs, Kapitanov montre que les couches déposées entre 400°C et 500°C et recuites ont une texture magnétique et cristallographique plus prononcées que celles déposées entre 500°C et 600°C ; en outre, elles présentent de plus fortes coercivités.

Nakano [14], quant à lui, dépose des couches par PLD sur des substrats Ta non chauffés et pratique un recuit après dépôt (650-750°C). Ses couches présentent une texture isotrope, et, bien que sa technique de dépôt soit attractive en raison des vitesses de dépôt importantes, l'absence de texture et donc l'impossibilité d'avoir de fortes aimantations et de forts produits énergétiques dans une direction donnée est un désavantage.

Dans le cas où un recuit est requis, quelles sont les traitements thermiques ad hoc ?

Des mesures de dilatométrie sont rapportées par Kapitanov [11] et mettent en évidence une anomalie vers 580°C, qu'ils attribuent à la température de cristallisation de sa couche (Figure 2-8) ; une température de recuit supérieure à cette température de cristallisation est donc requise. Serrona [20] a recherché la température de cristallisation de ses couches par pas de 50K et voit par XRD des pics de Nd₂Fe₁₄B à partir de 550°C, ce qui est aussi la température à partir de laquelle ses couches deviennent coercitives. Dans un autre article, Serrona [21] teste l'influence de la montée en température pour des recuits à 650°C pendant 30 minutes. S'il trouve des coercivités très similaires, la vitesse de montée en température semble avoir un effet sur l'aimantation à saturation, qu'il attribue à la microstructure, ce qui est assez étonnant étant donné que l'aimantation à saturation est essentiellement une donnée intrinsèque.

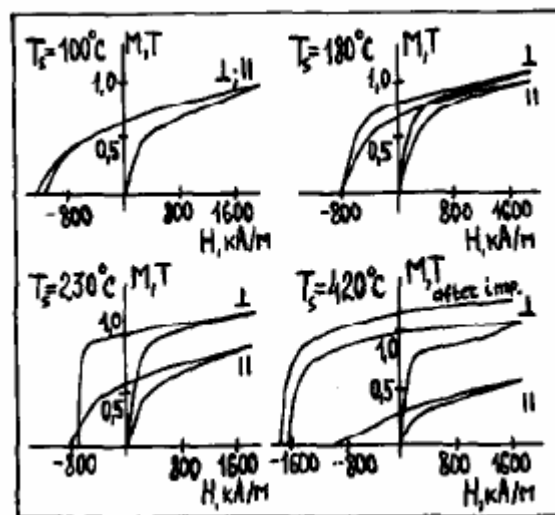


Figure 2-7 : courbe d'hystérésis dans et hors du plan de films de NdFeB déposés à des températures inférieures à 420°C et recuits à 700°C pendant 30 min [11]

(In plane and out of plane hysteresis loops of NdFeB films deposited at temperatures lower than 420°C and annealed at 700°C for 30 min [11])

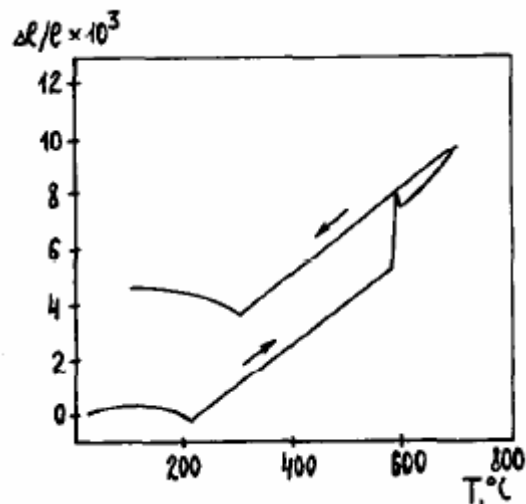


Figure 2-8 : dilatation thermique d'un film de NdFeB déposé à 420°C [11]
(Thermal dilatation of a NdFeB film deposited at 420°C [11])

II.3 Etat de l'art : couches de SmCo

Des couches de SmCo ont déjà été réalisées par de nombreux auteurs, par différents types de pulvérisation plasma ou par PLD. A noter que de très nombreux travaux ont été publiés par F.J. Cadieu et collaborateurs, du Queens College of CUNY.

Les substrats utilisés sont l' Al_2O_3 , le verre ou le Si. Le MgO a aussi été utilisé par Fullerton [22] afin de réaliser des dépôts épitaxiés. Le plus souvent, les couches de SmCo sont déposées telles quelles sur des substrats Al_2O_3 [23][24], mais une sous couche est utilisée pour les autres substrats. Une sous couche de W a été utilisée par Fullerton [25], choisie parce qu'immiscible avec les terres rares, et le W lui permet de déposer du SmCo épitaxié avec une texture 110. Takei [26], quant à lui, a testé l'influence de la nature et de l'épaisseur de nombreuses sous couches : Cr, Mo, W, W/Cr, Al, déposées sur du verre. Dans le cas où du W est présent, les diagrammes de diffraction montre la présence de W_3O . Le W semble donc s'oxyder. Il n'observe quasiment aucune influence de la sous couche sur la rectangularité des cycles d'hystérésis. Les meilleures coercivités observées le sont avec des sous couches Cr et Mo d'épaisseur supérieure à 50 nm. Toutefois les coercivités observées ne dépassent pas la valeur assez basse de 0.4 T. Sayama [27] a aussi utilisé le Cu comme sous couche. Il observe une diffusion du Cu dans le SmCo, mais celle-ci est bénéfique pour les propriétés magnétiques. Takahashi [28] a testé l'influence des sous couches Cu et Pt. Dans les 2 cas, la sous-couche diffuse dans le SmCo, mais si l'ajout de Cu a une influence bénéfique sur les propriétés magnétiques, ce n'est pas le cas du Pt.

Dans le cas où le Si est utilisé comme substrat, la sous couche la plus utilisée est le Cr [29][30][31][32]. Zhang [34] a comparé les résultats obtenus pour une couche de SmCo avec ou sans sous-couche de Cr entre la couche magnétique et le substrat Si. Il constate que les propriétés magnétiques sans couche de Cr sont très dégradées, avec la présence d'une phase douce. Par analyse XRD, il identifie la présence de Sm_2O_3 , qu'il attribue à la réaction entre le Sm et la surface thermiquement oxydée du substrat en cas d'absence de sous couche (Figure 2-10).

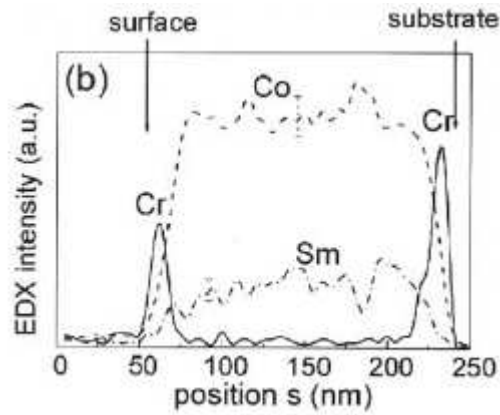


Figure 2-9 : profil en concentration réalisé par EDX dans un MET d'un empilement d'architecture $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cr}/\text{SmCo}/\text{Cr}$ déposé par PLD à 430°C [33]
(EDX concentration profiles of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cr}/\text{SmCo}/\text{Cr}$ film deposited with PLD at 430°C [33])

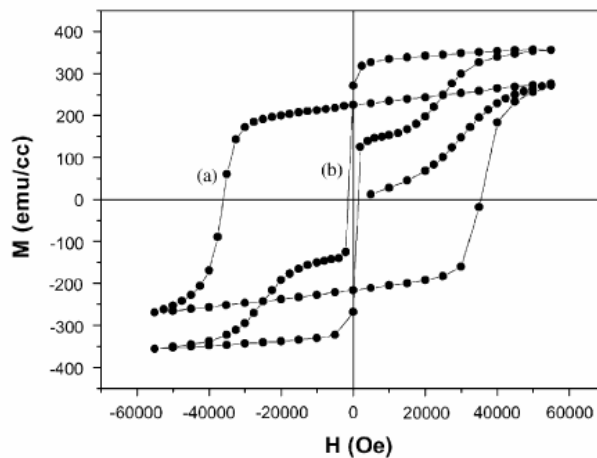


Figure 2-10 : courbe d'hystérésis de films de SmCo déposés sur Si et recuits à 750°C pendant 30s avec (a) ou sans (b) sous-couche de Cr [34]
(Hysteresis loops of SmCo films deposited on Si and annealed at 750°C for 30s with (a) or without (b) Cr underlayer [34])

Les couches de SmCo ont été déposées à différentes températures et éventuellement recuites. Les températures de cristallisation pendant dépôt sont assez basses. Ainsi, Cadieu [35][36] a réussi à obtenir des couches cristallisées et coercitives par des dépôts à 400°C par pulvérisation plasma ou 375°C par PLD, Hegde [37] a déposé des couches à 350°C qui montrent de bonnes propriétés magnétiques et enfin Sayama [27] obtient des couches coercitives à partir d'une température de dépôt de 250°C , l'optimum de coercivité étant atteint vers 300 ou 350°C selon la méthode de dépôt.

Les couches non cristallisées pendant le dépôt sont recuites. Pina [31] obtient de très fortes coercivités après recuit à 550°C pendant 30 min, et Zhang [34] a testé différentes températures de recuit pour des recuits « Flash » de 30 s (T_{recuit} optimal de 750°C) ou des recuits plus longs, de 30 min (T_{recuit} optimal de 625°C).

En général, les couches cristallisées pendant le dépôt ont des textures dans le plan [23][24][37][39] (Figure 2-11) et celles déposées à froid puis recuites ont des textures plutôt isotropes [31][29][34]. Néanmoins, l'utilisation de sous couche de Cu montre que celle-ci promeut une texture hors du plan (épaisseur des couches de SmCo inférieures à 50 nm) [27][28] (Figure 2-12). Sayama a montré que l'introduction de Cu dans l'alliage SmCo pulvérisé a aussi cet effet [38] et donc il attribue le développement de la texture hors du plan au Cu présent dans la couche et non à des accords de paramètres de maille entre la couche magnétique et une sous-couche de Cu.

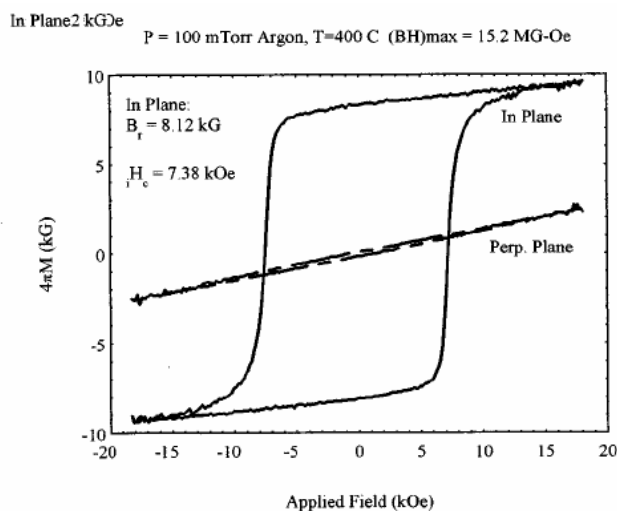


Figure 2-11 : courbes d'hystérésis d'un film de SmCo_5 déposé à 400°C [39]
 (Hysteresis loops of a SmCo_5 film deposited at 400°C [39])

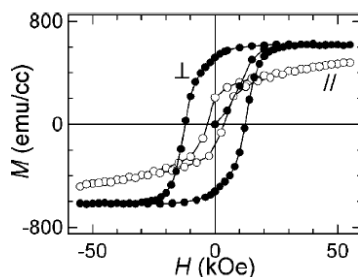


Figure 2-12 : Courbes d'un film de SmCo_5 déposé sur une sous-couche Cu [28]
 (Hysteresis loops of SmCo_5 film deposited on a Cu underlayer [28])

Si la majorité des travaux a porté jusqu'à présent sur des films minces (<100 nm), Cadieu [35], notamment a réalisé des couches de plusieurs microns d'épaisseur. Budde [29] a aussi entrepris le dépôt de couches épaisses de SmCo (jusqu'à $50 \mu\text{m}$) et étudie sa fonctionnalisation dans des microsystèmes. Toutefois, pour des questions d'adhérence, il ne dépose ses couches que sur des substrats en Al_2O_3 ou en verre, et non en Si.

Conclusion

Etant donné les travaux précédemment réalisés, il semblerait que la méthode de dépôt la plus adaptée à notre cahier des charges (dépôts rapides et sur de grandes surfaces) soit la pulvérisation cathodique triode. Suivant la configuration de nos micro-systèmes, nous voudrions obtenir des aimantations dans le plan ou hors du plan. Pour les aimantations hors du plan, le NdFeB semble un choix tout indiqué, et pour une aimantation dans le plan, le SmCo mais aussi le NdFeB isotrope semblent des choix intéressants. Le FePt n'a pas été considéré en détail car, pour l'instant il n'est fait mention nulle part de la possibilité de développer de fortes textures hors épitaxie. De plus, ce matériau fait l'objet d'une étude par C. Ndao dans le même groupe de recherche.

III Techniques de dépôt et de caractérisation

Pour déposer nos couches magnétiques, nous avons utilisé la pulvérisation cathodique triode, dont un schéma est représenté Figure 2-13. On fait passer un fort courant dans un filament de tungstène, qui chauffe et émet des électrons. Une anode est polarisée de manière à attirer les électrons produits par le filament, et ces derniers ionisent un gaz d'argon à leur passage. Il se forme ainsi un plasma d'Ar. Un champ magnétique vertical est produit par des aimants permanents. Il a pour effet d'augmenter la longueur du parcours des électrons entre le filament et l'anode, ce qui augmente le taux d'ionisation, et de confiner le plasma. Enfin, un potentiel continu est appliqué à une cible faite d'un matériau conducteur. Les ions Ar sont attirés par cette cible et l'abrase lorsqu'ils sont projetés dessus. Les atomes de la cible arrachés par les ions viennent ensuite se condenser sur les parois, et en particulier sur le substrat.

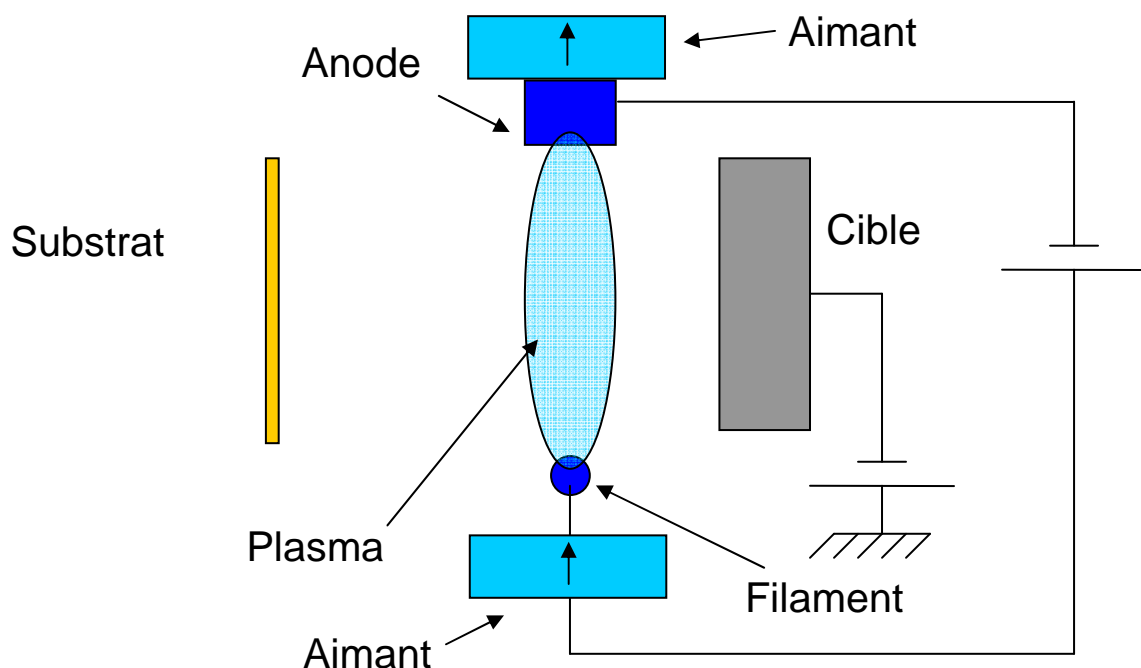


Figure 2-13 : schéma de principe de la pulvérisation triode
(Principle of triode sputtering)

Dans le bâti de dépôt utilisé, 4 cibles peuvent être présentes en même temps et sont montées sur un porte-cible rotatif. Les cibles font 10x10 cm² maximum, taille par défaut. Elles ont été réalisées par fusion des différents métaux (pureté 3N) dans un four à induction sous atmosphère d'Ar et coulées dans un moule en Cu.

Les principaux paramètres de dépôt sont la distance entre le substrat et la cible (variable de 10 à 6 cm), la composition et la taille de la cible, la tension appliquée à la cible et la température du substrat.

Les couches ont été déposées soit pleine plaque, soit à travers un masque. Le substrat peut être asservi à une température donnée ou ne pas être chauffé par le four pendant le dépôt ; on parle alors de dépôt à froid, bien que la température s'élève au fur et à mesure et peut dépasser 200°C.

Les recuits éventuels ont été réalisés sous vide secondaire (10^{-6} à 10^{-5} mbar), soit pleine plaque dans le bâti de dépôt, soit en morceau d'environ 4x4 mm² dans un four RTA (Rapid Thermal Annealing). Dans ce four, les échantillons sont placés entre 2 barrettes chauffantes

en céramique, qui permettent, au besoin, d'avoir des vitesses de montée en température très élevées (par exemple de 30°C à 750°C en environ 1 min).

Les substrats Si 100 mm utilisés par défaut sont des disques dont l'orientation est repérée par un méplat. Ce méplat est toujours placé vers le bas pendant le dépôt.

Le dispositif de pulvérisation triode a donc pour avantage de déposer des films avec une vitesse de pulvérisation rapide et sur de grandes surfaces. Néanmoins l'homogénéité en épaisseur, en température du substrat et en composition (voir plus loin) n'est pas parfaite. La distribution des épaisseurs avait déjà été caractérisée par F. May pendant son stage et elle est représentée sur la Figure 2-14. On constate que cette distribution n'est pas centrée, mais décalée vers le méplat. On peut en effet noter que, pendant un dépôt, la zone d'attaque du plasma sur la cible est aussi décalée vers le bas. Pour améliorer l'homogénéité en épaisseur du dépôt, il conviendrait de modifier la configuration de la machine de dépôt (position de l'anode, champ magnétique...) et/ou de faire tourner le substrat pendant le dépôt.

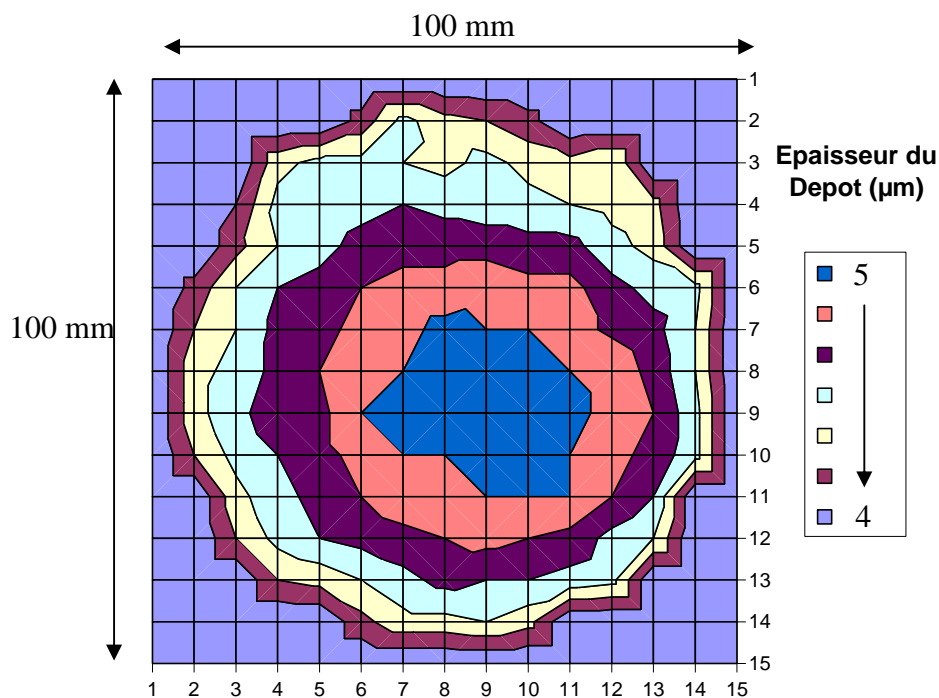


Figure 2-14 : distribution en épaisseur d'un dépôt de NdFeB (Thickness distribution of NdFeB)

Une partie des observations et des caractérisations a été réalisée en collaboration avec le groupe d'O. Gutfleisch de l'IFW à Dresdes.

Nous avons étudié différentes propriétés de nos échantillons grâce aux instruments et techniques suivantes.

Les propriétés cristallographiques ont été étudiées par diffraction des rayons X, soit dans une configuration θ - 2θ , avec un diffractomètre Philips utilisant la raie $K\alpha$ du Co ($\lambda=1.79026$ Å), soit dans une configuration 3 axes permettant de réaliser des figures de pôle. Cet instrument est un diffractomètre Philips utilisant la raie $K\alpha$ du Cu ($\lambda=1.5406$ Å).

Les propriétés magnétiques ont été mesurées au VSM (Vibrating Sample Magnetometer) ou éventuellement par magnétomètre à extraction. Par défaut, tous nos échantillons ont été mesurés à une température de 300 K. La sensibilité du VSM Oxford utilisé est de 10^{-5} emu et son champ maximum est de 8 T. Étant donné que les couches sont très fines par rapport à la

surface des échantillons mesurés, le coefficient de champ démagnétisant sera pris égal à 1 pour une mesure hors du plan et à 0 dans le plan.

Les microstructures ont été observées par microscopie électronique à balayage. Le microscope utilisé possède un canon à émission de champ et est équipé d'un détecteur d'électrons secondaires ainsi qu'un détecteur d'électrons rétro-diffusés (QBSD) (Institut Néel et IFW). Les mesures de composition ont été réalisées par EDX sur un autre microscope électronique.

La calibration en épaisseur a été faite par mesure au profilomètre et/ou MEB.

IV Films de NdFeB

IV.1 Généralités

Par défaut, des couches de 5 μm de NdFeB ont été déposées entre 2 couches de Ta de 100 nm sur des substrats de Si de 100 mm de diamètre.

La composition de la cible est $\text{Nd}_{16,8}\text{Fe}_{74,7}\text{B}_{8,5}$ et a été choisie d'après les travaux de Kapitanov [11]. Par défaut, nous avons utilisé une cible de $10 \times 10 \text{ cm}^2$, la distance cible-substrat est de 7.5 cm et la tension de la cible est fixée à 900 V. Pour ces conditions de dépôt, la vitesse de dépôt est d'environ 4.5 nm/s, soit 16 $\mu\text{m/h}$.

IV.2 Influence de la distance cible-substrat

Nous avons déposé 3 couches de NdFeB à travers un masque (réseau de trous de 4mm de diamètre) à 3 distances cible-substrat différentes : 6, 7.5 et 10 cm. Nous avons mesuré les épaisseurs par profilomètre, la composition par EDX et les propriétés magnétiques au centre du substrat par magnétomètre à extraction. Les résultats en terme de calibration de la vitesse de dépôt, rapport atomique Fe/Nd et la coercivité après recuit pleine plaque à 750° pendant 10 min sont regroupés dans le Tableau 2-2.

Le taux de dépôt est exprimé en nm/C. On déduit de cette calibration la vitesse de dépôt en nm/s en mesurant le courant dans la cible (qui représente le nombre d'ions Ar frappant la cible) et en multipliant ce courant par le taux en nm/C. Le courant est en général autour de 1.2 A.

Tableau 2-2 : taux de dépôt, composition et coercivité de couches de NdFeB déposées à froid à travers masque et recuites à 750°C pendant 10 min pour différentes distances entre la cible et le substrat (Deposition rate, composition and coercivities of NdFeB films deposited cold through a mask and annealed at 750°C for 10 min as a function of target to substrate distance)

<i>Distance (cm)</i>	<i>Taux de dépôt (nm/C)</i>	<i>Fe/Nd</i>	<i>$\mu_0 H_c$ (T)</i>
6	4.64	6.1	0.9
7.5	3.76	5.9	1.5
10	2.43	5.8	1.5

On voit un appauvrissement en Nd au fur et à mesure que la distance se réduit ; cela semble avoir une influence sur les propriétés magnétiques. Les coercivités sont assez similaires pour les distances de 7.5 et 10 cm, mais il y a une baisse sensible de coercivité entre 7.5 et 6 cm. D'autre part, le taux de dépôt augmente quand on se rapproche de la cible. La distance

optimale pour avoir à la fois une vitesse de dépôt élevée et de bonnes propriétés magnétiques semble être 7.5 cm.

IV.3 Influence de la température de dépôt

Des couches de NdFeB avec l'architecture suivante : Si / Ta (100 nm) / NdFeB (5 μm) / Ta (100 nm), ont été déposées à différentes températures ($T_{\text{sub}} \leq 500^\circ\text{C}$). Des courbes d'hystérésis dans le plan (ip pour « in-plane ») et hors du plan (oop pour « out-of-plane ») ont été réalisées par VSM à 300K. Afin d'obtenir l'évaluation la plus fiable possible du volume mesuré, la surface a été calculée en pesant l'échantillon et en supposant que le poids de la couche est négligeable en comparaison du poids du substrat (Si 525 μm d'épaisseur), l'épaisseur du dépôt a été mesurée par MEB-FEG.

La Figure 2-15 colonne gauche montre les courbes d'hystérésis des films après recuit in situ à 750°C pendant 10 min ; le champ magnétique des cycles hors du plan est corrigé du champ démagnétisant avec un coefficient $N=1$. Nous observons que les courbes d'aimantation hors du plan deviennent de plus en plus rectangulaires lorsque T_{sub} augmente et que les courbes dans le plan sont de plus en plus aplaties.

La texture magnétique hors du plan s'améliore donc lorsque la température de dépôt augmente jusqu'à 500°C .

La Figure 2-16 résume les propriétés magnétiques extrinsèques obtenues. On voit que les coercivités sont assez similaires et autour de 1.6 T. L'aimantation rémanente hors du plan augmente et avec elle le produit énergétique, tandis que les cycles d'hystérésis dans le plan sont de plus en plus aplaties. Le produit énergétique le plus grand est obtenu pour le dépôt à 500°C et atteint 400 kJ/m^3 , ce qui est à notre connaissance la plus grande valeur obtenue pour des couches de NdFeB, et est proche du record pour des aimants massifs (474 kJ/m^3) [5] ainsi que du maximum théorique (512 kJ/m^3) [3]. En comparaison, Linetsky [40] est parvenu à faire des couches avec une rémanence de 1.35 T, ce qui est proche de notre valeur maximale, mais de coercivité réduite ($\mu_0 H_c = 0.8 \text{ T}$).

Augmenter la température de dépôt ne permet pas d'augmenter encore le produit énergétique. Linetski [40] a en effet montré que, dans le cas de ses films de NdFeB, la texture n'est plus tout à fait hors du plan pour les couches déposées entre 500 et 600°C , ce qui conduit à diminuer la rémanence hors du plan. D'autre part, les coercivités atteignables pour les dépôts dans cette gamme de température sont inférieures à celles obtenues dans le cas de ses couches déposées en dessous de 500°C , et les coercivités deviennent très basses pour des dépôts à plus de 600°C , ce qui conduit aussi à faire diminuer sensiblement les produits énergétiques. Dans notre cas, nous verrons dans le paragraphe IV.9 de ce chapitre que nos couches basculent d'une texture 001 (hors du plan) pour les dépôts à 500°C à une texture 105 (à 15° de la direction 001) pour les dépôts à 550°C , ce qui conduit à une diminution de la rectangularité des cycles hors du plan.

Enfin, on peut remarquer sur les courbes d'hystérésis présentées que les courbes de première aimantation sont assez particulières, avec d'abord une partie à forte susceptibilité puis un palier et une partie à plus faible susceptibilité. Ces courbes seront commentées ultérieurement.

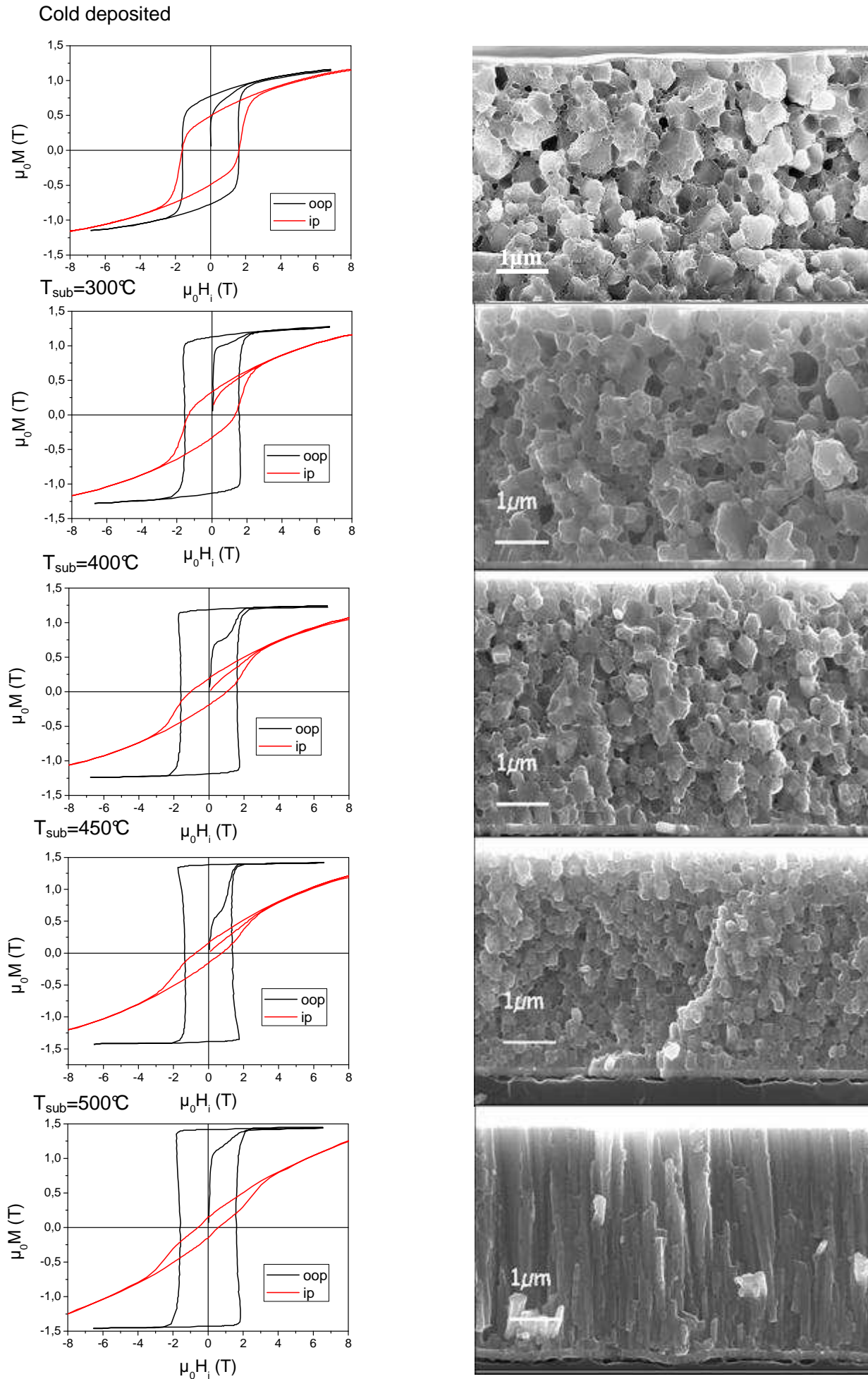


Figure 2-15 : cycles d'hystérésis et sections observées par MEB de films de NdFeB recuit à 750°C pendant 10 minutes en fonction de la température de dépôt (Hysteresis loops and SEM cross section images of NdFeB films deposited at different temperatures and annealed at 750°C for 10 min)

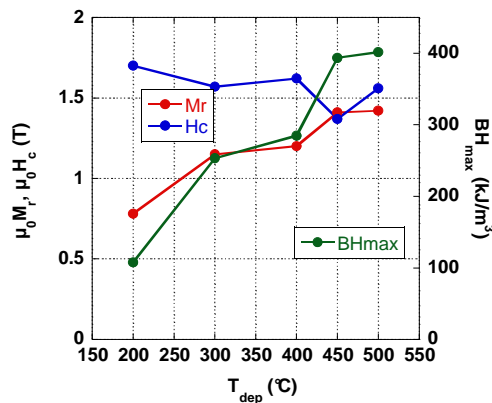


Figure 2-16 : propriétés magnétiques (rémanence, coercivité et produit énergétique) de couches de 5 μm de NdFeB déposées à différentes températures et recuites à 750°C pendant 10min
(Magnetic properties (remanence, coercivity and energy product) of 5 μm thick NdFeB films deposited at different temperatures and annealed at 750°C for 10 min)

La Figure 2-17 montre les figures de pôle pour les raies 006, 105 et 214. On constate que la direction de l'axe de facile aimantation c (représenté par la figure de pôle de la raie 006) a une distribution angulaire de plus en plus fine autour de la verticale lorsque la température de dépôt augmente. Ceci illustre l'amélioration de la texture cristallographique, qui va de pair avec l'amélioration de la texture magnétique. Les figures de pôle des raies 105 et 204, d'abord étalées autour de l'origine lorsque la texture hors du plan est mal définie, forment des anneaux de mieux en mieux définis et fins au fur et à mesure que la température de dépôt augmente et que la texture hors du plan s'affirme. Par ailleurs, la Figure 2-18 montre les diagrammes de diffraction X d'une couche déposée à froid et d'une couche déposée à 400°C, toutes deux recuites à 750°C pendant 10 min. Sur le premier diagramme, de nombreux pics de la phase 2-14-1 sont présents et s'ils n'ont pas les mêmes intensités relatives que dans un diagramme de poudre, des pics correspondant à des orientations très variées sont présents. A l'inverse, pour le 2^e diagramme, seuls les pics 00l et quelques pics qui correspondent à des directions proches de 00l sont visibles. On note aussi la présence d'un pic très large et intense entre 35 et 40°. Cette « bosse » a aussi été observée par Kim [17] qui a déposé des couches de NdFeB sur du Si avec une sous couche de Ta. Kim l'a attribuée au Ta, sauf quelle ne correspond pas à un des pics du Ta tel que nous les trouvons dans les tables de référence. Nous l'avons attribué à la zone d'interdiffusion entre le Si et le Ta.

Enfin, la Figure 2-15 à droite montre des vues en coupe des microstructures observées par MEB-FEG. On peut y voir que jusqu'à des températures de dépôt de 450°C, les grains sont equiaxiaux et leur dimension diminue avec la température de dépôt, tandis que l'échantillon déposé à 500°C présente des grains colonnaires qui traversent toute la couche.

La décroissance de la taille de grain (pour $T_{sub} \leq 450^\circ\text{C}$) peut être expliquée par la création de sites de nucléation pendant le dépôt, la densité de ces sites augmentant avec la température de dépôt. Par ailleurs, on peut faire l'hypothèse que ces sites de nucléation orientent les grains auxquels ils donnent naissance. Plus la température de dépôt est élevée, plus ces sites de nucléation peuvent se former dans un état qui minimise leur énergie, cet état pouvant être tel que l'orientation qui en résulte est orthogonale au plan de dépôt.

Pour une température de dépôt supérieure, on observe une structure colonnaire après recuit. Avant recuit, les couches déposées à $T_{sub} \geq 500^\circ\text{C}$ sont déjà cristallisées, et une structure colonnaire peut être devinée, mais elle n'est bien visible qu'après recuit.

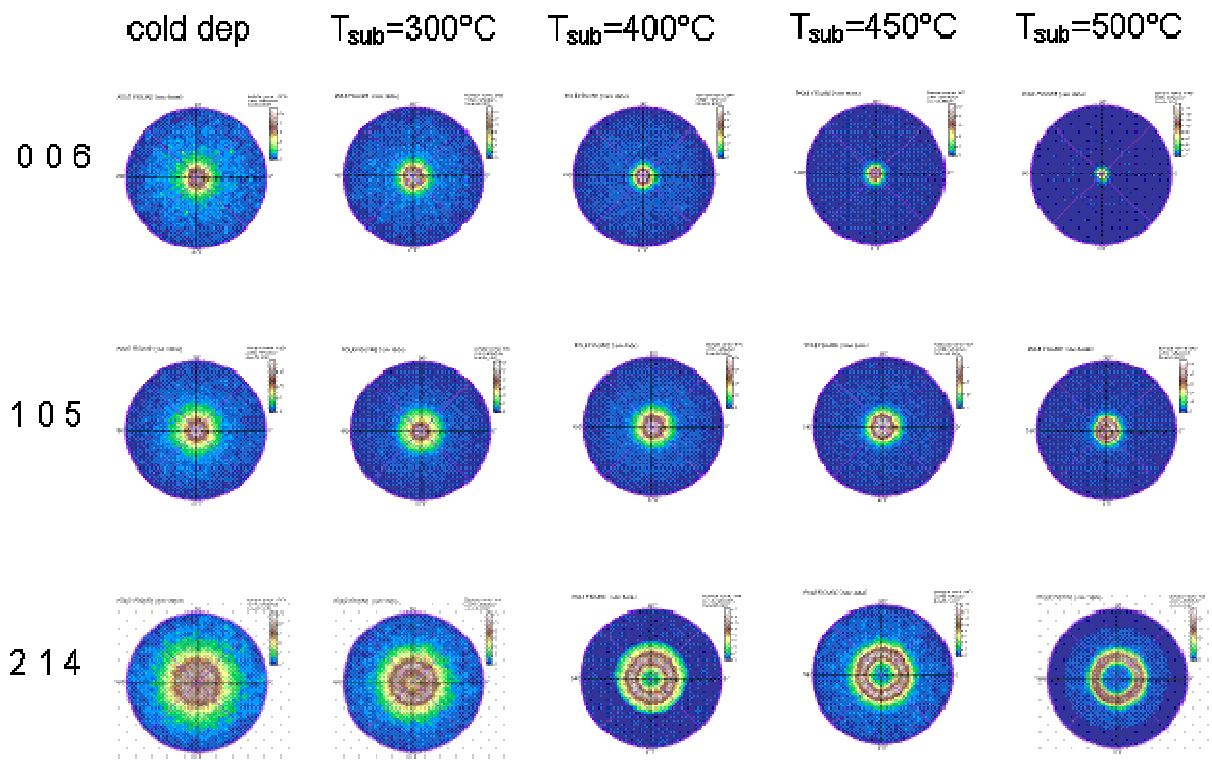


Figure 2-17 : figures de pole de couches de NdFeB de 5 μm déposées à différentes températures et recuites à 750°C pendant 10 min
(Pole figures of 5 μm thick NdFeB films deposited at different temperatures and annealed at 750°C for 10 min)

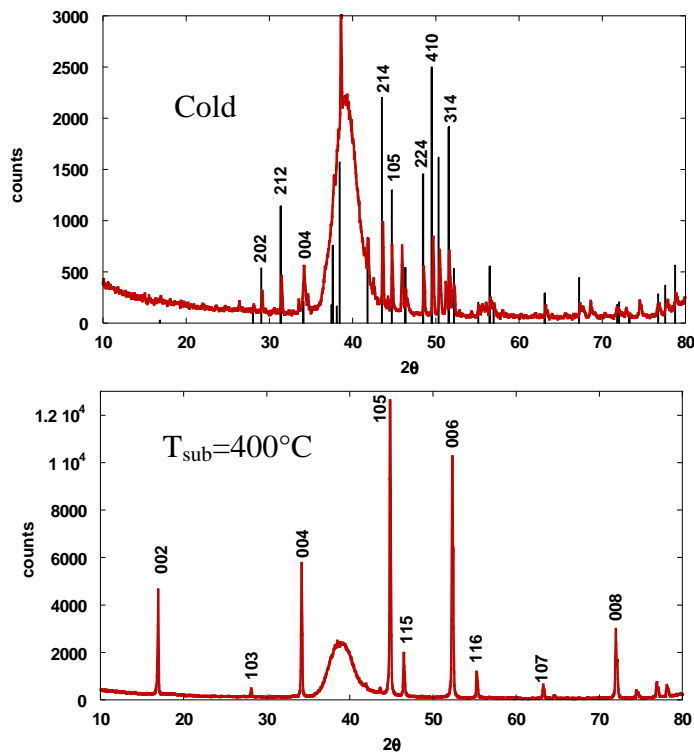


Figure 2-18 : diagramme de diffraction de couche de NdFeB de 5 μm déposées à froid et à 400°C et recuites à 750°C pendant 10 min (IFW)
(X-ray diffraction patterns of 5 μm thick NdFeB films deposited cold and at 400°C and annealed at 750°C for 10 min (IFW))

D'autre part, comme on peut le voir sur la vue MEB d'une section d'une couche obtenue par clivage du substrat Si (Figure 2-15), les grains equiaxiaux ont un aspect particulier : ils sont spongieux et des trous facettés se forment au niveau des joints de grain, ce qui peut s'expliquer par l'augmentation de la densité du matériau lors de la cristallisation. Des trous de tailles plus petites (quelques 10 nm) ont déjà été observés par Kornilov et al [11] et ont été attribués à une ségrégation aux joints de grain de l'Ar contenu dans les couches et provenant de la pulvérisation. Des cavités de la taille citée sont aussi observables dans nos couches et pourraient être attribuées à cette ségrégation d'Ar, cependant les plus grosses cavités occupent vraisemblablement une proportion de l'espace trop importante pour y être rapportées. De plus, le volume de vide semble diminuer au fur et à mesure que la température de dépôt augmente pour quasiment disparaître dans le cas d'un échantillon déposé à 500°C. On peut supposer que la diminution de ce volume de vide s'explique par une augmentation de la compacité de la couche après dépôt. Ces couches sont encore amorphes jusqu'à une température de dépôt de 450°C, mais la température élevée a pour conséquence que les atomes adsorbés sont plus mobiles et peuvent mieux s'organiser de manière à diminuer l'énergie du système. Dans le cas d'un dépôt à 500°C, la couche, cristallisée directement pendant dépôt, est déjà totalement dense, il n'y a donc pas de densification pendant le recuit et pas d'apparition de cavités. Etant donné que l'épaisseur des couches ne varie pas beaucoup pendant le recuit et que la densification due à la cristallisation se fait par apparition de cavités, ceci explique l'augmentation de l'aimantation à saturation et du produit énergétique lorsque la température de dépôt augmente.

IV.4 Influence du recuit

L'influence du recuit a été testé sur 2 couches de NdFeB d'épaisseur 5 μm , l'une déposée à froid, l'autre à 400°C. Les couches ont été déposées pleine plaque et des échantillons d'environ 4x4 mm² ont été recuits dans le four RTA externe. L'influence de 3 paramètres a été estimée : la température de recuit, la durée du recuit et la pente de montée en température. Les courbes d'hystérésis dans et hors du plan pour un recuit standard (750°C pendant 10 minutes) sont montrées sur la Figure 2-19. On peut déjà constater que le dépôt à froid a une texture magnétique plus isotrope que le dépôt à froid montré Figure 2-15, ce qui peut être dû à plusieurs facteurs (décalage en composition, maîtrise de la température du substrat pendant le dépôt ...), les principaux changements étant le four de recuit et la dimension des surfaces recuites (recuit de morceaux d'environ 4x4 mm² dans un four RTA avec une montée en température d'environ 1 min contre recuit de substrats entiers dans le bâti de dépôt avec une montée en température d'environ 5 min).

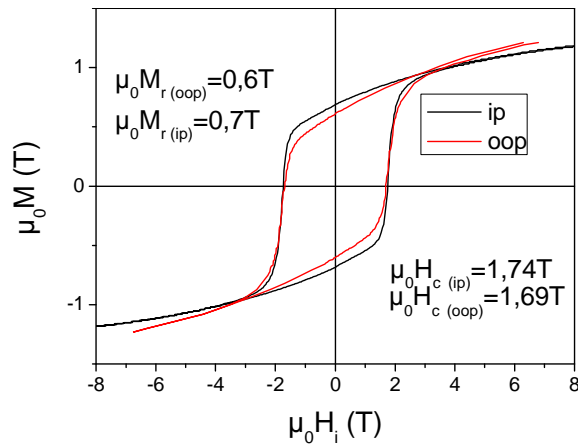


Figure 2-19 : cycle d'hystérésis d'une couche de NdFeB de 5 μm déposée à froid et recuit ex situ à 750°C pendant 10 min
 (Hysteresis loops of a 5 μm thick NdFeB film deposited cold and annealed ex situ at 750°C for 10 min)

Dans les figures suivantes, pour pouvoir comparer aisément les cycles entre eux, on ne représentera que l'aimantation normalisée et les cycles hors du plan ne seront pas corrigés du champ démagnétisant (Figure 2-20, Figure 2-22, Figure 2-25, Figure 2-27).

Nous avons d'abord testé l'influence de la température de recuit. Des couches ont été recuites pendant 10 minutes à des températures entre 625°C et 850°C avec une montée en température rapide (de 30°C à la température de recuit en environ 1 minute).

Les cycles d'hystérésis sont représentés sur la Figure 2-20. On remarque d'abord que la texture est identique. La coercivité augmente avec la température de recuit et en particulier, on observe un saut entre 650°C et 675°C où la coercivité double.

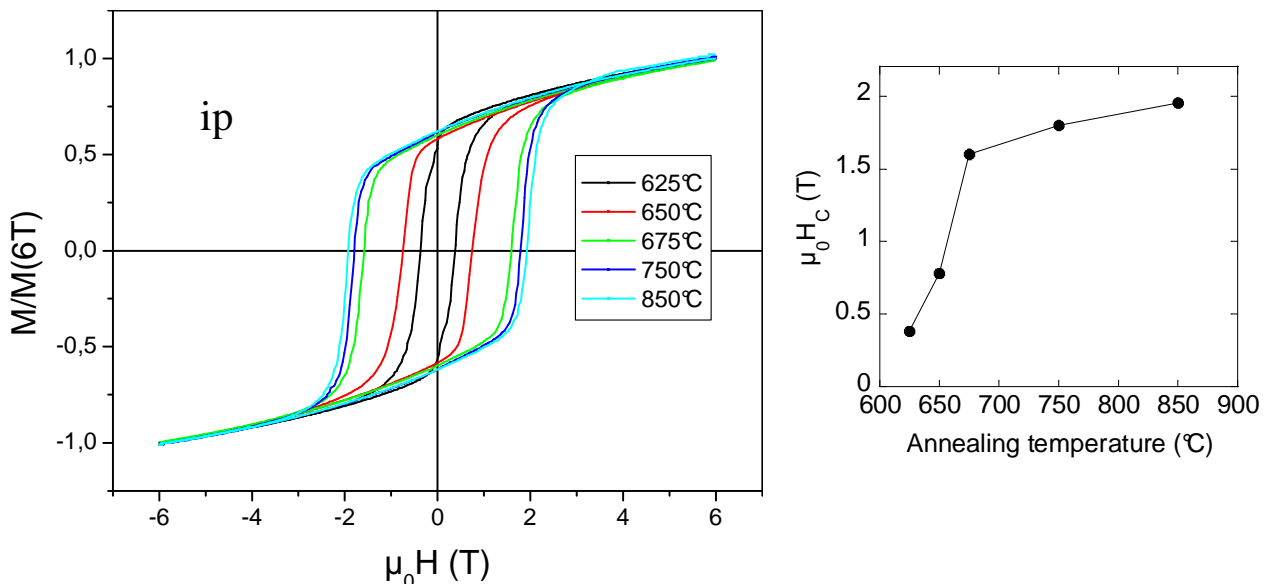


Figure 2-20 : cycles d'hystérésis normalisés dans le plan de couches de NdFeB de 5 μm déposées à froid et recuites ex situ pendant 10min à différentes températures et évolution de la coercivité en fonction de la température de recuit
 (Normalised in plane hysteresis loops of 5 μm thick NdFeB films deposited cold and annealed ex situ at different temperature for 10 min and evolution of coercivity as a function of annealing temperature)

Les diagrammes de diffraction montrent que tous les échantillons de la Figure 2-20 sont (au moins partiellement) cristallisés, comme on peut le voir sur la Figure 2-21. On observe cependant, pour les températures de recuit inférieures ou égales à 650°C, un pic qui

n'appartient pas à la phase 2-14-1 et qui a été attribué au Nd (pic 004). Les mesures de composition par EDX tendent à montrer qu'il y a un excès de Nd par rapport à la stoechiométrie de la phase 2-14-1 et on trouve un rapport atomique Fe/Nd=6.14.

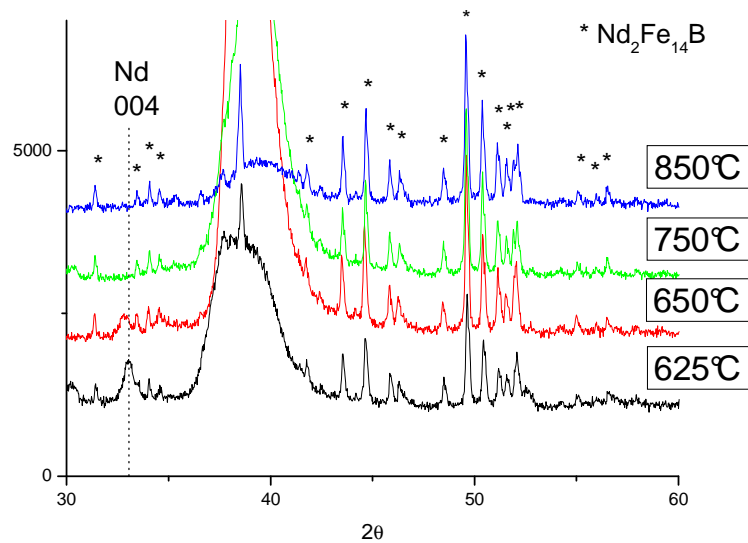


Figure 2-21 : diagramme de diffraction X de couches de NdFeB déposées à froid et recuit à différentes températures pendant 10 min (X-ray diffraction patterns of NdFeB films deposited cold and annealed at different temperatures for 10 min)

La Figure 2-22 montre les cycles d'hystérésis de couches recuites à 625 et 650°C pendant 10 minutes et 60 minutes. En recuisant plus longtemps les couches à 625 et 650°C, on observe une augmentation de coercivité, cependant seul le recuit à 650°C montre une coercivité élevée ($\mu_0 H_c = 1.5$ T), ce qui tendrait à montrer que cette température est une température critique. Les diagrammes de diffraction X montrent par ailleurs que l'intensité du pic attribué au Nd diminue avec le temps de recuit, ce qui peut traduire une meilleure cristallisation mais aussi une répartition différente du Nd en excès (Figure 2-23).

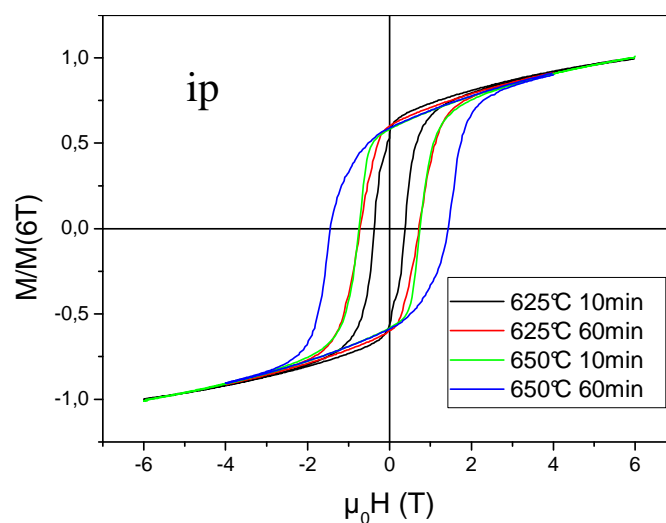


Figure 2-22 : cycles d'hystérésis normalisés dans le plan de films de NdFeB déposés à froid après différents traitements thermiques (Normalised in-plane hysteresis loops of NdFeB films deposited cold with various annealing treatments)

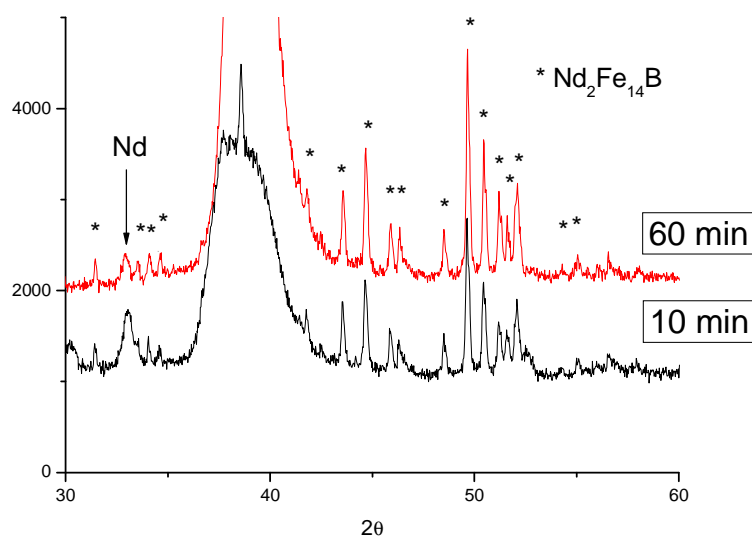


Figure 2-23 : diagramme de diffraction X de couches de NdFeB déposées à froid et recuites à 625°C pendant 10 et 60 min (X-ray diffraction patterns of NdFeB films deposited cold and annealed at 625°C for 10 and 60 min)

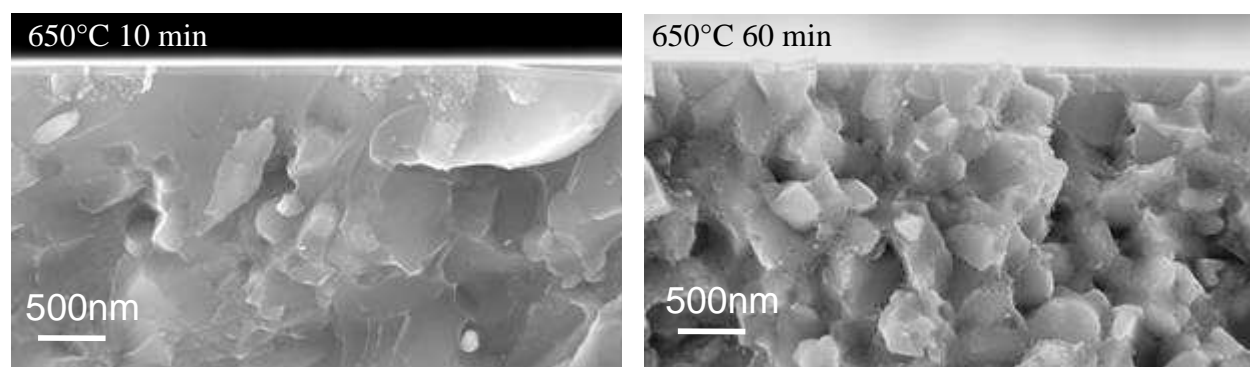


Figure 2-24 : microstructure observée par MEB d'un film de NdFeB déposé à froid et recuit à 650°C pendant, respectivement, 10 et 60 minutes (SEM view of the microstructure of NdFeB films deposited cold and annealed at 650°C for 10 and 60 min)

La microstructure des échantillons recuits à 650°C pendant 10 min et 60 min a été observée par MEB-FEG (Figure 2-24). Sur la vue en coupe de l'échantillon recuit 10 min, une structure en grain est détectable, mais la cassure semble avoir lieu en grande partie à l'intérieur des grains. Les joints de grains visibles sont décorés de trous très petits (en comparaison de ce qui peut se voir Figure 2-15). Sur l'échantillon recuit pendant 60 min, la structure granulaire est bien visible, d'autant plus que la cassure a eu lieu au niveau des joints de grain. Les grains sont décorés de trous plus gros que pour un recuit court. Les propriétés magnétiques peuvent être reliées à la microstructure et il est possible que la présence d'une phase ou de défauts intergranulaires (qui entraînent la cassure intergranulaire) soient à l'origine du développement de la coercivité.

L'influence du temps de recuit a ensuite été testée à 750°C. Des couches ont été recuites à 750°C pendant un temps variable (de 0 à 60 minutes) avec une vitesse de montée en température rapide. Les recuits dits « pendant 0 min » sont des recuits pour lesquels on refroidit l'échantillon dès que la température ciblée est atteinte ; le temps de montée est d'environ 1 min. On voit sur les courbes d'hystérésis que le temps de recuit n'est pas un paramètre particulièrement critique, cependant les couches déposées à chaud semblent avoir

besoin de plus de temps pour développer une forte coercivité que les couches déposées à froid (Figure 2-25). Toutefois, d'après les clichés de diffraction X, la couche anisotrope ($T_{\text{sub}}=400^\circ\text{C}$) recuite 0 minute est déjà bien cristallisée (Figure 2-26).

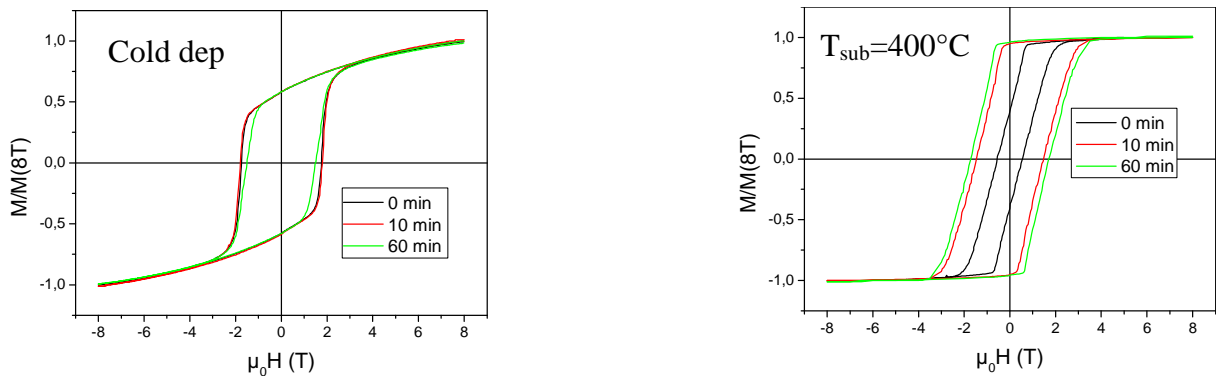


Figure 2-25 : cycles d'hystérésis normalisés de couches de NdFeB déposées à froid et à 400°C et recuites à 750°C pendant des temps différents (Normalised hysteresis loops of NdFeB films deposited cold and at 400°C and annealed at 750°C for different times)

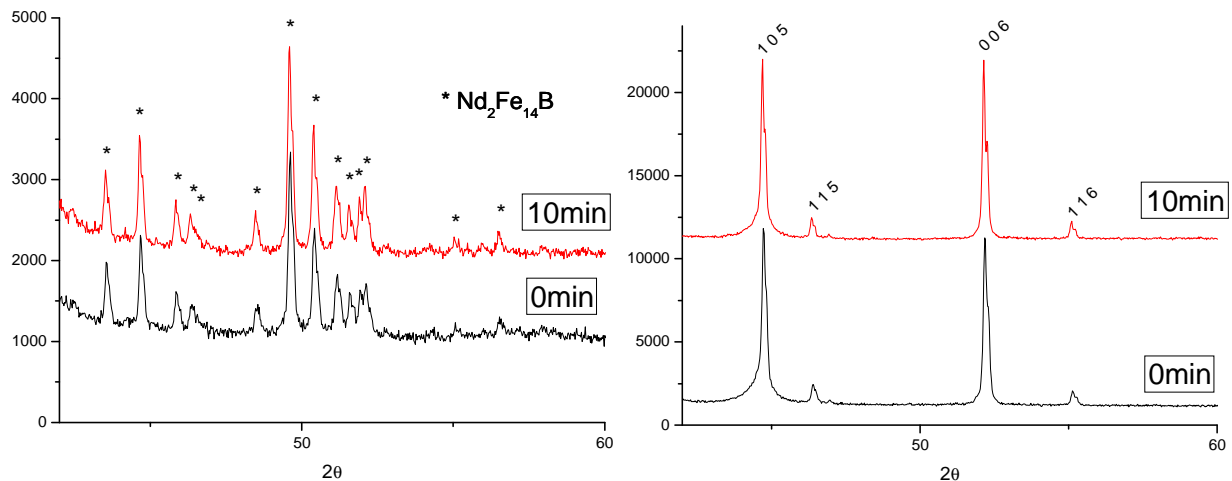
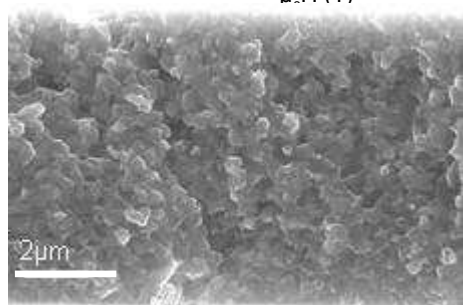
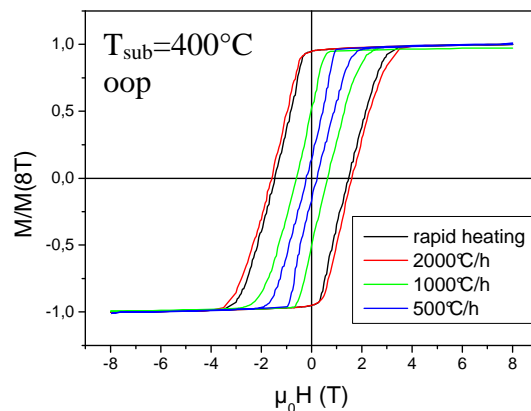
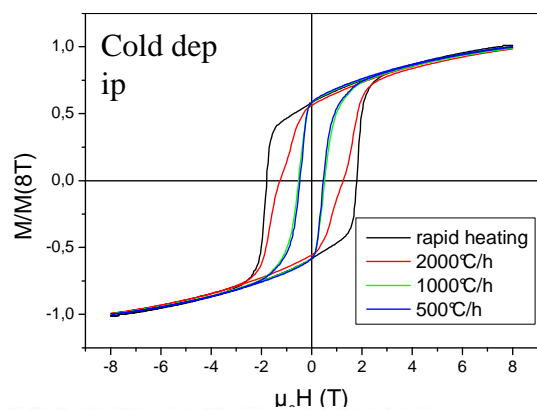
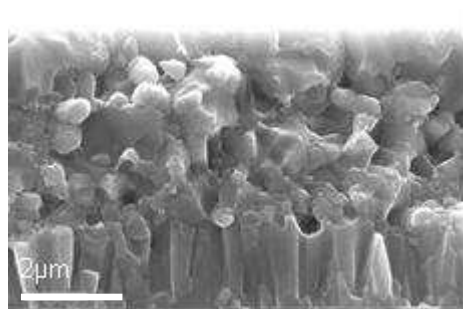
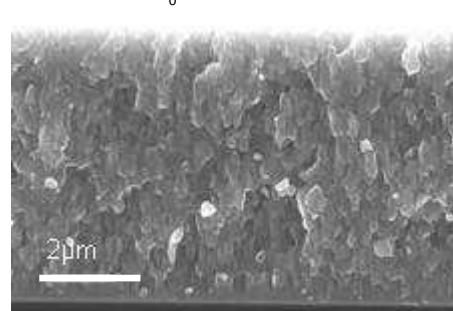


Figure 2-26 : diagrammes de diffraction X de couches de NdFeB déposées à froid (gauche) ou à 400°C (droite) et recuites à 750°C pendant 0 ou 10 min (X-ray diffraction patterns of NdFeB films deposited cold (left) or at 400°C (right) and annealed at 750°C for 0 and 10 min)

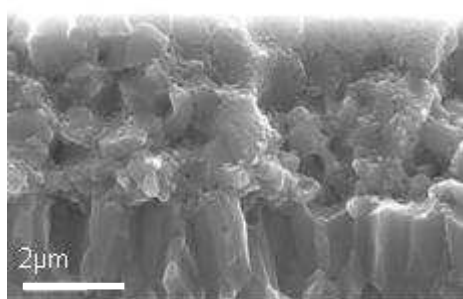
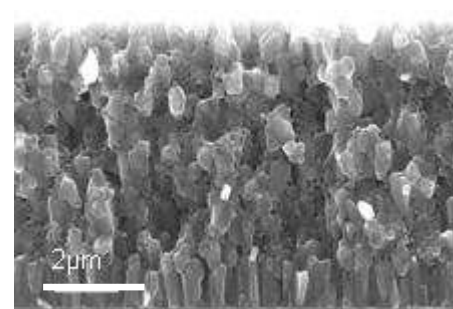
Enfin, nous avons testé l'influence de la vitesse de montée en température. Des couches ont été recuites à 750°C pendant 10 min avec des pentes de 500, 1000 et $2000^\circ\text{C}/\text{h}$ ainsi qu'avec une montée rapide en température (température ambiante à température de recuit en 1 minute environ). On voit sur les courbes d'hystérésis de la Figure 2-27 qu'une vitesse de montée en température lente est nuisible pour les propriétés magnétiques. D'autre part, la vitesse de montée a aussi une influence sur la taille et la forme des grains : pour des vitesses de montée lentes, on observe des grains colonnaires se développant au niveau de la sous couche puis des grains équiaxiaux au dessus, dont la taille augmente quand la vitesse de montée diminue. Cette microstructure particulière ne peut être rendue responsable de la détérioration de coercivité. En effet, comme cela a été vu dans la partie précédente, des microstructures avec des tailles de grain très différentes et des formes de grain aussi bien équiaxiaux que colonnaires peuvent aller de paire avec de fortes coercivités. D'autre part, des couches présentant cette structure (par exemple, dépôt à 400°C avec recuit de pente $2000^\circ\text{C}/\text{h}$) sont aussi coercitives.



Rapid heating
(45000°C/h)



2000°C/h



1000°C/h

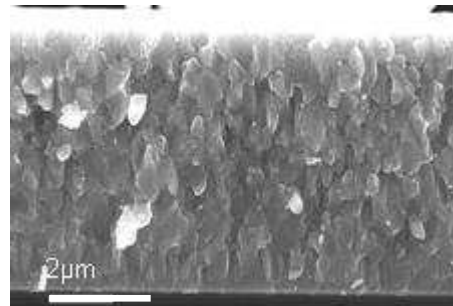


Figure 2-27 : cycles d'hystérésis normalisés et sections observées par MEB de couches de NdFeB déposées à froid et à 400°C et recuites à 750°C pendant 10 min avec différentes pentes de recuit (Normalised hysteresis loops and SEM observations of cross sections of NdFeB films deposited cold and at 400°C and annealed at 750°C for 10 min with different heating rates)

Les grains des échantillons recuits in situ sont plus grands que ceux des échantillons recuit ex situ avec une montée en température rapide. Cependant, on a pu remarquer que lorsque la vitesse de montée en température diminue, la taille des grains equiaxiaux augmente, et donc, on peut attribuer cette différence de dimension à la vitesse de montée en température qui est un peu plus lente lors des recuits in situ.

Lorsque la montée en température est brutale, des grains germent partout dans la couche, et ceci conduit à des tailles de grains petites, tandis que, lorsque la vitesse de montée en

température est plus lente, la croissance des grains se fait plutôt sur les sites de nucléations, homogènes (sites plus ou moins nombreux suivant T_{sub} et générés pendant le dépôt) ou hétérogènes (couches de Ta). De plus, une montée en température lente conduit à une durée de recuit plus importante et un grossissement des grains par coalescence peut intervenir.

IV.5 Influence de la sous-couche

L'utilisation du Ta comme sous couche a un certain nombre d'avantage : il ne diffuse pas dans le NdFeB et adhère à la couche de NdFeB. Toutefois, cela présente aussi des inconvénients : au niveau mécanique (cela fera l'objet d'un paragraphe ultérieur), mais aussi au niveau de la technologie, puisque le Ta se grave au HF, que nous avons l'intention d'utiliser dans la filière Nanomag.

C'est pourquoi nous avons testé 3 autres sous couches qui résistent au HF : W, WN, Ni. Comme cela a été écrit plus haut, le W a été couramment utilisé dans d'autres études, mais cela n'est pas le cas du WN et du Ni.

Pour cette étude, nous avons utilisé des substrats de Si avec des couches de W, WN et Ni de 300 nm d'épais réalisée au LETI, les dépôts de NdFeB de 5 μm ont été déposés à froid, recouvert d'une couche de 100 nm de Ta et recuit ex situ.

Les couches amorphes de NdFeB adhèrent bien sur les sous-couches Ta, W, WN, mais pas sur la sous-couche Ni, ce qui est visible à l'œil nu, mais a aussi été mis en évidence par le « test du scotch ». En collant un morceau de scotch sur la couche puis en le retirant, on s'aperçoit que la couche reste entièrement collée au scotch et non sur le substrat. Une analyse par XRD du substrat d'où la couche a été retirée par le scotch montre que le Ni est encore présent. Des recuits ont néanmoins été réalisés et des problèmes de diffusion, observés par MEB, rendent une sous couche Ni tout à fait inutilisable.

Après recuit, les couches déposées sur W, WN et Ta restent adhérentes sauf pour certains recuits à très haute température (850°C) ou longs (750°C pendant 60 minutes). Les échantillons ont été mesurés au VSM, les courbes d'hystérésis obtenues étant sur la Figure 2-28. On voit que, bien que les conditions de dépôt soient loin de l'épitaxie, il y a des différences significatives au niveau des textures magnétiques. Ainsi, la sous-couche de W semble favoriser une texture hors du plan tandis que la sous-couche WN semble favoriser une texture isotrope. Néanmoins la coercivité obtenue avec la sous-couche WN, même si elle demeure relativement élevée, est moins importante qu'avec les sous-couches Ta et W. Si on teste l'influence de la température de recuit sur ces 3 échantillons, avec une durée de recuit de 10 minutes et une montée rapide en température, on voit que le comportement des couches Ta et W en ce qui concerne la coercivité est similaire, tandis que la coercivité pour la sous-couche WN est sensiblement inférieure et présente un optimum (Figure 2-29). La présence de cet optimum peut être dû à de la diffusion : il y aurait alors une compétition entre la température qui tend à augmenter la coercivité, comme c'est le cas avec le Ta, et la diffusion d'une espèce qui dégrade la coercivité et qui diffuse d'autant plus que la température est élevée.

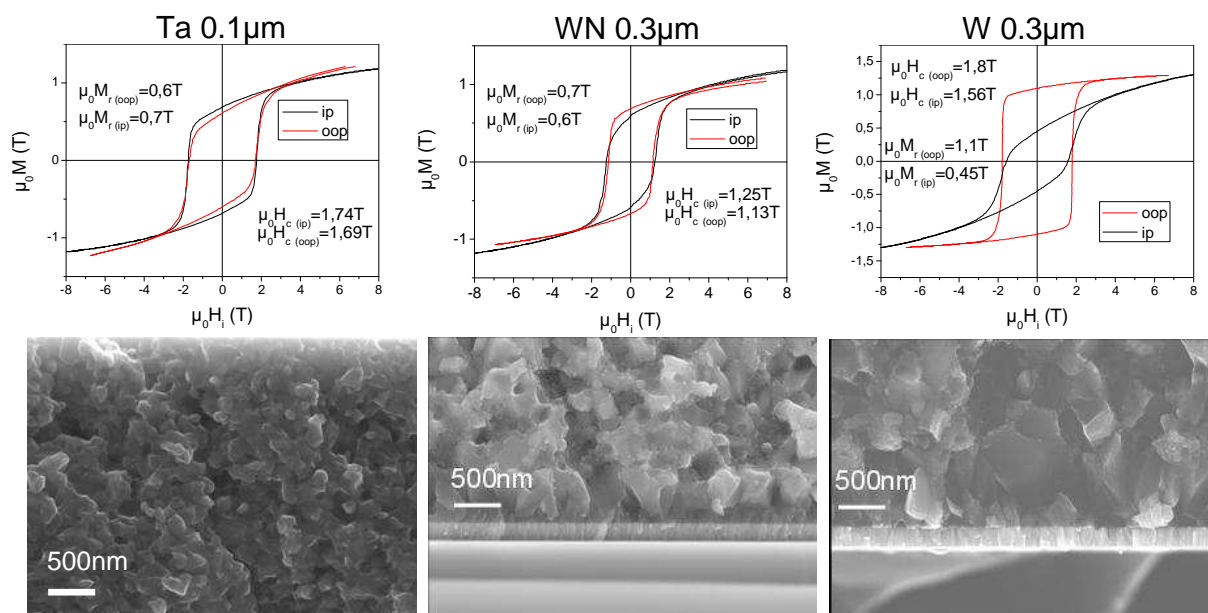


Figure 2-28 : cycles d'hystérésis et sections observées par MEB de couches de NdFeB déposées à froid avec différentes sous-couches et recuites à 750°C pendant 10 min
(Hysteresis loops and SEM views of cross sections of NdFeB films deposited cold on various underlayers and annealed at 750°C for 10 min)

Les vues MEB en coupe présentées sur la Figure 2-28 montrent des interfaces assez nettes entre le Si et les sous-couches W et WN ainsi qu'entre ces sous couche et le NdFeB. D'autre part, on voit aussi que la taille des grains est plus grande dans le cas du W et du WN que dans le cas du Ta.

Si on veut une aimantation dans le plan, avec une sous-couche résistante au HF, le WN semble bien indiqué, mais il faut être prudent au niveau du recuit. On a donc cherché à optimiser ce recuit. On soupçonne des problèmes de diffusion ; il s'agirait plutôt de diffusion du N, puisqu'il ne semble y avoir aucun problème avec les sous-couches W. Cela appellerait un recuit à basse température et de courte durée. Par ailleurs, dans des cas où il ne semble pas y avoir de diffusion, la coercivité augmente avec la température de recuit. Nous avons donc testé un recuit très court à haute température soit 850°C pendant 0 minute (on refroidit l'échantillon dès que la température de 850°C est atteinte). Les résultats magnétiques sont reproduits sur la Figure 2-30. La coercivité $\mu_0 H_c$ atteint ainsi 1.7 T.

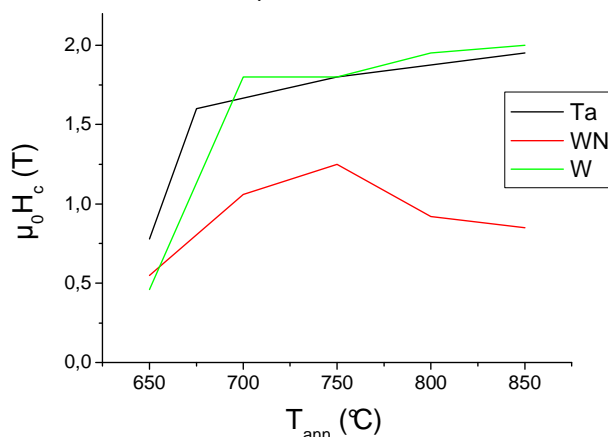
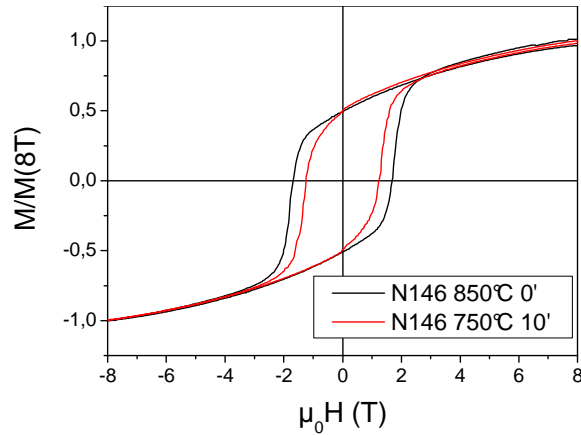
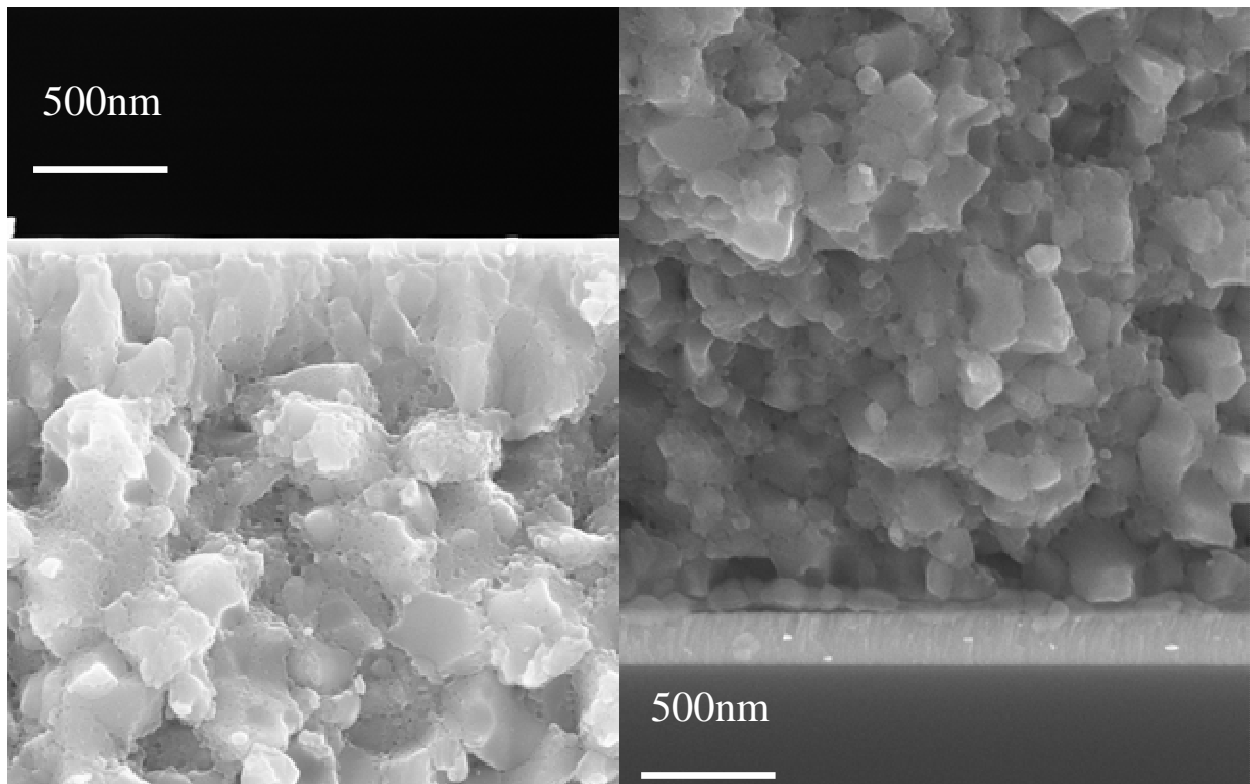


Figure 2-29 : évolution de la coercivité en fonction de la température de recuit de couche de NdFeB déposées à froid sur différentes sous couches (temps de recuit : 10 min)
(Evolution of coercivity in function of annealing temperature of NdFeB films deposited cold on different underlayers (annealing time: 10 min))



**Figure 2-30 : cycles d'hystérésis dans le plan d'une couche de NdFeB déposé à froid sur sous couche WN soumise à différents recuits
(In plane hysteresis loops of NdFeB film deposited cold on a WN underlayer with different anneals)**

On observe aussi que ce recuit entraîne une diminution de taille de grains par rapport au recuit de référence (Figure 2-31). Ceci peut avoir 2 raisons. D'abord, l'amortissement de la température par le régulateur de notre four se fait à plus haute température lorsque la consigne est 850°C plutôt que 750°C, ce qui conduit de fait à une augmentation de la vitesse de montée en température jusqu'à un certain seuil. Ensuite, au cas où il y aurait coalescence des grains pendant un recuit, la brièveté du dernier recuit ne laisse pas de temps pour que ce phénomène se développe.



**Figure 2-31 : section observée au MEB de couches de NdFeB déposées à froid sur sous-couche WN et recuites à 750°C pendant 10min (gauche) et à 850°C pendant 0 min (droite)
(SEM images of cross sections of NdFeB film deposited cold on a WN underlayer and annealed at 750°C for 10 min (left), and at 850°C for 0 min (right))**

IV.6 Homogénéité du dépôt

L'homogénéité des dépôts est quelque chose de très important si on veut les utiliser dans des applications. Pour cela, 2 dépôts de 5 μm de NdFeB ont été fait à travers un masque Si, l'un ayant été déposé à froid, l'autre à 400°C. Les trous dans le masque Si sont carrés et de dimension 4x4 mm² ; ils sont régulièrement espacés et maillent le substrat à raison de 7 trous au pas de 14 mm selon le diamètre parallèle au méplat et 13 selon le diamètre orthogonal au méplat au pas de 7 mm (le méplat est un aplatissement du substrat servant à l'orienter et est toujours placé vers le bas lors de nos dépôts). On peut ainsi faire une cartographie des dépôts. Ceux-ci ont ensuite été recuits in situ sans masque à 750°C pendant 10 min et mesuré au VSM.

La cartographie en coercivité est représentée Figure 2-32, et la zone de forte coercivité ($\mu_0 H_c > 1 \text{ T}$) a été mise en évidence. On constate d'abord qu'il y a une forte inhomogénéité en coercivité et que la zone de forte coercivité correspond aussi à la zone de fort taux de dépôt. La zone de forte coercivité du dépôt à chaud est moins étendue que celle du dépôt à froid, mais le maximum de coercivité se trouve au même endroit et les valeurs sont très proches (1.9 et 1.85 T respectivement). Cette inhomogénéité peut avoir 2 origines : la composition et la température de recuit. Ainsi on a mesuré la composition de 2 échantillons par EDX, l'un étant pris près du méplat (au maximum de coercivité), l'autre à l'opposé du substrat, et on trouve respectivement une proportion atomique de 13 % de Nd pour l'échantillon à forte coercivité et 11 % de Nd pour l'échantillon de faible coercivité. Même si ces résultats ne doivent pas être considérés comme des valeurs absolues, on rappellera tout de même que pour une composition de stoechiométrie Nd₂Fe₁₄B, on trouverait à l'EDX une proportion de 12.5 % atomique de Nd (B invisible à l'EDX).

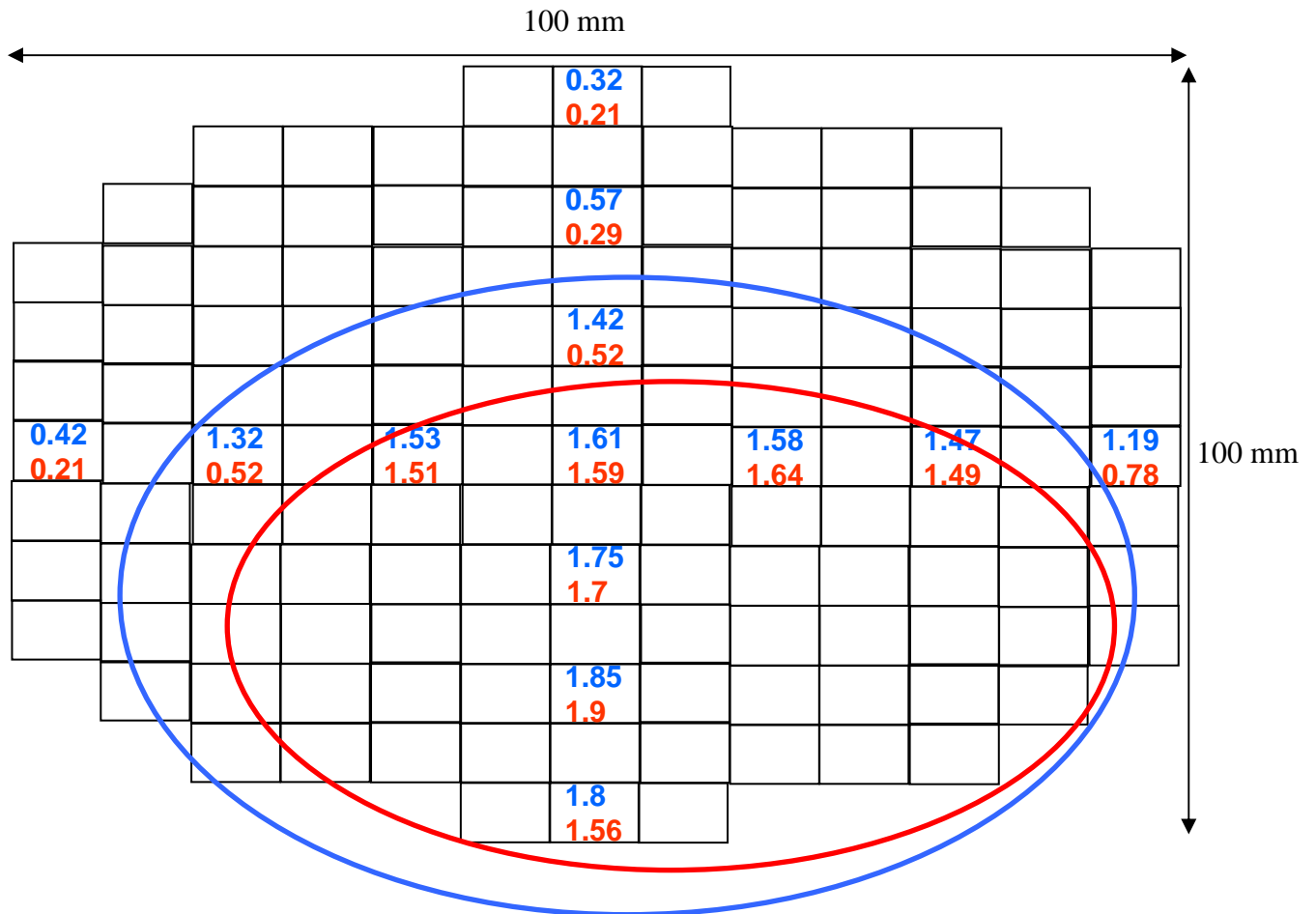


Figure 2-32 : cartographie de la coercivité de couches de NdFeB déposées à froid (haut, bleu) et à chaud (bas, rouge) selon la position sur le substrat (Coercivity mapping of NdFeB films deposited cold (top, blue) or at 400°C (bottom, red) as a function of the position on the substrate)

Enfin, on remarque sur les cycles d'hystérésis hors du plan de la Figure 2-33 qu'il y a une inhomogénéité de texture magnétique pour le dépôt à froid, tandis que celle-ci n'est pas visible pour le dépôt à chaud. Dans le cas du dépôt à 400°C, la température est régulée par un chauffage, et de plus comme on peut le constater sur la Figure 2-15, une variation en température de 50°C par exemple n'entraînera pas de forte variation de texture magnétique. Dans le cas du dépôt à froid, la température n'est pas contrôlée et le substrat chauffe à cause du plasma et du dépôt. On s'attend donc à ce que la température du substrat dans la zone de plus fort taux de dépôt soit supérieure, et c'est aussi dans cette zone proche du méplat qu'une texture hors du plan s'affirme plus, ce qui est cohérent.

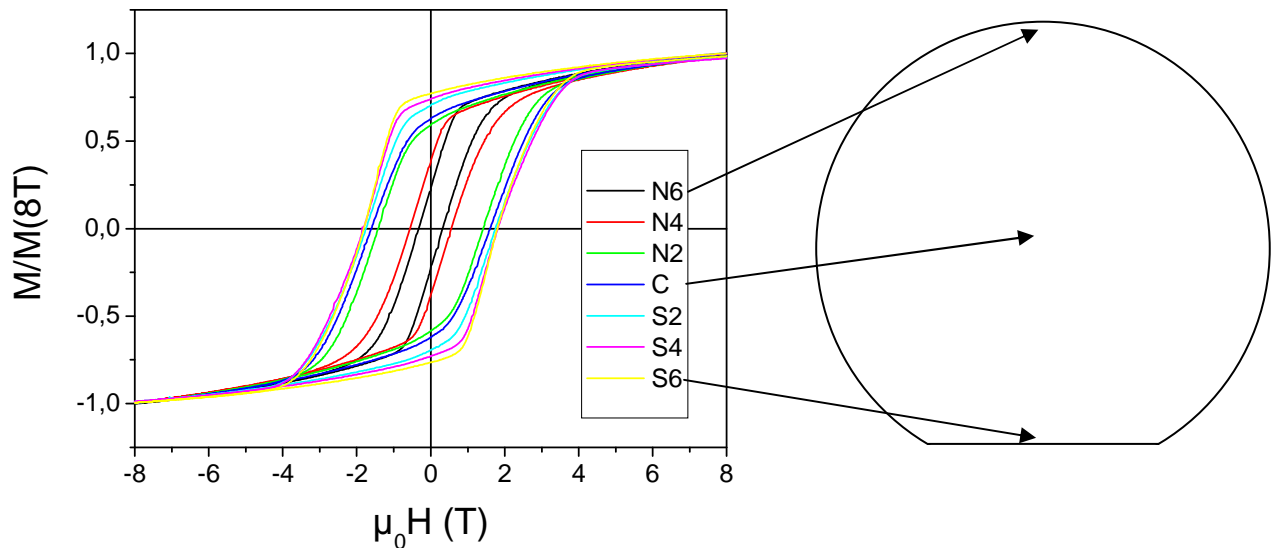


Figure 2-33 : cycles d'hystérésis normalisés hors du plan de couches de NdFeB déposées à froid selon la position sur le substrat
(Out-of-plane hysteresis loops of NdFeB films deposited cold as a function of the position on the substrate)

IV.7 Influence de la tension de la cible

Nous avons déposé une couche de NdFeB avec une tension de cible de 300 V. L'épaisseur déposée est de 5 μm nominal (calibration pour une tension de 900 V). L'épaisseur réelle mesurée sur une vue en coupe au MEB est de 2.1 μm , soit une vitesse de dépôt divisée par 2.4. L'analyse en composition par EDX montre un pourcentage de Nd très proche pour les 2 échantillons (respectivement 12.7 et 13.2 % de Nd pour 300 et 900V). La courbe d'hystérésis du dépôt à 300 V après recuit ex situ à 750°C pendant 10 min est montrée Figure 2-34. Par rapport au dépôt à 900 V, la coercivité est comparable, mais il y a une nette texture hors du plan. Toutefois, nous avons vu en comparant les Figure 2-15, Figure 2-19 et Figure 2-33 que la texture des dépôts à froid n'est pas parfaitement maîtrisée.

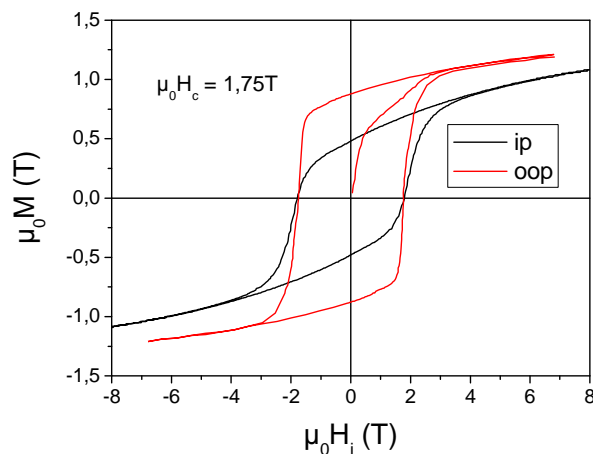


Figure 2-34 : cycle d'hystérésis d'une couche de NdFeB déposées à froid sous une tension de pulvérisation de 300 V et recuite à 750°C pendant 10 min
(Hysteresis loops of a NdFeB film deposited cold with a sputtering voltage of 300 V and annealed at 750°C for 10 min)

IV.8 Problèmes mécaniques

Pour les échantillons dont les résultats sont montrés Figure 2-15, c'est-à-dire des échantillons déposés et recuits pleine plaque à 750°C pendant 10', une partie importante de la couche (région centrale de diamètre 3 cm) se décolle du substrat pendant le recuit et/ou le refroidissement.

Ces problèmes mécaniques peuvent s'expliquer par diverses hypothèses. D'abord, les comportements thermiques du substrat et de la couche sont différents : la dilatation thermique d'une couche déposée amorphe de NdFeB a été mesurée par Kapitanov [11] et est montrée Figure 2-8. On voit en particulier un comportement anormal dû à la cristallisation (courbe montante, vers 580°C) et à plus basse température (200-300°C) à cause de l'effet Invar.

D'autre part, des observations par microscopie électronique montre que des cavités se créent entre la couche Ta et le Si (Figure 2-35). Ceci semble être dû à une diffusion du Si dans le Ta. La sous couche se décompose en 2 parties et des analyses EDX locales par MET montre que la partie à l'interface avec le NdFeB est du Ta pur, tandis que la partie du côté du substrat est un mélange Ta-Si.

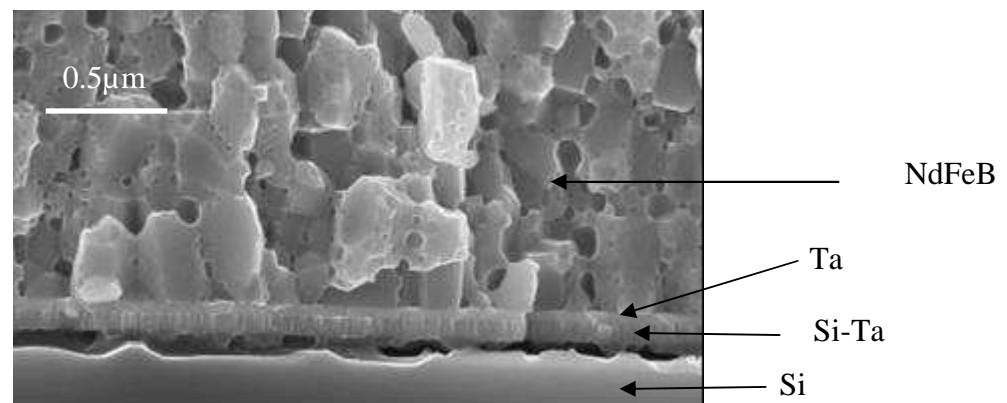


Figure 2-35 : vue MEB d'une couche de NdFeB avec sous couche Ta déposée sur Si et recuite à 750°C pendant 10 min
(SEM of a NdFeB film with a Ta underlayer deposited on a Si substrate and annealed at 750°C for 10 min)

Pour éviter ce problème de décollement de la couche magnétique, plusieurs solutions sont envisagées. Le NdFeB déposé sur des substrats chauffés à des températures supérieures à 500°C cristallise pendant le dépôt, toutefois certaines conditions, décrites dans le paragraphe suivant, sont requises pour obtenir de fortes coercivités. Si on recuit des dépôts localisés (soit parce que le dépôt a été fait à travers masque, soit parce que le dépôt a été gravé), la couche ne se décolle pas. De plus, les observations MEB menées sur ces échantillons n'ont quasiment pas révélé la présence de cavités à l'interface Ta-Si. Leur formation est peut être favorisée par des contraintes importantes.

IV.9 Couche très épaisses

Comme nous l'avons vu précédemment, nous pouvons avoir un certain nombre de problèmes mécaniques, qui s'amplifient lorsque les épaisseurs de dépôt augmentent. Aussi, afin de réaliser des couches très épaisses (jusqu'à 100 µm), avons-nous tenté de déposer des couches

dans des conditions telles qu'un recuit devient inutile. D'après Linetsky [40], les couches déposées à $T_{\text{sub}} \geq 500^\circ\text{C}$ sont cristallisées directement. Toutefois, elles présentent des coercivités inférieures aux couches déposées amorphes puis recuites. Nous avons déjà réalisé un dépôt à 500°C pleine plaque. La diffraction des rayons X montre que cette couche est cristallisée et présente une coercivité de 0.2-0.3 T suivant la position sur le substrat. L'optimum de coercivité trouvé par Linetsky se trouve dans une gamme étroite de température de dépôt autour de $550\text{-}575^\circ\text{C}$ et a été obtenu avec les cibles les plus enrichies en terres rares. Il note aussi une dégradation de la texture hors du plan par rapport aux couches déposées amorphes à haute température puis recuite.

Afin de déposer des couches épaisses, nous avons donc enrichi une cible en terre rare, en collant un morceau de Pr sur une de nos cibles NdFeB. Le Pr a été choisi car la substitution de Nd par du Pr change peu les propriétés magnétiques. En effet, le PrFeB possède des propriétés comparables en termes d'anisotropie magnétocristalline et d'aimantation à température ambiante ($\mu_0 M_s = 1.4$ T au lieu de 1.6 T pour le NdFeB). Il présente cependant des propriétés différentes en fonction de la température, et il sera donc intéressant d'étudier le comportement en température de notre alliage avec Pr par rapport à l'alliage sans Pr.

Nous avons déposé à travers le masque de Si précédemment utilisé 3 films de NdPrFeB à 550°C d'épaisseurs respectives 5, 20 et $50\ \mu\text{m}$. Les couches adhèrent bien au substrat et, sans recuit, présentent les propriétés magnétiques affichées sur la Figure 2-36. Il y a une évolution dans la rémanence telle qu'elle a été évaluée, et qui peut être due à un décalage en composition. L'analyse EDX de la couche de $50\ \mu\text{m}$ a mesuré des pourcentages de 15, 5 et 80 % respectivement pour le Nd, le Pr et le Fe. Les analyses EDX sont trop peu sensibles pour voir une différence de composition significative entre les 3 couches.

Nous avons donc obtenu des couches très épaisses, coercitives ($\mu_0 H_c \approx 1.5$ T) et adhérente sur Si et cela sans recuit.

Néanmoins, comme nous le voyons sur les vues en coupe au MEB (Figure 2-37), ces couches présentent une rugosité importante, ce qui peut être un inconvénient si on veut réaliser, par exemple, un micromoteur avec des entrefers faibles.

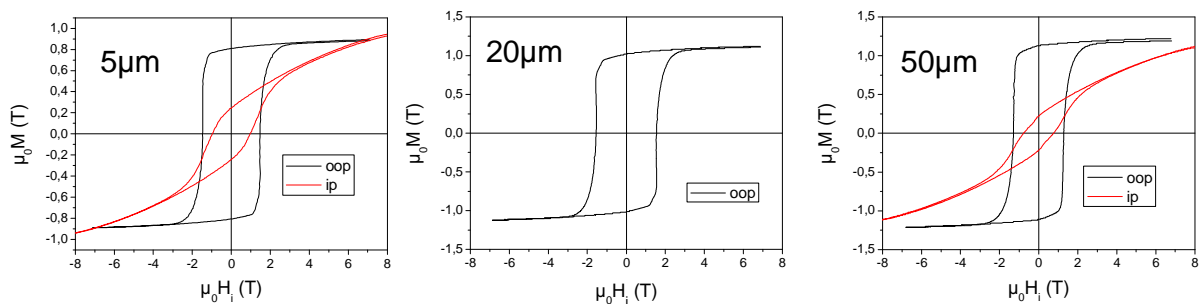


Figure 2-36 : cycles d'hystérésis de couches de NdPrFeB d'épaisseurs 5, 20 et $50\ \mu\text{m}$ déposées à 550°C (Hysteresis loops of 5, 20 and $50\ \mu\text{m}$ thick NdPrFeB films deposited at 550°C)

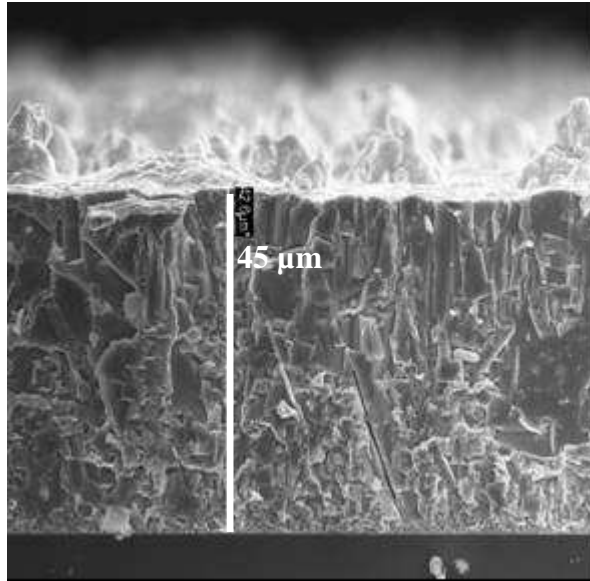


Figure 2-37 : vue en coup d'une couche de NdPrFeB de 50 μm d'épaisseur déposée à 550°C (SEM cross section view of a 50 μm thick NdPrFeB film deposited at 550°C)

Des figures de pôles ont été réalisées sur l'échantillon d'épaisseur 50 μm (Figure 2-39). Conformément à ce qu'on pouvait supposer grâce au diagramme de diffraction X en θ - 2θ , dans lequel la raie 105 est beaucoup plus intense que toutes les autres (Figure 2-38), on observe une texture 105. La distribution de positions angulaires de l'orientation 006 semble former un pic et non un anneau, et la position de ce pic pourrait être déterminée par la direction de pulvérisation.

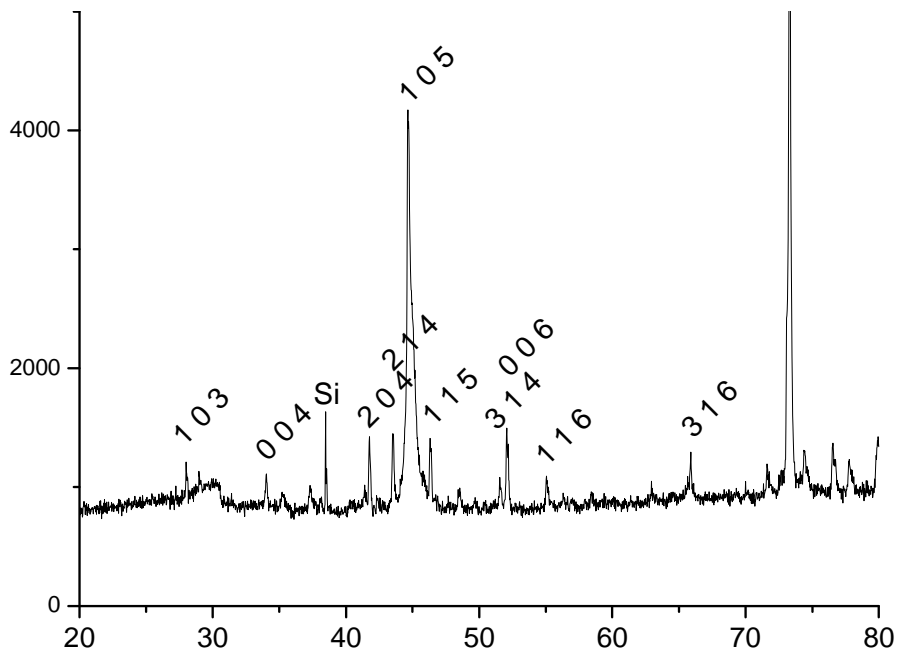


Figure 2-38 : diagramme de diffraction X d'une couche de 50 μm de NdPrFeB déposée à 550°C (X ray diffraction pattern of a 50 μm thick NdPrFeB film deposited at 550°C)

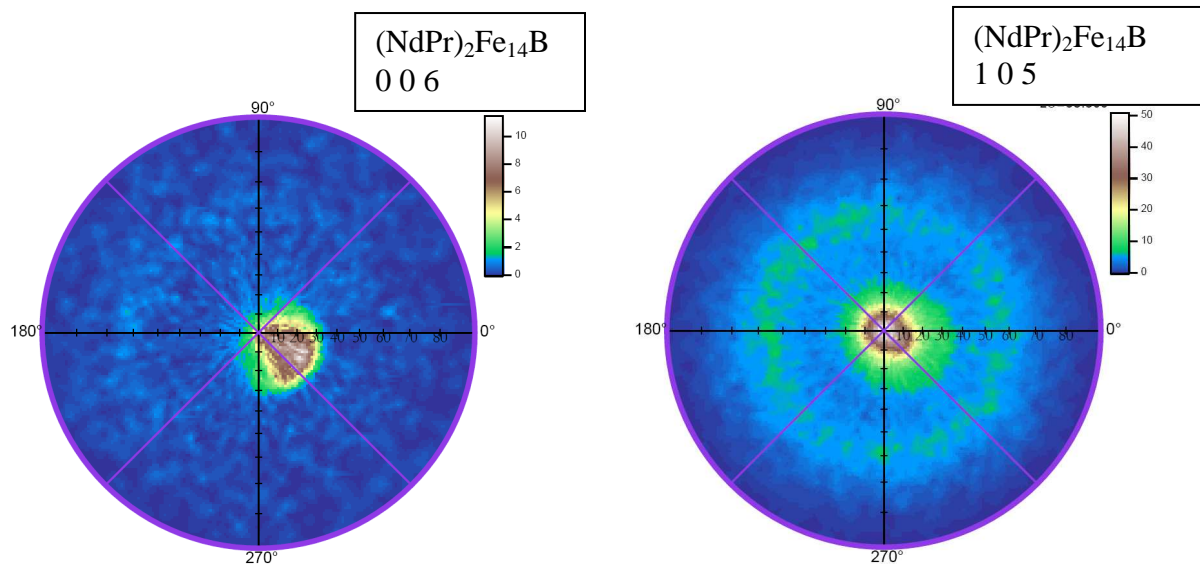


Figure 2-39 : figures de pole des raies 006 et 105 d'une couche de NdPrFeB de 50 μm déposée à 550°C (006 and 105 pole figures of a 50 μm thick NdPrFeB deposited at 550°C)

IV.10 Mécanisme de coercivité

Compte tenu de la taille des grains de nos échantillons par rapport à des grains mono-domaine (300 nm), on peut penser que dans l'état vierge on a à la fois des grains mono-domaine et des grains poly-domaine. Si on suppose qu'il n'y a aucun mécanisme de piégeage à l'intérieur des grains de NdFeB, les parois se déplacent facilement à partir du moment où elles existent, et donc on aura une forte susceptibilité qui correspond à l'aimantation des grains poly-domaines lorsque soumis à un faible champ. Les grains mono-domaines sont, eux, plus difficiles à aimanter étant donné qu'il faut retourner en même temps tous les moments magnétiques du grain. D'où l'existence d'une partie à faible susceptibilité qui correspond à l'aimantation des grains mono-domaine. Evidemment, pour avoir une courbe de première aimantation telle que sur la Figure 2-15, il faut que les grains soient découplés entre eux, sinon, le renversement d'aimantation par propagation de paroi se transmettrait d'un grain poly-domaine aux grains mono-domaine voisins. On constate que plus la taille des grains est petite, plus la partie haute susceptibilité est réduite par rapport à la partie faible susceptibilité car plus la taille des grains est petite plus il y a de grains mono-domaine.

La forme de ces courbes de première aimantation pourrait aussi s'expliquer par un mélange entre les mécanismes de nucléation-propagation et de piégeage. Les seuls objets observés pouvant constituer des sites de piégeages sont les trous situés aux joints de grains. Les grandes cavités (quelques 100 nm) ne sont pas susceptibles d'agir comme des sites de piégeage : pour piéger effectivement les parois, les défauts doivent être de l'ordre de grandeur de la largeur des parois de domaine, soit 5 nm pour le NdFeB [41]. Les pores de taille nanométrique observés pourraient constituer des sites de piégeage, mais leur densité semble décroître alors que la contribution de basse susceptibilité augmente.

Il convient maintenant d'expliquer le mécanisme de découplage des grains. Souvent, du Nd est mis en excès dans les aimants NdFeB et un traitement idoine est appliqué de manière à obtenir une couche riche en Nd tout autour des grains de la phase 2-14-1 afin de découpler magnétiquement les grains et d'obtenir de fortes coercivités [4]. Ce découplage a été mis en évidence par Mishra par MET [42]. Herbst souligne qu'étant donné son épaisseur souvent faible (jusqu'à 2 nm dans certains aimants NdFeB [43]), cette phase intergranulaire riche en Nd est difficile à étudier.

Sur nos vues MEB, il n'y a aucun signe d'une phase intergranulaire, aussi des échantillons ont-ils été préparés pour des études MET menées par des collaborateurs de l'IFW à Dresdes (O. Gutfleisch et al). Les observations MET n'ont pas mis en évidence de phase intergranulaire riche en Nd, comme l'illustre la Figure 2-40.

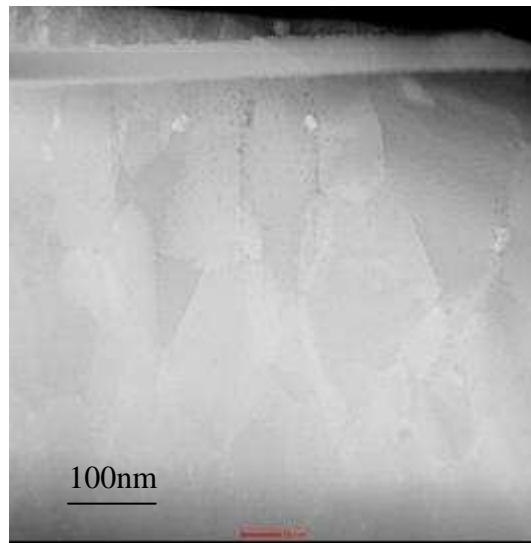


Figure 2-40 : vue MET d'une couche de NdFeB déposée à 400°C et recuite à 750°C pendant 10 min (O. Gutfleisch, IFW Dresden)
(TEM view of a NdFeB film deposited at 400°C and annealed at 750°C for 10 min (O. Gutfleisch, IFW Dresden))

Le mécanisme de découplage est donc pour l'instant non confirmé, cependant quelques remarques peuvent être faites. Premièrement, la répartition tout autour des grains s'obtient couramment en recuisant à assez haute température pour qu'une phase eutectique liquide riche en Nd se forme [4]. La température de cet eutectique a été évaluée par Matsuura à 665°C [44], ce qui est proche, comme on l'a vu, de la température à partir de laquelle on développe une forte coercivité pendant le recuit. De plus, sur certains échantillons, on peut parfois voir en surface après recuit des motifs dont la composition, évaluée par EDX, est très riche en Nd (70 at %), ce qui peut laisser supposer que la phase eutectique se forme et que dans certains cas, elle est éjectée à la surface de l'échantillon pendant le recuit.

Lorsqu'on a testé l'homogénéité des propriétés magnétiques des dépôts, on a vu que la composition semble jouer un rôle primordial pour la coercivité et qu'une teneur trop faible en Nd entraîne une chute de coercivité, ce qui va dans le sens de notre hypothèse précédente. Par ailleurs, pour expliquer la différence d'aire de forte coercivité entre les 2 dépôts, on a cherché à voir s'il y a, pour une même position, une différence de composition entre un dépôt à chaud et un dépôt à froid. Les résultats EDX ne sont pas concluants. Néanmoins, on peut se dire que si le mécanisme de coercivité est le découplage des grains par une phase intergranulaire riche en Nd, étant donné que les grains sont plus petits pour l'échantillon déposé à chaud, la surface à couvrir est plus importante et donc une quantité plus importante de Nd est requise pour couvrir entièrement les grains.

Enfin, comment expliquer la dégradation de la coercivité avec la diminution de la vitesse de montée en température. Là encore, la raison est sans doute à trouver au niveau des joints de grain. On peut, par exemple, imaginer que les grains se forment, grossissent et entrent en contact à une température inférieure à celle de la formation de l'eutectique et que lorsque

celui-ci se forme il n'est pas à même de les couvrir entièrement et d'isoler les grains entre eux.

V Films de SmCo

V.1 Généralités

Nous utiliserons par défaut le Cr comme sous couche, comme cela a été le plus couramment fait précédemment [29][30][31][32], et nous déposerons des films de SmCo en testant l'influence de la température de dépôt et du traitement thermique. Comme nous l'avons vu dans le cas du NdFeB, il y a un décalage entre la composition de la cible et celle de la couche. Nous ignorons quelle est la bonne composition de la cible de SmCo, par souci d'économie, nous avons donc d'abord travaillé avec des cibles plus petites, à savoir de 3 cm de diamètre, au lieu de cibles carrées de 10 cm de côté. Des analyses EDX faites sur des couches de NdFeB réalisées avec des cibles des 2 tailles montrent qu'il y a très peu d'écarts de composition quand on change la taille de la cible. Une fois la bonne composition trouvée, on a continué nos travaux sur une cible de taille standard, ce qui permet d'augmenter la vitesse de dépôt environ d'un facteur 5 et permet d'améliorer l'homogénéité du dépôt. Les vitesses de dépôt sont environ de 1 et 5 nm/s respectivement pour une petite cible et une grande cible. Plusieurs compositions de cible ont été essayées et celle retenue est une composition riche en Sm : $\text{Sm}_{23.5}\text{Co}_{76.5}$. Nous avons testé des alliages avec des proportions différentes entre terre rare et métaux de transition, mais la composition des couches obtenues avec ces alliages ne permettaient pas d'obtenir les phases cristallographiques souhaitées.

V.2 Couches de SmCo obtenues avec une cible de 3 cm de diamètre

Des films de SmCo de 5 μm ont été déposés pleine plaque à différentes températures ($T_{\text{sub}} \leq 600^\circ\text{C}$) et avec une sous-couche et une couche de protection de 50 nm de Cr. En raison de l'inhomogénéité des dépôts, notamment en composition, les résultats proviennent tous de la même zone du substrat, zone proche du méplat, pour laquelle les propriétés magnétiques mesurées sont les meilleures. Les coercivités des couches peuvent varier d'un facteur 5 entre la zone optimale et la zone qui en est la plus éloignée.

Les couches déposées à des températures inférieures à 500°C adhèrent bien au substrat et ne présentent pas de cassures ; quelques cassures apparaissent pour un dépôt à 500°C , et à 600°C le film est presque entièrement parti du substrat, aussi aucun résultat ne sera présenté pour ce dernier dépôt. En revanche, tous les films cassent pendant un recuit.

Nous avons tenté d'évaluer les contraintes dans nos couches de SmCo en mesurant la flèche du substrat. Cette flèche a été mesurée par profilomètre sur des morceaux d'environ 1 cm de côté, et les contraintes en ont été déduites par la formule de Stoney [45]. Celles-ci varient selon la direction de mesure et sont représentées Figure 2-41. Des contraintes de l'ordre de 400 MPa sont élevées, surtout pour des épaisseurs de plusieurs microns, elles déforment considérablement le substrat et peuvent entraîner des cassures dans la couche ou dans le substrat, ce qui est le cas pour les dépôts à $T_{\text{sub}} \geq 500^\circ\text{C}$.

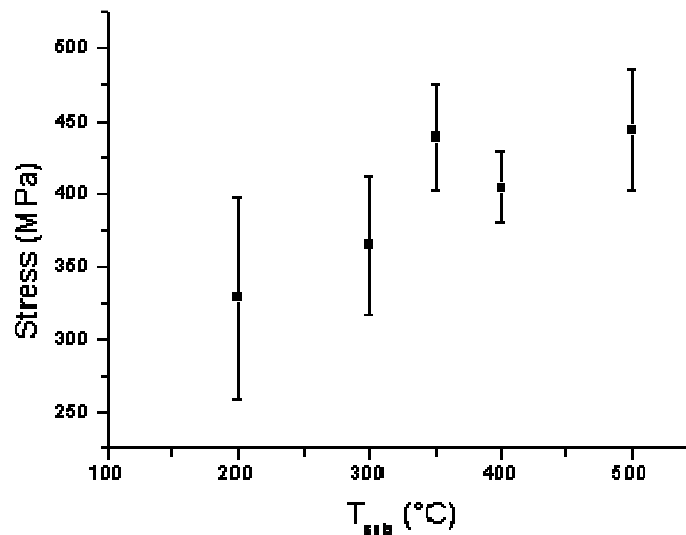


Figure 2-41 : contraintes dans des couches de SmCo déposées à différentes températures (Stress in SmCo films deposited at different temperatures)

Propriétés cristallographiques

Les diagrammes de diffraction sont montrés Figure 2-42. On voit que jusqu'à 300°C, les films sont amorphes et cristallisent à partir d'une température de dépôt de 350°C. Les pics de diffraction correspondent à ceux de la phase TbCu₇ ainsi que ceux de la phase Th₂Zn₁₇ pour l'échantillon déposé à 500°C. Une température de cristallisation de 350°C pendant le dépôt est proche de ce qui a été observé dans la littérature.

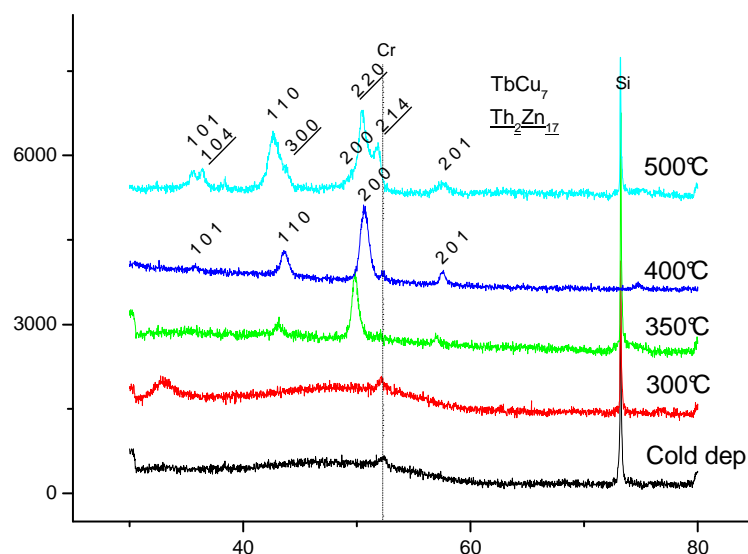


Figure 2-42 : diagrammes de diffraction X de couches de SmCo de 5 μm déposées à différentes températures (X ray diffraction patterns of 5 μm thick SmCo film deposited at different temperatures)

La position des pics varient, ce qui traduit une différence de paramètre de maille et une différence de composition, et comme l'indique Kumar, la substitution de Sm par des paires de Co, orientées selon l'axe c, entraîne une augmentation du paramètre c et une diminution du paramètre a [6]. Ainsi, pour $T_{\text{sub}}=350^\circ\text{C}$, le paramètre a (le seul pouvant être évalué de manière fiable compte tenu des pics détectés) a pour valeur 4.89 Å et 4.82 Å pour

$T_{\text{sub}}=400^{\circ}\text{C}$, ce qu'on peut interpréter comme une augmentation de la teneur en Co entre 350 et 400°C . Ce paramètre augmente à 4.9 \AA pour $T_{\text{sub}}=500^{\circ}\text{C}$, ce qui signifie que la phase TbCu_7 s'appauvrit en Co par rapport à $T_{\text{sub}}=400^{\circ}\text{C}$. Ceci est sans doute dû à l'apparition de la phase Th_2Zn_17 , plus riche en Co.

Une explication possible de ce phénomène pourrait être que le Sm se condense difficilement sur une surface chaude, ce qui peut être relié à la très faible pression de vapeur saturante du Sm. Néanmoins, cette hypothèse est contredite par les analyses EDX qui donnent une teneur en Sm de 14.42, 12.76 et 14.15 % atomique pour, respectivement, $T_{\text{sub}}=350$, 400 et 500°C .

Enfin, on constate que les pics présents et leur intensité relative varient fortement en fonction de la température de dépôt. Ainsi, le pic 110, peu présent pour $T_{\text{sub}}=350^{\circ}\text{C}$, a une intensité croissante par rapport au pic 200 quand T_{sub} augmente. Les pics 101 et 201, qui ne correspondent pas à une texture dans le plan, sont très faibles ou inexistantes à 350°C et leur intensité relative augmente lorsque T_{sub} augmente. Sur les figures de pôle des pics 110 et 200 de la phase TbCu_7 , on constate qu'à 350°C , le film a une texture proche d'une texture 200. Cette texture évolue vers une texturation 110 à 500°C . A haute température de dépôt, la texture 110 est très faible, avec une intensité maximum de 8 cps, tandis que pour $T_{\text{sub}}=350^{\circ}\text{C}$, l'intensité maximale est de 70cps pour la raie 200. Dans le cas isotrope, le rapport d'intensité entre raies 110 et 200 est de 2/3 (Figure 2-43).

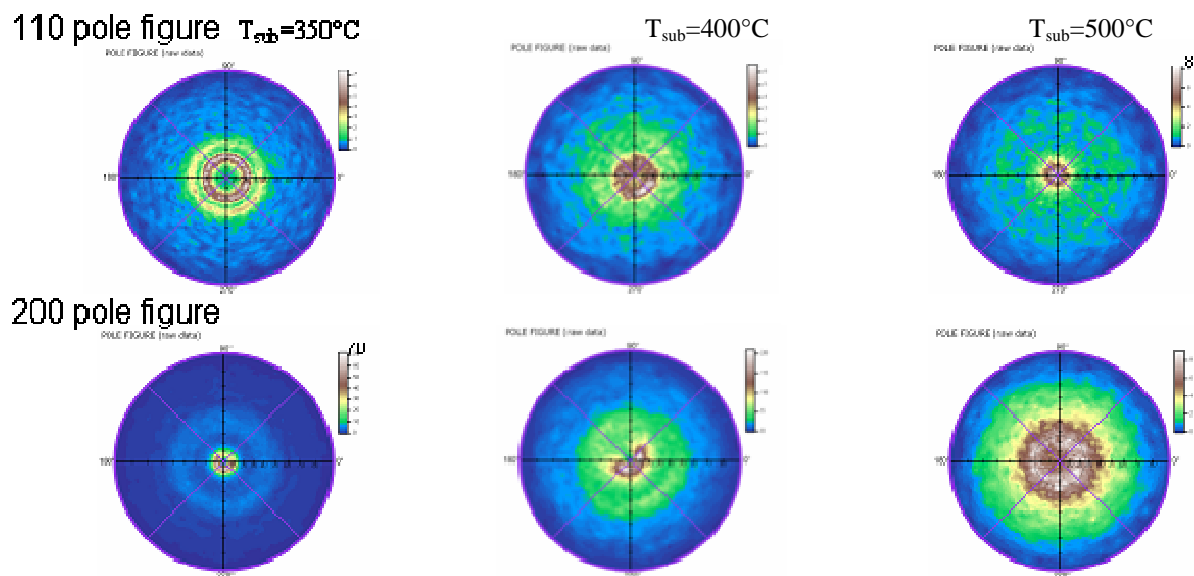


Figure 2-43 : figures de pôles des pics de diffraction 110 et 200 de la phase TbCu_7 en fonction de la température de dépôt
(TbCu_7 110 and 200 pole figures of SmCo films as a function of deposition temperature)

Propriétés magnétiques

Les cycles d'hystérésis sont cohérents avec les données cristallographiques. Les couches amorphes, déposées jusqu'à 300°C , sont magnétiquement douces, tandis que les couches cristallisées sont dures. On observe une texture magnétique dans le plan, forte pour $T_{\text{sub}}=350^{\circ}\text{C}$ et qui se dégrade lorsque la température de dépôt croît. D'autre part, le film déposé à 500°C présente 2 phases magnétiques, facilement visibles dans le cycle dans le plan. Pour finir, la coercivité $\mu_0 H_c$ atteint 1.3 T pour le dépôt à 350°C et diminue avec la température de dépôt (Figure 2-44). Cette dégradation de texture et de coercivité en fonction de la température de dépôt n'a pas été observée auparavant, et, par exemple, Aly fait référence

à des couches avec d'excellentes propriétés magnétiques et une forte texture dans le plan pour une température de dépôt entre 600 et 650°C [24].

La température de dépôt optimale pour notre procédé est donc 350°C, autant du point de vu de la texture que du point de vu de la coercivité, et les films ont une coercivité assez grande pour être utilisés sans recuit post-dépôt. Cette température est compatible avec les process dits « above-IC » (fabrication de MEMS par-dessus un circuit intégré), ce qui est un avantage. Toutefois, dans un premier temps, le MEMS envisagé ne sera pas intégré above-IC.

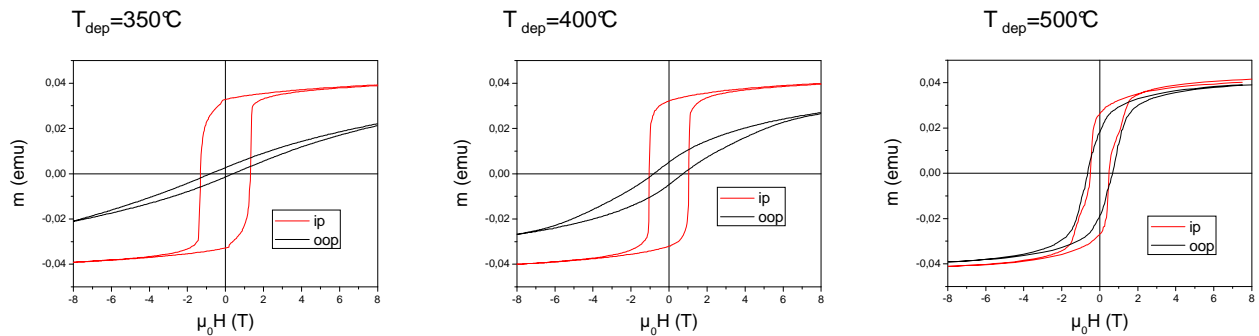


Figure 2-44 : cycles d'hystérésis de couches de SmCo de 5 μm en fonction de la température de dépôt (Hysteresis loops of 5 μm thick SmCo films as a function of deposition temperature)

Une étude de l'influence des conditions de recuit a été menée, néanmoins, en raison de l'inhomogénéité en composition du film ainsi que de la cassure du film pendant les recuits (ce qui peut affecter la reproductibilité du recuit), cette étude n'est pas présentée ici.

Toutefois, on observe sur des échantillons déposés à froid et recuits à différentes températures pendant 10 minutes, une faible coercivité à partir de 600°C ($\mu_0H_c < 1T$) et une forte coercivité (μ_0H_c autour de 1.4 T) entre 700 et 800°C. La Figure 2-45 présente les courbes d'hystérésis dans le plan de films déposés à différentes températures et recuits à 750°C pendant 10 min. Les couches douces dans l'état « as deposited » sont dures après recuit et celles déjà dures après dépôt développent une plus grande coercivité et une plus grande rectangularité. Le film présentant la plus forte coercivité et la plus forte texture dans le plan est toujours celui déposé à 350°C.

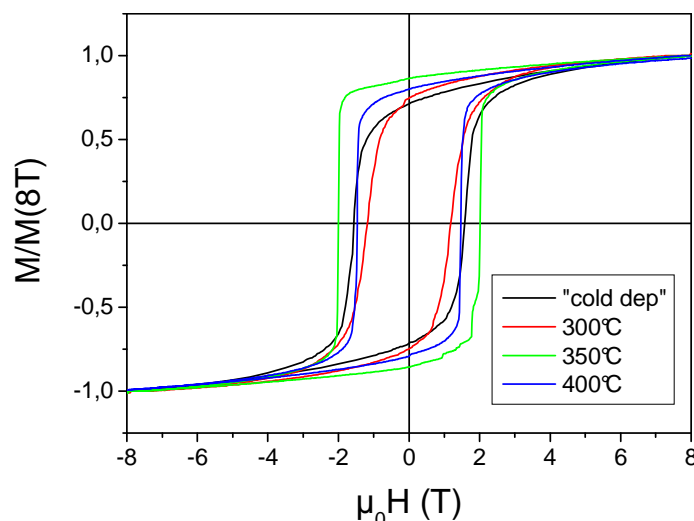


Figure 2-45 : cycles d'hystérésis dans le plan de couches de SmCo de 5 μm déposés à différentes températures après recuit à 750°C pendant 10 min (In plane hysteresis loops of 5 μm thick SmCo films deposited at different temperatures after annealing at 750°C for 10 min)

Microstructure

En raison de la faible taille des grains, la microstructure est difficilement observable par MEB. Une structure est néanmoins visible pour le dépôt à 500°C et la Figure 2-46 présente des vues en coupe (cassure par clivage du substrat) et des vues de dessus après usinage ionique de la couche de Cr. Par ailleurs, les couches ont été observées par AFM. La couche déposée à froid et non recuite présente une surface quasiment lisse (RMS=8 Å), tandis que celles cristallisées pendant le dépôt présente une certaine rugosité. La rugosité des couches déposées à 350 et à 400°C est sensiblement la même et se situe autour de 20 Å. Le film déposé à 500°C présente une structure plus grossière avec des grains d'une taille typique de 100 nm, comme on peut aussi le constater par vue MEB. La phase $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ constitue vraisemblablement ces gros grains, vu que, d'après la largeur des pics du diagramme de diffraction, les grains constitutifs de cette phase sont beaucoup plus gros que ceux de la phase TbCu_7 .

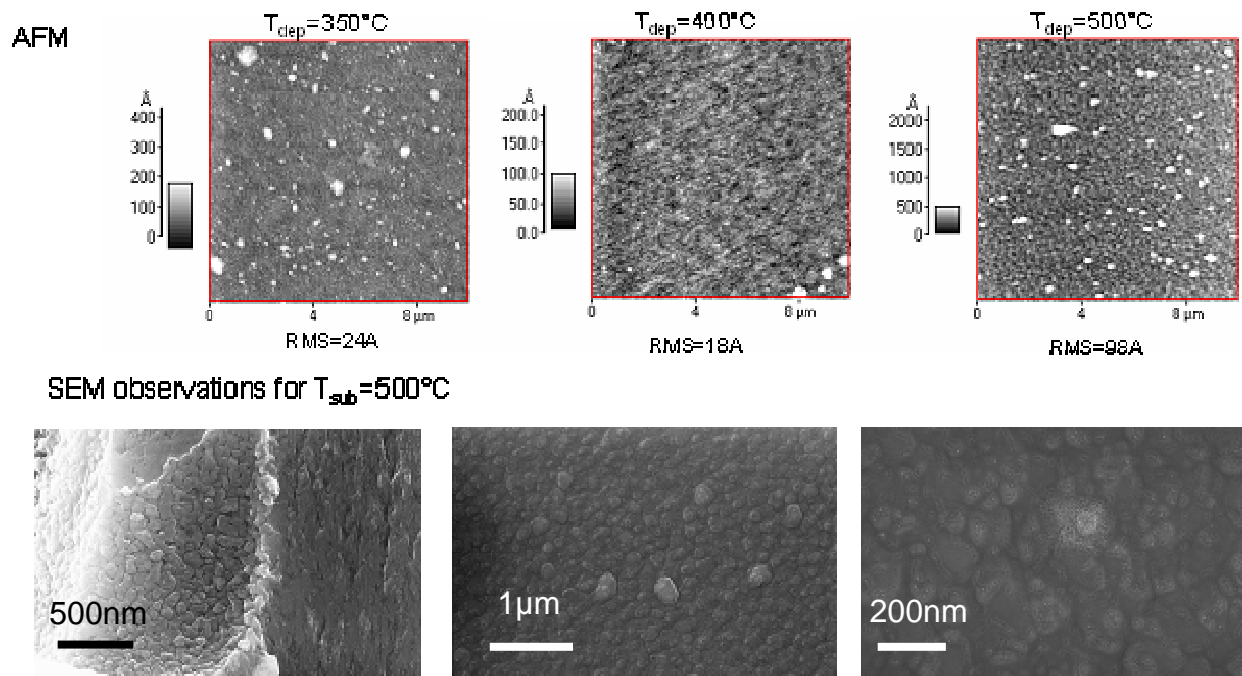


Figure 2-46 : images AFM de la surface de couches de SmCo déposées à différentes températures et observation MEB d'une couche déposée à 500°C, vue en coupe (gauche) et vue de dessus (centre, droite) après gravure de la couche protectrice de Cr
(AFM images of SmCo film surfaces as a function of deposition temperature and SEM top view (left) and cross section views (centre, right) of a SmCo film deposited at 500°C, after Cr top layer removal)

V.3 Couches de SmCo obtenues avec une cible de 9x9cm²

Après cette étude, la priorité avec une cible de taille standard a été de trouver la nouvelle température de dépôt optimale (350°C dans le cas de la petite cible). Aussi, 3 dépôts de SmCo ont été faits à des températures respectivement de 350, 375 et 400°C. Ces dépôts présentent l'architecture suivante : Si / Ta (100 nm) / SmCo (5 µm) / Ta (100 nm). Dans ce cas, le Ta a été utilisé comme sous-couche et couche de protection, car un dépôt avec la petite cible de SmCo a montré qu'il n'y a pas de différences notables entre le Cr et le Ta. De plus nous avons à disposition une cible de 10x10 cm² de Ta, alors que pour le Cr, nous n'avons qu'une cible de diamètre 3 cm.

Les 3 dépôts adhèrent bien sur le substrat et ne présentent pas de cassure, sauf après un éventuel recuit.

Propriétés cristallographiques

Les diagrammes de diffraction RX montrent que tous les films sont (au moins partiellement) cristallisés et on ne voit que des raies du type $hk0$, ce qui montre la présence d'une texture dans le plan (Figure 2-47). De plus on observe à nouveau un phénomène pointé dans le paragraphe précédent : à 350°C, on n'observe que les raies $h00$ puis la raie 110 apparaît et son intensité augmente par rapport à celle du pic 200 au fur et à mesure que T_{sub} augmente.

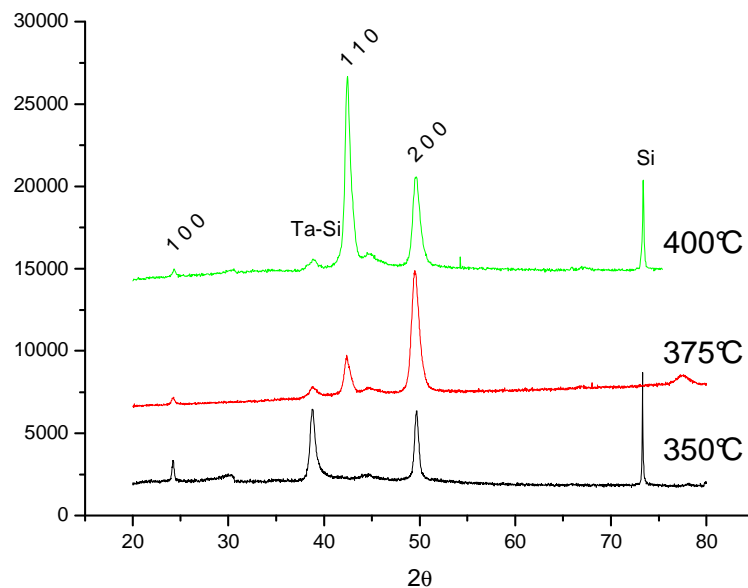


Figure 2-47 : diagrammes de diffraction X de couches de SmCo de 5 μm déposées à différentes températures et indexation des pics de la phase TbCu_7
(X ray diffraction patterns of 5 μm thick SmCo films deposited at different temperature and indexation of TbCu_7 phase peaks)

Des figures de pole ont été réalisées sur les échantillons déposés à 350°C et 400°C. On observe qu'à 350°C, il y a une forte texturation 200. Dans le cas de l'échantillon déposé à 400°C, sur la partie du substrat proche du méplat, la distribution de l'orientation 200 s'écarte de la direction orthogonale principalement selon 3 orientations (indiquées par des flèches sur la Figure 2-48) à 120° l'une de l'autre et à 20° de la direction orthogonale. La distribution de l'orientation 110 se décompose en 3 parties (indiquées par une flèche) situées à 30° dans un sens et dans l'autre des positions des orientations 200. Ces 2 parties sont elles aussi inclinées d'environ 20° selon un axe dans le plan de la couche. L'axe c n'est donc plus dans le plan et il est orienté selon 3 directions du plan à 120° l'une de l'autre. L'une des orientations étant plus marquée que les autres, de faibles différences peuvent être constatées dans les courbes d'hystérésis selon l'orientation de la mesure dans le plan. Ces figures de pôle ont été réalisées sur une partie du substrat proche du méplat, et cette orientation préférentielle dans le plan n'a pas été mesurée sur un échantillon provenant du centre du substrat. Elle peut être due soit à l'angle de dépôt, soit à des champs magnétiques présents dans le bâti. Le fait que les figures de pole réalisées au centre du substrat ne montrent pas d'orientation préférentielle dans le plan, semble indiquer que l'angle d'incidence du dépôt a un rôle dans le phénomène constaté.

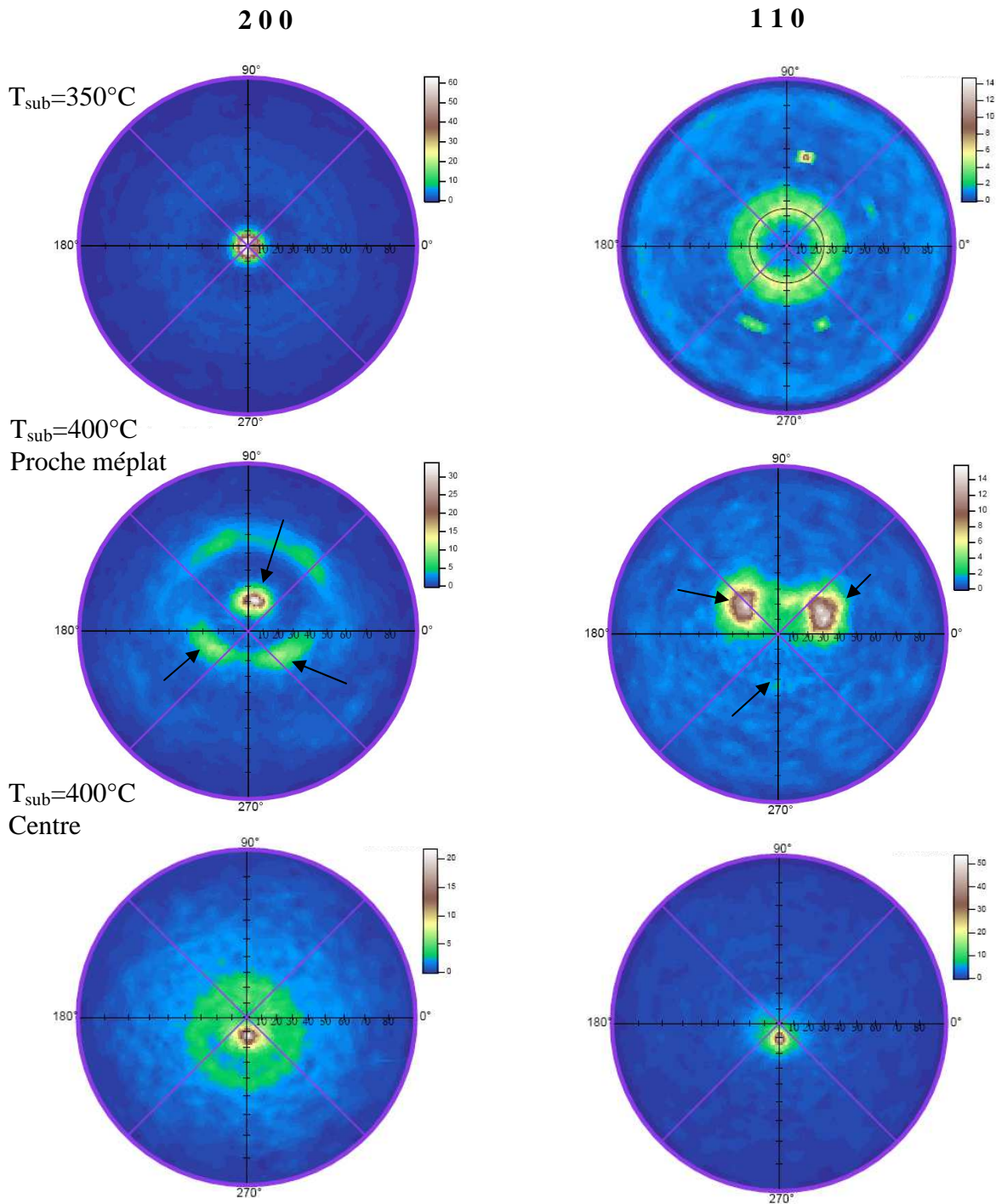


Figure 2-48 : figures de pôles réalisées sur des couches de SmCo déposées à 350°C (pic 200) et 400°C (pics 200 et 110)
(200 and 110 pole figures of SmCo films deposited at 350°C and 400°C)

Propriétés magnétiques

La Figure 2-49 montre les courbes d'hystérésis dans le plan de ces films pris au centre du substrat. On voit que le meilleur échantillon tant au point de vue de la coercivité que de la rectangularité est celui déposé à 400°C. Les propriétés magnétiques de ces couches ne sont pas homogènes sur tout le substrat. Les couches déposées à moins de 400°C présentent une

phase douce en certains endroits sur le substrat, ce qui n'est pas le cas de l'échantillon déposé à 400°C.

Les couches déposées à 350 et 375°C ne sont pas totalement cristallisées sur toute l'étendue du substrat. La zone centrale présente un comportement magnétique entièrement dur qui est montré sur la Figure 2-49, mais, dès qu'on s'éloigne de cette zone, les films présentent à la fois une phase dure et une phase douce. Si on recuit un échantillon déposé à 350°C par exemple à 600°C pendant 10', on peut supprimer cette phase douce et développer une plus forte coercivité (Figure 2-50). Cependant, on perd en rectangularité du cycle d'hystérésis dans le plan, et sur un diagramme de diffraction X, on voit apparaître des pics correspondant à des orientations de l'axe c hors du plan (pics 201 et 211) (Figure 2-51).

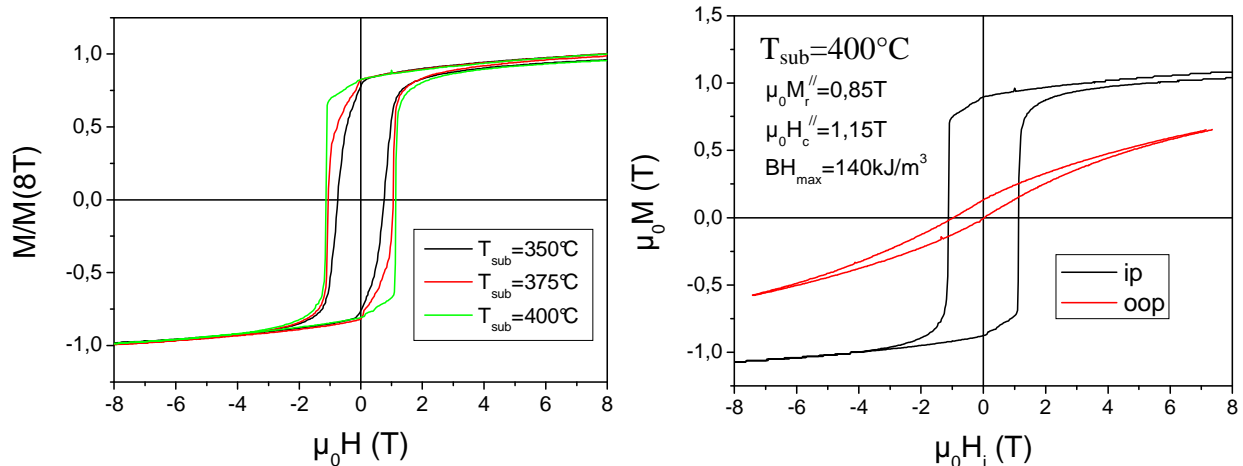


Figure 2-49 : cycles d'hystérésis dans le plan de couches de SmCo déposées à différentes températures et cycles d'hystérésis dans et hors du plan d'une couche de SmCo déposée à 400°C
(In plane hysteresis loops of SmCo films deposited at different temperature and hysteresis loops of a SmCo film deposited at 400°C)

Les courbes d'hystérésis de l'échantillon déposé à 400°C sont montrées Figure 2-49 et présentent les propriétés suivantes : $\mu_0 M_r = 0.85$ T, $\mu_0 H_c = 1.15$ T, $BH_{max} = 140$ kJ/m³. Un recuit améliore légèrement la rectangularité du cycle d'hystérésis et/ou la coercivité (Figure 2-52).

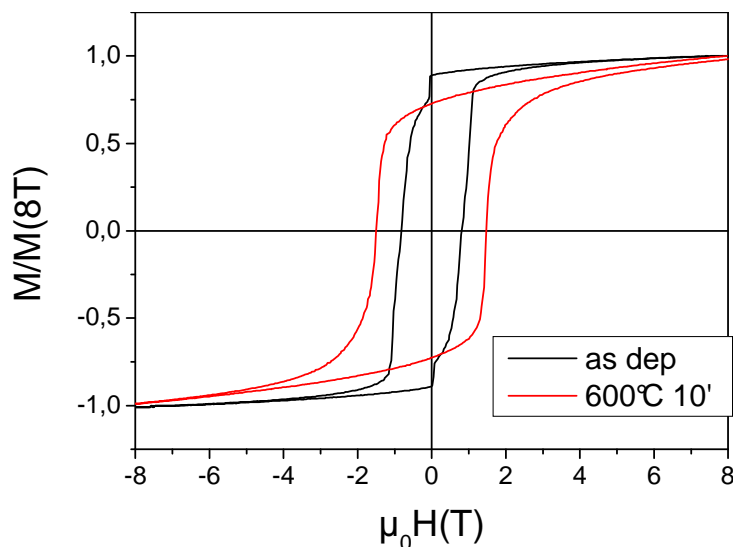


Figure 2-50 : cycles d'hystérésis dans le plan de films de SmCo déposés à 350°C sans recuit et après recuit à 600°C pendant 10 min (zone différente de celle de la Figure 2-49)
(In plane hysteresis loops of SmCo films deposited at 350°C without anneal and with an anneal at 600°C for 10 min (different area than the one shown in Figure 2-49))

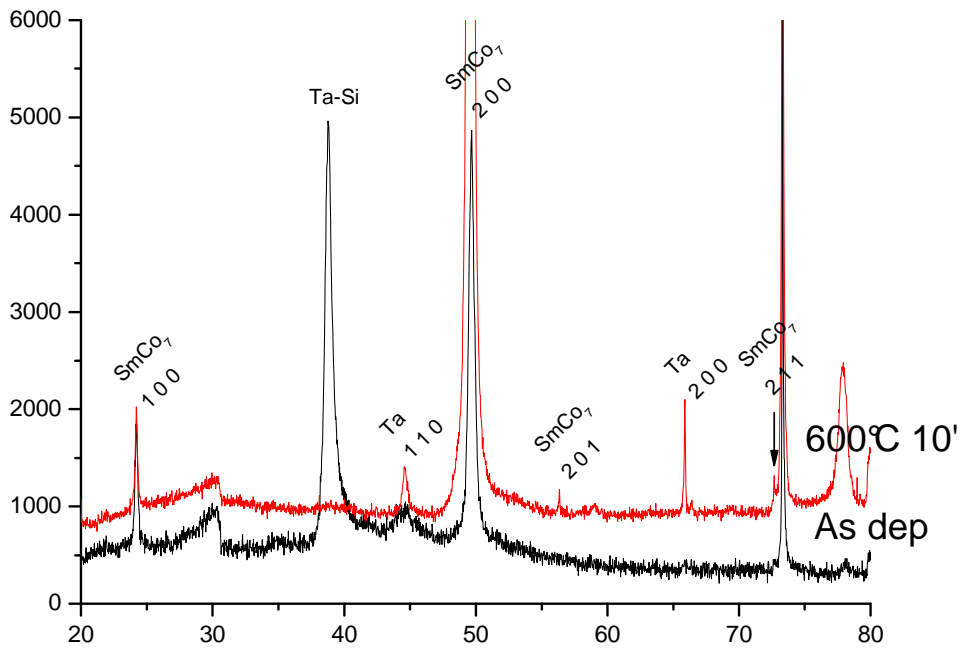


Figure 2-51 : diagrammes de diffraction X de couches de SmCo déposées à 350°C avant et après recuit (X ray diffraction patterns of SmCo films deposited at 350°C before and after annealing)

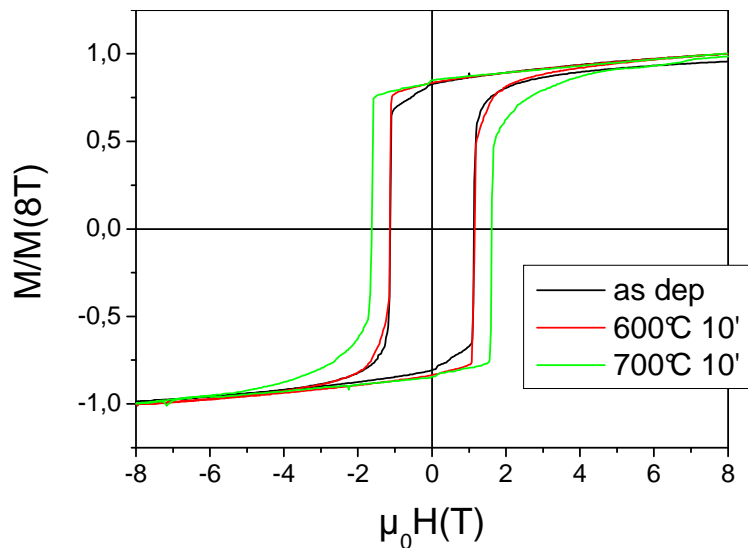


Figure 2-52 : cycles d'hystérésis dans le plan de films de SmCo déposés à 400°C sans recuit ou après recuit à 600 et 700°C pendant 10 min (In plane hysteresis loops of SmCo deposited at 400°C without anneal and after anneal at 600°C and at 700°C for 10 min)

Conclusion

Nous avons réussi à déposer des couches épaisses de NdFeB et SmCo avec de très bonnes propriétés magnétiques. Les valeurs de produit énergétique obtenues pour les films de NdFeB texturés hors du plan sont les plus élevées mentionnées dans la littérature. Celles obtenues pour les couches de SmCo texturées dans le plan ont des valeurs comparables avec les plus hauts produits énergétiques mentionnés pour les phases 1-5 et 1-7 (jusqu'à 140 kJ/m^3 pour nos couches contre 120 kJ/m^3 rapporté par Speliotis [32] et 140 kJ/m^3 rapporté par Cadieu [35] respectivement pour les phases 1-5 et 1-7, mais 206 kJ/m^3 rapportés par Cadieu pour la phase 2-17). Si on désire utiliser une aimantation hors du plan, les couches de NdFeB déposées sur substrat chauffé puis recuites conviennent tout à fait. Si on désire une aimantation dans le plan, on peut utiliser soit des couches de NdFeB déposées à froid puis recuites (aimantation rémanente d'environ 0.6-0.7 T), soit des couches de SmCo (aimantation rémanente d'environ 0.8 T). L'avantage du SmCo est à la fois une aimantation rémanente plus élevée dans le plan et des températures de fabrication moins élevées ; ainsi, un dépôt à $350\text{-}400^\circ\text{C}$ de SmCo ne nécessite pas de recuit, tandis que le NdFeB nécessite un recuit à plus de 650°C .

Pour les relais Nanomag, pour lesquels on souhaite une aimantation dans le plan, le SmCo semble donc plus avantageux. Toutefois, la mise en forme des couches sera un élément déterminant dans le choix du matériau. Ceci fait donc l'objet de la partie suivante.

Les couches obtenues sont des couches de fortes coercivités qui respectent le critère qui avait été posé à la fin du chapitre 1 ($\mu_0 H_c > \mu_0 M_r + 0.1 \text{ T}$, soit le champ démagnétisant maximum plus le champ pouvant être créé par les bobines d'actionnement dans les microswitches). Elles présentent de fortes rectangularités, notamment dans le cas de couches de NdFeB déposées à chaud. Dans tous les cas, un champ magnétique de l'ordre de 0.1 T, qui serait créé par une bobine d'actionnement dans les microsystèmes qu'on souhaite réaliser, ne fait que très peu varier l'aimantation.

Nous souhaitons aussi que ces couches ne puissent pas être aimantées dans la direction orthogonale à leur aimantation fonctionnelle par des pulses de courant. Pour les couches avec fortes textures (NdFeB déposé à chaud et SmCo déposé à chaud), il n'y a pas de risque de ce point de vue. Les couches de NdFeB isotrope, après avoir été saturées dans le plan, ont des grains monodomaines. Pour aimanter ces couches hors du plan, il faudrait nucléer des renversements d'aimantation à l'intérieur des grains, ce qui, comme on l'a vu dans ce chapitre, requiert des champs de l'ordre du champ coercitif, qui est bien supérieur au champ généré par les bobines d'actionnement.

Tableau 2-3 : résumé des propriétés magnétiques des couches de NdFeB et SmCo obtenues et conditions de dépôt et de traitements thermiques requis
Summary of magnetic properties of NdFeB and SmCo films, deposition and thermal treatments required

	<i>NdFeB</i>		<i>SmCo</i>
<i>Température de dépôt</i>	« froid »	$300^\circ\text{C}\text{-}500^\circ\text{C}$	$350\text{-}400^\circ\text{C}$
<i>Température de recuit</i>	$>650^\circ\text{C}$		Pas nécessaire
<i>Texture</i>	Isotrope	Hors du plan	Dans le plan
<i>Rémanence</i>	$\mu_0 M_r^{\parallel} \rightarrow 0.7 \text{ T}$	$\mu_0 M_r^{\perp} \rightarrow 1.4 \text{ T}$	$\mu_0 M_r^{\parallel} \rightarrow 0.85 \text{ T}$
<i>Coercivité</i>	$\mu_0 H_c \rightarrow 2 \text{ T}$		$\mu_0 H_c \rightarrow 1.3 \text{ T}$ sans recuit $\mu_0 H_c \rightarrow 2 \text{ T}$ après recuit

Bibliographie

- [1] C. Dieppedale, B. Desloges, H. Rostaing, J. Delamare, O. Cugat, J. Meunier-Carus, Magnetic bistable micro-actuator with integrated permanent magnet, Proceedings of IEEE Sensors, Vienne, France, 2004
- [2] D. Gamet, Elaboration par voie électrochimique, caractérisation, et intégration pour applications industrielles d'aimants permanents à base de Co-Pt, mémoire de thèse, Université Joseph Fourier, Grenoble, 2003.
- [3] S. Fähler, V. Neu, M. Weisheit, U. Hannemann, S. Lienert, A. Singh, A. Kwon, S. Melcher, B. Holzapfel, L. Schultz, High performance thin film magnets, Proceedings of the 18th workshop on high performance magnets and their applications (HPMA 04), Annecy, France, 2004
- [4] J. F. Herbst, R. W. Lee, F. E. Pinkerton, Rare earth-iron-boron materials : A New Era in Permanent Magnets, Ann. Rev. Mater. Sci., Vol 16, p 467-485, 1986
- [5] Y. Matsuura, Recent development of Nd-Fe-B sintered magnets and their applications, J. Magn. Magn. Mater., Vol 303, p 344-347, 2006
- [6] K. Kumar, $RETM_5$ and RE_2TM_{17} permanent magnets development, J. Appl. Phys., Vol 63 (6), p R13-R57, 1988
- [7] K. Strnat, R. Strnat, Rare earth-cobalt permanent magnets, J. Magn. Magn. Mater., Vol 100, p 38-56, 1991
- [8] E. Tremolet de Lacheisserie, Magnétisme II : Matériaux et applications, Chap. 15, Presses Universitaires de Grenoble, 1999
- [9] A. Menth, H. Nagel, R. S. Perkins, New high performance permanent magnets based on rare earth transition metal compounds, Ann. Rev. Mater. Sci., Vol 8, p21-47, 1978
- [10] R. B. Zmood, L. Qin, D.K. Sood, T. Vinay, D. Meyrick, Magnetic MEMS in smart structures which exploit magnetic materials properties, Proceedings of SPIE, Vol 4235, p173-184, 2001
- [11] B.A. Kapitanov, N.V. Komilov, Ya.L. Linetsky, V.Yu. Tsvetkov, Sputtered permanent Nd-Fe-B magnets, J. Magn. Magn. Mater., Vol 127, p 289-297, 1993
- [12] M. Uehara, Microstructure and permanent magnet properties of a perpendicular anisotropic NdFeB/Ta multilayered thin film prepared by magnetron sputtering, J. Magn. Magn. Mater., Vol 284, p 281-286, 2004
- [13] W.F. Liu, S. Suzuki, K. Machida, Magnetic properties of Nd-Fe-B film magnets prepared by RF sputtering, J. Magn. Magn. Mater., Vol 308, p 126-130, 2007

- [14] M. Nakano, R. Katoh, H. Fukunaga, S. Tutumi, F. Yamashita, Fabrication of Nd–Fe–B Thick-Film Magnets by High-Speed PLD Method, *IEEE Trans. Magn.*, Vol 39 (5), p 2863-2865, 2003
- [15] M. Valetas, Couches minces magnétiques pour applications hyperfréquences : étude des Samarium-Cobalt et des Néodyme-Fer-Bore par pulvérisation radiofréquence magnétron, mémoire de thèse, Université de Limoges, 2003
- [16] H. Jiang and M. J. O’Shea, Coercitivity and its temperature dependence in NdFeB thin films with Cr, Mo, Ti, or Ta buffer layers, *J. Appl. Phys.*, Vol 87 (9), p 6131-6133, 2000
- [17] Y.B. Kim, M.J. Kim, J.H. Yang, K.S. Ryu, Ying Li, T.K. Kim, Effects of Nd/Fe ratio on the microstructure and magnetic properties of NdFeB thin films, *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol 234, p 489-493, 2001
- [18] U. Hannemann, S. Fähler, S. Oswald, B. Holzapfel, L. Schultz, Effect of Cr and Ta buffers on hard magnetic Nd₂Fe₁₄B films, *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol 242-245, p 1294-1296, 2002
- [19] S. Fähler, U. Hannemann, S. Oswald, V. Neu, B. Holzapfel, L. Schultz, Corrosion of Highly Coercive, Highly Textured Nd–Fe–B Films, *IEEE Trans. Magn.*, Vol 39 (5), p 2950-2952, 2003
- [20] L.K.E.B. Serrona, A. Sugimura, R. Fujisaki, T. Okuda, N. Adachi, H. Ohsato, I. Sakamoto, A. Nakanishi, M. Motokawa, Magnetic and structural properties of NdFeB thin film prepared by step annealing, *Materials Science and Engineering*, Vol B97, p 59-63, 2003
- [21] L.K.E.B. Serrona, R. Fujisaki, A. Sugimura, T. Okuda, N. Adachi, H. Ohsato, I. Sakamoto, A. Nakanishi, M. Motokawa, D.H. Ping, K. Hono, Enhanced magnetic properties of Nd–Fe–B thin films crystallized by heat treatment, *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol 260, p 406-414, 2003
- [22] E. E. Fullerton, J. S. Jiang, Christine Rehm, C. H. Sowers, S. D. Bader, J. B. Patel, X. Z. Wu, High coercivity, epitaxial Sm–Co films with uniaxial in-plane anisotropy, *Appl. Phys. Lett.*, Vol 71 (11), p 1579-1581, 1997
- [23] F.J. Cadieu, T.D. Cheung, S.H. Aly, L. Wickramasekara, R.G. Pirich, Selectively thermilized sputtering for the direct synthesis of SmCo and SmFe ferromagnetic phases, *J. Appl. Phys.* Vol 53 (11), p 8338-8340, 1982
- [24] S.H. Aly, T.D. Cheung, L. Wickramasekara, F.J. Cadieu, Directly sputter synthesized high energy product SmCo based ferromagnetic films, *J. Appl. Phys.* Vol 57 (6), p 2147-2154, 1985
- [25] E. E. Fullerton, C. H. Sowers, J. E. Pearson, S. D. Bader, J. B. Patel, X. Z. Wu, D. Lederman, Structure and magnetism of epitaxial rare-earth–transition-metal films, *J. Appl. Phys.* Vol 81 (8), p 5637-5639, 1997
- [26] S. Takei, A. Morisako, M. Matsumoto, Effect of underlayer thickness on magnetic properties of SmCo film, *J. Appl. Phys.* Vol 87 (9), p 6968-6970, 2000

- [27] J. Sayama, K. Mizutani, T. Asahi, J. Ariake, K. Ouchi, S. Matsunuma, T. Osaka, Magnetic properties and microstructure of SmCo₅ thin film with perpendicular magnetic anisotropy, *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol 287, p 239-244, 2005
- [28] Y. K. Takahashi, T. Ohkubo, K. Hono, Microstructure and magnetic properties of SmCo₅ thin films deposited on Cu and Pt underlayers, *J. Appl. Phys.*, Vol 100, 053913, 2006
- [29] T. Budde, H. Gatzen, Thin film SmCo magnets for use in electromagnetic microactuators, *J. Appl. Phys.*, Vol 99, 08N304, 2006
- [30] C. Prados, G. C. Hadjipanayis, Sm(Co,Cu,Ni) thin films with giant coercivity, *Appl. Phys. Lett.*, Vol 74 (3), p 430-432, 1999
- [31] E. Pina, F.J. Palomares, M.A. Garcia, F. Cebollada, A. de Hoyos, J.J. Romero, A. Hernando, J.M. Gonzalez, Coercivity in SmCo hard magnetic films for MEMS applications, *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol 290-291 (2), p 1234-1236, 2005
- [32] T. Speliotis, D. Niarchos, Microstructure and magnetic properties of SmCo films, *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol 290-291 (2), p 1195-1197, 2005
- [33] V. Neu, J. Thomas, S. Fahler, B. Holzapfel, L. Schultz, Hard magnetic SmCo thin films prepared by pulsed laser deposition, *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol 242–245, p 1290-1293, 2002
- [34] J. Zhang, Y.K. Takahashi, R. Gopalan, K. Hono, Microstructures and coercivities of SmCo_x and Sm(Co,Cu)₅ films prepared by magnetron sputtering, Vol 310, p 1-7, 2007
- [35] F.J. Cadieu, H. Hedge, K. Chen, High energy product SmCo based sputtered films, crystal texturing and magnetic properties, *J. Appl. Phys.*, Vol 67 (9), p 4969-4971, 1990
- [36] F. J. Cadieu, R. Rani, X. R. Qian, Li Chen, High coercivity SmCo based films made by pulsed laser deposition, *J. Appl. Phys.*, Vol 83 (11), p 6247-6249, 1998
- [37] H. Hegde, S. U. Jen, K. Chen, F. J. Cadieu, Film Sm-Co permanent magnets for the biasing of thin permalloy strips, *J. Appl. Phys.*, Vol 73 (10), p 5926-5928, 1993
- [38] J. Sayama, K. Mizutani, Y. Yamashita, T. Asahi, T. Osaka, SmCo₅-Based Thin Films With High Magnetic Anisotropy for Perpendicular Magnetic Recording, *IEEE Trans. Magn.* Vol 41 (10), 2005
- [39] R. Rani, F. J. Cadieu, X. R. Qian, W. A. Mendoza, S. A. Shaheen, SmCo based sputtered films with CaCu₅ and TbCu₇ structures, *J. Appl. Phys.*, Vol 81 (8), p 5634-5636, 1997
- [40] Ya. L. Linetsky, N.V. Kornilov, Structure and magnetic properties of sputtered Nd-Fe-B alloys, *J. Mater. Eng. Perf.*, Vol 4 (2), p 188-195, 1995
- [41] D. Givord, M. Rossignol, RE-Fe Permanent Magnets, edited by J. M. D. Coey, Clarendon, Oxford, 1996, 54, p. 235.

- [42] R.K. Mishra, Microstructure of hot pressed and die upset NdFeB magnets, *J. Appl. Phys.*, Vol 62 (3), p 967-971, 1987
- [43] Y. Shinba, T. J. Konno, K. Ishikawa, K. Hiraga, M. Sagawa, Transmission electron microscopy study on Nd-rich phase and grain boundary structure of Nd-Fe-B sintered magnets, *J. Appl. Phys.*, Vol 97, 053504, 2005
- [44] Y. Matsuura, S. Hirosawa, H. Yamamoto, S. Fujimura, M. Sagawa, K. Osamura, Phase diagram of the Nd-Fe-B ternary system, *Jap. J. Appl. Phys.*, Vol. 24 (8), p L635-L637, 1985
- [45] G. G. Stoney, *Proc. R. Soc. London, Ser. A* **82**, 172 (1909).
- [46] F. J. Cadieu, High coercive force and large remanent moment magnetic films with special anisotropies, *J. Appl. Phys.*, Vol. 61 (8), p 4105-4110, 1987

Chapitre 3 : Intégration de matériaux magnétiques durs dans un process de microtechnologie

Résumé :

Dans cette partie, nous allons décrire le process envisagé pour fabriquer les micro-switches Nanomag. Un certain nombre de briques de base doit être développé dont plusieurs impliquant la mise en forme des matériaux magnétiques. Nous allons choisir le matériau qui convient le mieux à cette mise en forme et développer ces étapes micro-technologiques en tenant compte de la nécessité de conserver de bonnes propriétés magnétiques.

Summary:

In this part, we will describe the technological process to fabricate Nanomag microswitches. Several basic technological steps have to be developed among them steps for structuring the magnetic materials. We will choose the material most suitable for the structuring and develop these basic steps with the aim of maintaining good magnetic properties.

Nous avons traité dans la première partie du design de nos dispositifs. Nous avons ensuite étudié le dépôt de couches magnétiques dures sur des substrats Si. Il s'agit maintenant de pouvoir les intégrer dans les microsystèmes que nous avons dimensionnés.

I Process Nanomag

I.1 Description de l'empilement technologique

Nous allons d'abord décrire le process envisagé pour notre filière microsystème. Ceci nous permettra notamment de savoir quelles étapes de mise en forme devra subir le matériau magnétique. Cet empilement a été mis au point par C. Dieppedale et C. Marcoux au LETI.

Comme décrit sur la Figure 3-1, nous réaliserons d'abord un caisson de 6 ou 8 μm de profond dans le substrat Si. Le substrat, un wafer de Si de diamètre 200 mm, sera oxydé thermiquement et recouvert d'une couche de SiN afin d'assurer l'isolation électrique des pistes RF.



Figure 3-1 : process flow Nanomag : caisson Si
(Nanomag process flow: patterning of Si substrate)

Une couche de SiO_2 est ensuite déposée. L'épaisseur du film d'oxyde doit être supérieure à la profondeur du caisson pour bien le remplir. Puis le SiO_2 est planarisé avec un arrêt sur SiN (Figure 3-2).

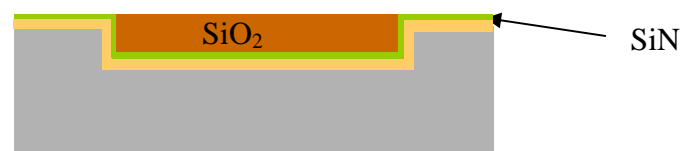


Figure 3-2 : process flow Nanomag : planarisation SiO_2
(Nanomag process flow: SiO_2 planarisation)

Il convient ensuite d'usiner les cavités pour les aimants fixes et mobiles. La libération finale des aimants mobiles se fera par usinage chimique de l'oxyde par une solution à base d'acide fluorhydrique (HF). Pour réaliser les cavités des aimants fixes, le SiO_2 doit être gravé jusqu'à la couche de SiN inférieure, alors qu'il ne doit être que partiellement gravé pour réaliser la cavité des aimants mobiles. On réalisera ces caissons par une double gravure sèche (Figure 3-3).

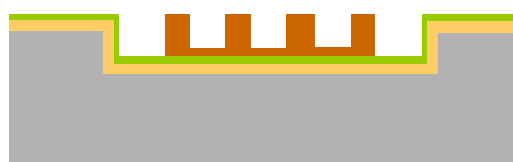


Figure 3-3 : process flow Nanomag : gravure des cavités pour aimants fixes et aimants mobiles
(Nanomag process flow: etching of cavities for fixed and mobile magnets)

Une couche de SiN est à nouveau déposée. Le SiN est peu attaqué par le HF et constitue donc une barrière de protection des aimants lors de la libération finale. Une sous couche métallique est déposée par-dessus. Elle constitue une 2^e barrière de protection au HF et une sous-couche pour le dépôt du matériau magnétique. Enfin, le film magnétique est déposé (Figure 3-4).

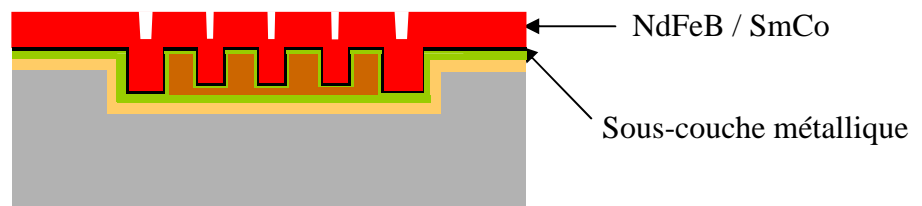


Figure 3-4 : process flow Nanomag : dépôt du matériau magnétique
(Nanomag process flow: magnetic material deposition)

Le film métallique est détourné par gravure sèche ou humide, puis planarisé et couvert par une couche de protection métallique (Figure 3-5). On appelle détournage le fait de graver partiellement ou totalement une couche autour de l'emplacement dans lequel on va planariser cette couche.

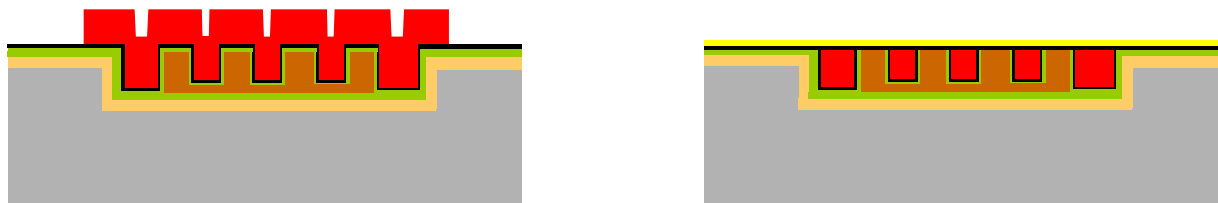


Figure 3-5 : process flow Nanomag : détournage du matériau magnétique, planarisation, dépôt d'une couche de protection
(Nanomag process flow: planarisation of magnetic material)

De l'or épais est déposé afin de réaliser les contacts (au dessus des aimants) et les pistes RF.

Une couche de SiO₂ est ensuite déposée et gravée afin qu'il n'en reste qu'au dessus des aimants. Une sous couche est déposée pour faire croître l'au électrolytique de la bobine d'actionnement. Cette dernière repose sur le substrat en dehors du caisson où se trouvent les aimants et est en suspension au dessus de ce caisson (Figure 3-6).

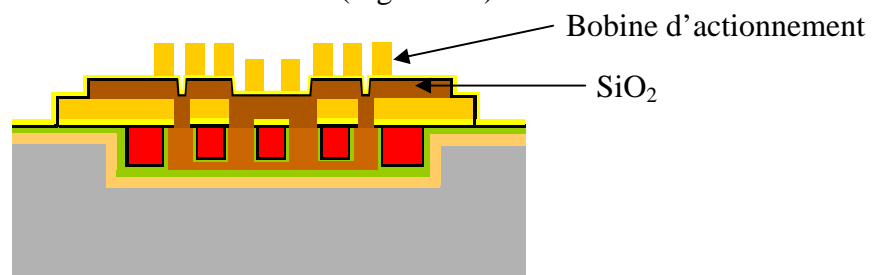


Figure 3-6 : process flow Nanomag : dépôt de SiO₂ sacrificiel et de la bobine d'actionnement
(Nanomag process flow: deposition of sacrificial SiO₂ and of golden actuation coil)

Enfin, la sous-couche est gravée et le substrat plongé dans une solution à base HF pour graver l'oxyde sacrificiel et libérer l'aimant mobile (Figure 3-7).

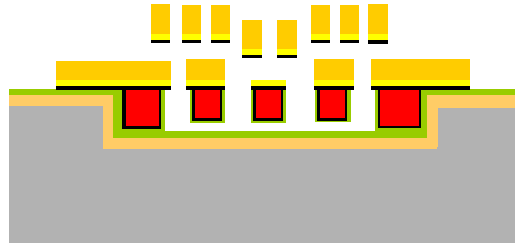


Figure 3-7 : process flow Nanomag : libération
(Nanomag process flow: release of mobile magnet)

I.2 Briques de bases impliquant les matériaux magnétiques

Comme on a pu le voir dans la description de l'empilement technologique décrit précédemment, un certain nombre d'étapes inclut la mise en forme du matériau magnétique. Ainsi, il faut vérifier que le matériau magnétique remplisse bien les caissons, et en particulier qu'il n'y ait pas de faille près du bord des caissons et qu'il puisse remplir des motifs avec des facteurs de forme les plus désavantageux (motifs plus haut que large). La Figure 3-8 représente différents modes de croissance possibles. On souhaite qu'il n'y ait pas de faille au niveau du bord (comme en a), pour que le motif de matériau magnétique après planarisation soit en un seul bloc. De plus, il ne faut pas que le dépôt sur les bords empêche le fond des caissons de se remplir. Le mode de croissance idéal est celui représenté en c sur la Figure 3-8.

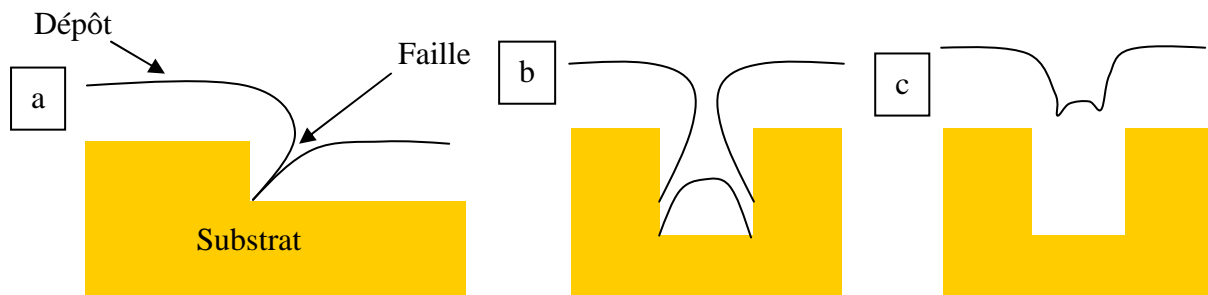


Figure 3-8 : schémas représentatifs de morphologies de dépôt d'une couche sur un substrat avec topologie
(Schemes of different deposition morphologies of a film deposited on a patterned substrate)

Dans l'empilement technologique envisagé, il est ensuite prévu de graver la couche magnétique lors du détourage et enfin de la planariser. Il faut donc trouver un moyen de graver cette couche. Nous nous tournerons de préférence vers la gravure chimique plutôt que l'usinage ionique, en raison des grandes surfaces à graver, de la plus grande sélectivité et des temps de gravure plus rapides de la gravure chimique. Toutefois, il faudra veiller à ce que cette attaque chimique ne dégrade pas trop les propriétés magnétiques, ce que nous nous efforcerons de vérifier. Enfin, nous chercherons à développer une méthode de planarisation soit mécanique, soit mécano-chimique, qui soit assez rapide mais qui, elle non plus, ne dégrade pas trop les propriétés magnétiques du matériau.

Fähler a observé l'évolution des propriétés magnétiques de couches de NdFeB avec et sans couche de protection et constate que sans couche de protection, il y a une dégradation de la coercivité qu'il attribue à une oxydation au niveau des joints de grain [1]. De plus, les joints de grain constituent des chemins de diffusion accélérée. Pour éviter de dégrader la qualité de nos couches magnétiques, nous effectuerons donc préférentiellement les étapes de mise en forme du matériau magnétique potentiellement oxydantes dans l'état amorphe.

II Remplissage de caissons

Nous avons préparé des substrats avec des motifs présentant des facteurs de forme variables. 6 μm de SiO_2 ont été déposés sur les substrats de Si puis gravés par gravure ionique réactive avec arrêt sur Si selon les motifs d'un masque. Les substrats présentent des rangées de caissons de 6 μm de profondeur et de largeur variant de 100 à 5 μm .

Des couches de NdFeB et SmCo d'épaisseur légèrement supérieure à la profondeur des caissons ont été déposées par-dessus ces motifs et observées en coupe au MEB.

Nous pouvons constater que le NdFeB remplit bien les caissons : il n'y a aucune fissure au niveau des bords des motifs et il remplit des motifs avec des facteurs de forme de 1.2 (caissons plus haut que large). En revanche, le SmCo présente des failles au niveau des bords des motifs (Figure 3-9, Figure 3-10). Plusieurs essais ont été menés avec des tailles de cible (3 cm de diamètre ou 9x9 cm^2) et des vitesses de dépôt différentes (tension appliquée à la cible 900 et 300 V, soit environ 5 et 2.5 nm/s respectivement), mais sans modifier la morphologie du dépôt de SmCo.

Ceci constitue un désavantage quant à l'utilisation du SmCo ; de plus, sur les dépôts de SmCo sur substrats avec motifs, les parties continues en SiO_2 ont été cassées par les contraintes importantes de la couches de SmCo, or nous souhaitons aussi peu de contraintes que possible pour que l'aimant mobile de notre dispositif se déforme le moins possible après libération.

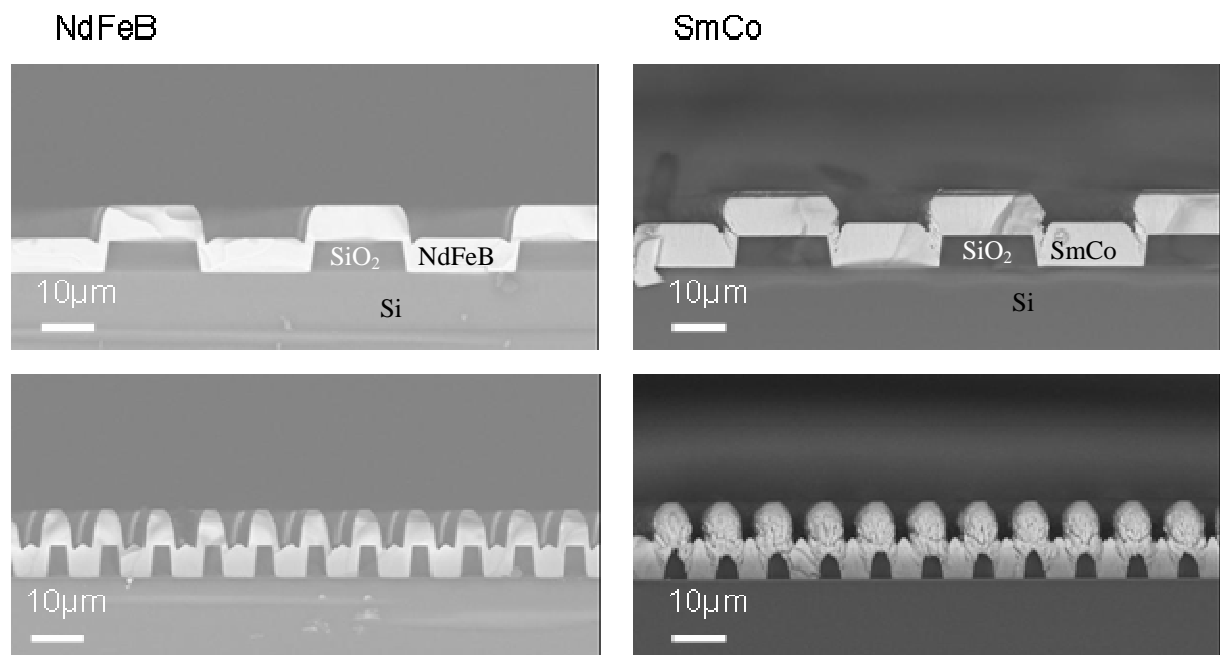


Figure 3-9 : vue MEB de dépôts de NdFeB et SmCo sur substrats avec caissons (SEM cross section view of NdFeB and SmCo films deposited on patterned substrate)

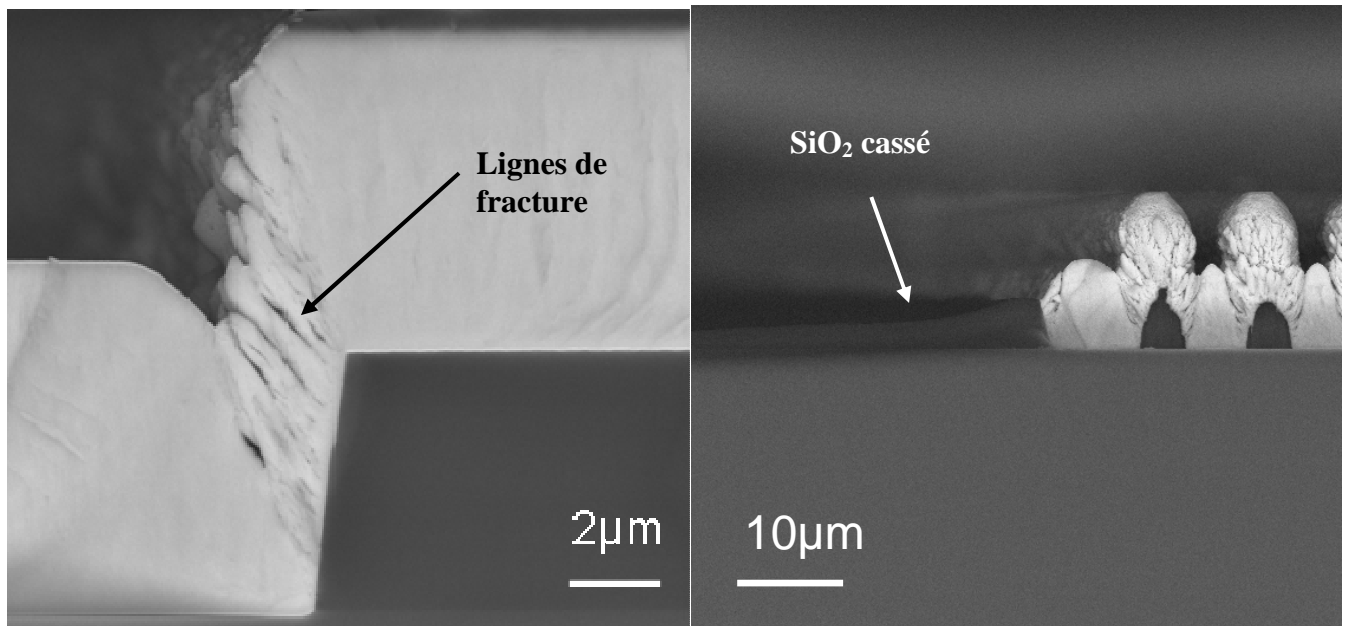


Figure 3-10 : vue MEB de la morphologie d'un dépôt de SmCo sur un substrat avec topologie (SEM cross section detailed view of SmCo film deposited on a patterned substrate)

Les dépôts de SmCo sur substrats pré-gravés ont été réalisés soit à froid, soit entre 350 et 400°C, selon les conditions de dépôt, de sorte que la couche soit cristallisée lors du dépôt. Les couches de NdFeB ont été déposées amorphes (à froid ou à plus haute température) et recuites soit ex situ, soit in situ. Dans tous les cas, on retrouve des propriétés magnétiques comparables à celles trouvées pour un dépôt continu (Figure 3-11). De plus, le recuit in situ, pleine plaque de films de NdFeB n'a pas entraîné de cassure ou décollement de la couche, sans doute du fait que le dépôt soit virtuellement localisé. Nous rappelons que pour les dépôts de NdFeB pleine plaque, lors d'un recuit du substrat en entier, une partie importante du film (région centrale d'un diamètre d'environ 3 cm) se décolle.

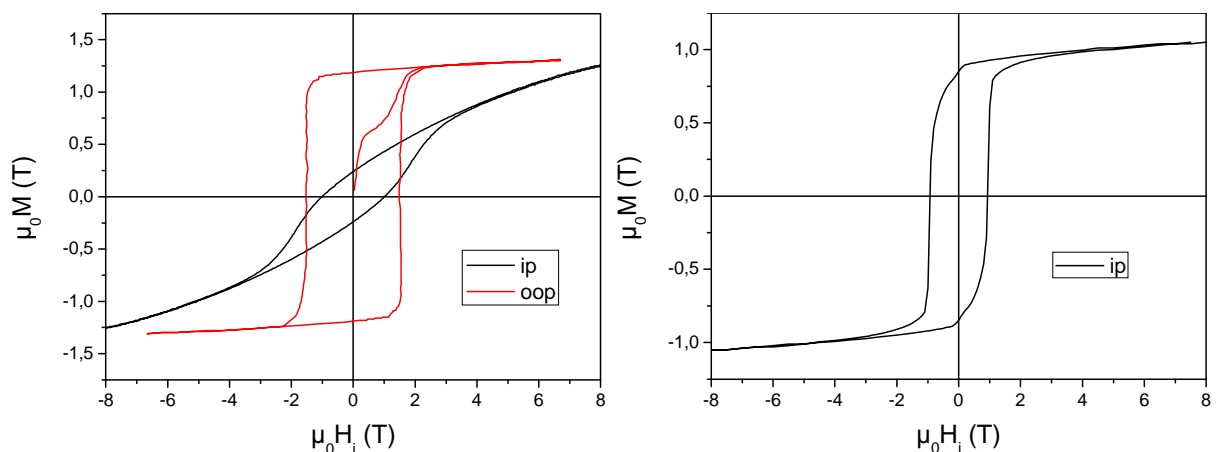


Figure 3-11 : cycle d'hystérésis d'un film de NdFeB déposé en caissons à 400°C et recuit à 750°C pendant 10 min (gauche) et d'un film de SmCo déposé en caisson à 375°C non recuit (droite) (Hysteresis loops of NdFeB film deposited on a patterned substrate at 400°C and annealed at 750°C for 10 min (left) and of SmCo film deposited on a patterned substrate at 375°C (right))

III Gravure chimique

Les essais de gravure chimique ont été réalisés par B. Desloges du LETI. Des dépôts continus de NdFeB et SmCo d'environ 5 μm , amorphes et sans couche de protection, ont été lithographiés puis gravés en des motifs de l'ordre de quelques centaines de microns par différentes solutions de gravure (Figure 3-12). Les proportions des différentes espèces chimiques des solutions ont été variées afin de minimiser la surgravure. Celle-ci est particulièrement importante au bord du substrat en raison de la plus faible épaisseur par rapport au centre (environ 4 μm d'épaisseur au bord, pour 5 μm au centre), et peut dépasser 20 μm .

Les 2 matériaux peuvent être gravés et présentent des flancs de gravure particulièrement verticaux, ce qui a aussi été constaté par Budde [2]. Celui-ci a gravé des couches épaisses de SmCo par cernitrate d'ammonium. Les vitesses de gravure varient de 2 à 12.5 $\mu\text{m}/\text{min}$ suivant la température du bain. Dans notre cas, nous avons gravé jusqu'à 6 μm de SmCo en 4 min, soit 1.5 $\mu\text{m}/\text{min}$.

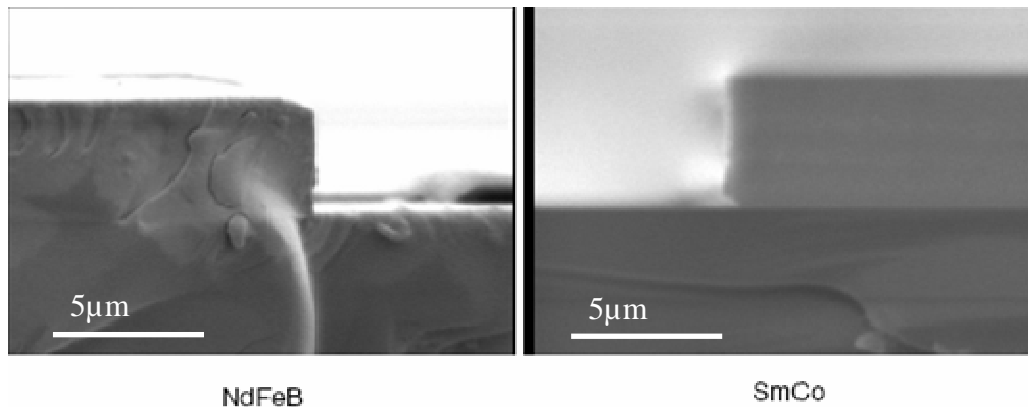


Figure 3-12 : vue MEB de couches de NdFeB et SmCo après gravure humide (SEM cross section view of wet etched NdFeB and SmCo films)

Etant donné la surgravure importante et son inhomogénéité, il ne semble pas envisageable pour d'autres empilements d'utiliser la gravure chimique pour définir des formes précises. Aussi celle-ci n'est utilisée que dans le cadre du détournage, où il s'agit de graver de grandes surfaces.

Wang et al. ont testé la gravure plasma de SmCo et ont observé une vitesse de gravure jusqu'à 0.7 $\mu\text{m}/\text{min}$ avec un plasma Ar/Cl₂ [3]. La Figure 3-13 reprend une image d'un motif de SmCo gravé par ce plasma. La gravure sèche permet de graver des motifs avec des flancs très verticaux, ce qui constitue un avantage quand on cherche à faire contact, et à des vitesses de gravure comparables à celles de la gravure humide. La gravure sèche est très anisotrope, contrairement à la gravure humide, et permet de n'avoir quasiment pas de surgravure latérale et donc de définir des motifs très précisément.

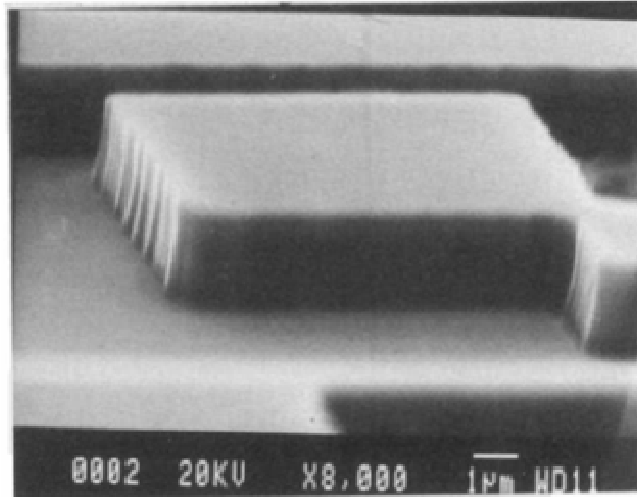


Figure 3-13 : vue MEB d'une couche de SmCo après gravure sèche [3]
(SEM view of a dry etched SmCo film [3])

Après gravure, il s'agit ensuite de déterminer si les propriétés magnétiques ne sont pas altérées. La couche de NdFeB a été gravée dans l'état amorphe. Les échantillons ont ensuite subi différents traitements : recuit sans couche de protection ou dépôt d'une couche de protection de Ta puis recuit. On a utilisé par défaut un recuit de 750°C pendant 10 min dans le four RTA (Figure 3-14).

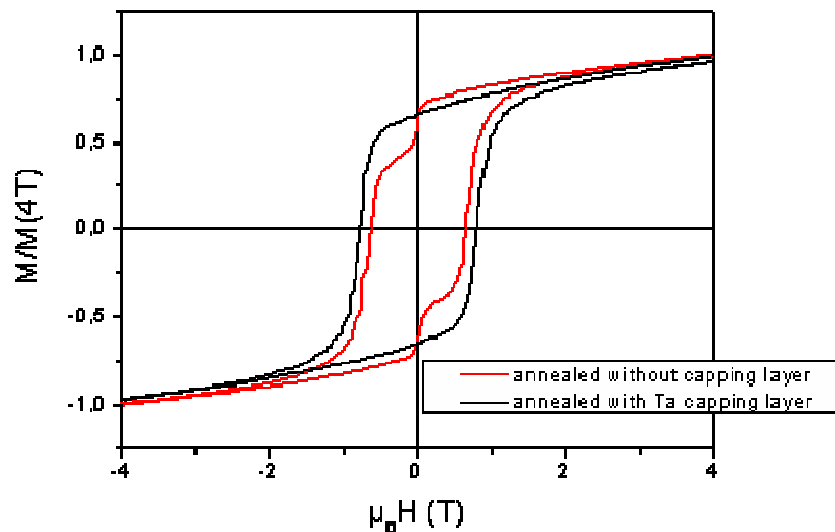


Figure 3-14 : cycles d'hystérésis dans le plan d'un film de NdFeB déposé à froid usiné chimiquement, couvert de Ta ou non et recuit à 750°C pendant 10 min
(In plane hysteresis loops of NdFeB films deposited cold, wet etched, covered or not with Ta and annealed at 750°C for 10 min)

On remarque que l'échantillon non couvert par du Ta avant recuit développe une phase douce. Il semble donc essentiel de recouvrir le NdFeB d'une couche protectrice avant recuit. Cela peut s'expliquer de 2 manières : soit la couche de Ta empêche une oxydation surfacique pendant le recuit (qui est cependant réalisé sous vide secondaire), soit cette couche absorbe une partie de l'oxyde de surface du NdFeB traité.

Il faut cependant noter que dans les courbes de la Figure 3-14, la coercivité est moindre que ce qu'on a habituellement dans des couches déposées pleine plaque et non traitées. Il est

toutefois possible que cela ne soit pas dû aux attaques chimiques mais à une évolution dans la composition de la cible. Nous avons déjà constatée une évolution de la composition des couches au bout d'un certain nombre de dépôts avec la même cible.

IV Planarisation

Selon le process prévu, après détournage, l'aimant doit être planarisé. Pour réaliser les essais de planarisation, des couches continues de NdFeB ont été déposées pleine plaque, lithographiées, gravées chimiquement puis différents essais de planarisation mécano-chimique (CMP) ont été réalisés. La CMP consiste à complexer le matériau à graver grâce à un « slurry » (solution chimique) et de retirer mécaniquement la surface attaquée chimiquement.

Les essais de CMP ont été réalisés avec succès et des vitesses de gravure jusqu'à 3 $\mu\text{m}/\text{min}$ ont été constatées. Cette vitesse est trop rapide pour nos épaisseurs à planariser (de l'ordre de 5 μm) et des variations dans la composition du slurry ont permis de diminuer cette vitesse à 0.5 $\mu\text{m}/\text{min}$.

Des couches de NdFeB déposées à froid sur substrat 200 mm ont été gravées chimiquement, planarisées (épaisseur restante : environ 1 μm), couverte de Ta après un éventuel nettoyage ionique et recuite à 750°C pendant 10 min. Ces couches ont été mesurées au VSM. La couche non nettoyée montre une petite quantité de phase douce et une coercivité de 1.2 T, tandis que le film nettoyé montre une absence de phase douce et une coercivité supérieure ($\mu_0 H_c = 1.5 \text{ T}$). Les 2 échantillons montrés sur la Figure 3-15 proviennent de zone voisine sur le substrat.

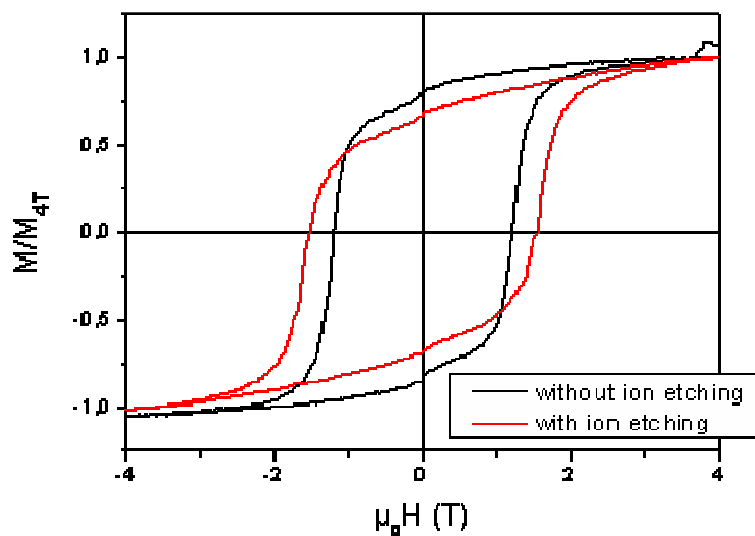


Figure 3-15 : cycles d'hystérésis normalisés dans le plan de films de NdFeB gravés chimiquement, planarisés, ayant éventuellement subi un nettoyage ionique de 5 min, recouvert de Ta et recuit à 750°C pendant 10 min

Normalised in plane hysteresis loops of NdFeB films wet etched, planarised, possibly ion etched for 5 min, covered with Ta and annealed at 750°C for 10 min

Conclusion

Dans cette partie nous avons montré qu'il était possible de mettre en forme des couches de NdFeB tout en conservant de bonnes propriétés magnétiques. Le SmCo ne convient pas bien à notre process, vu qu'il ne remplit pas bien les motifs présents sur les substrats. La modification de paramètre de dépôt ne semble pas changer ce fait. Il faudrait peut-être changer la composition chimique de notre dépôt, en y ajoutant des éléments d'alliages comme le Fe, pour voir si cela peut avoir une influence sur la morphologie du dépôt.

Les briques technologiques ont été mises au point au LETI qui a acquis une expertise pour la gravure chimique et la planarisation. Lors de ces opérations, la surface des matériaux magnétiques est attaquée chimiquement, ce qui risque, dans l'état cristallisé, de générer des défauts magnétiques qui vont abaisser la coercivité de nos matériaux.

Ces opérations de microtechnologie ont été très rarement réalisées sur des films magnétiques aussi épais et à base de terres rares et ouvre la voie à de nombreuses applications.

Actuellement, les masques de la filière Nanomag ont été réalisés et livrés et les premières opérations de microtechnologie sont sur le point de débiter sur la nouvelle plateforme MEMS du CEA-LETI.

Tableau 3-1 : tableau récapitulatif des briques de base technologiques mises au point sur des couches de NdFeB et SmCo

Summary of basic technological steps developed on NdFeB and SmCo films

	<i>NdFeB</i>	<i>SmCo</i>
<i>Remplissage des caissons</i>	OK	Lignes de fracture
<i>Gravure chimique</i>	OK, >1 $\mu\text{m}/\text{min}$, forte surgravure latérale	
<i>Planarisation</i>	OK, 0.5→3 $\mu\text{m}/\text{min}$	-
<i>Propriétés magnétiques après gravure chimique et planarisation</i>	Aussi bon que non processé si recuit après dépôt d'une couche protectrice de Ta	-

Bibliographie

- [1] S. Fähler, V. Neu, M. Weisheit, U. Hannemann, S. Lienert, A. Singh, A. Kwon, S. Melcher, B. Holzapfel, L. Schultz, High performance thin film magnets, Proceedings of the 18th workshop on high performance magnets and their applications (HPMA 04), Annecy, France, 2004
- [2] T. Budde, H. Gatzel, Thin film SmCo magnets for use in electromagnetic microactuators, J. Appl. Phys., Vol 99, 08N304, 2006
- [3] J.J. Wang, J.R. Childress, S.J. Pearton, F. Sharifi, K.H. Dahmen, E.S. Gillman, F.J. Cadieu, R. Rani, X.R. Qian, L. Chen, Dry etch patterning of LaCaMnO₃ and SmCo thin films, J. Electrochem. Soc., Vol 145 (7), p 2512-2516, 1998

Conclusions et perspectives

Ce travail de thèse aura montré qu'on peut concevoir des micro-dispositifs magnétiques bistables à grande force de contact et avec des courants de commutation assez réduits. Nous avons réussi à concilier ces 2 grandeurs contradictoires en jouant sur le design et la compacité. En minimisant les forces de contact et en considérant les dispositifs les moins compacts qui ont été dessinés, on peut arriver à des courants de commutation de l'ordre de la dizaine de mA. Les forces de contact dépendent essentiellement des surfaces en regard entre aimants fixes et aimants mobiles. Nous avons dessiné des designs avec des forces de contact jusqu'à 100 μN . Pour aller plus loin, tout en conservant des courants de commutation limités, on peut bien sûr augmenter encore les dimensions surfaciques de la partie mobile. Cependant cela devient de plus en plus risqué en raison du rapport de forme de l'aimant, qui est très plat. La limitation principale actuelle se trouve au niveau des épaisseurs. Celles-ci sont principalement limitées par la technologie (dépôt et planarisation de SiO_2 , mise en forme des aimants...).

Nous avons réussi à déposer des couches épaisses de matériaux magnétiques dures hautes performances. L'épaisseur étudiée par défaut est de 5 μm , mais des couches jusqu'à 50 μm ont été réalisées avec de bonnes propriétés magnétiques et mécaniques et il est sans doute possible de déposer des couches encore plus épaisses en augmentant le temps de dépôt. Les matériaux que nous avons choisis d'étudier sont le NdFeB et le SmCo. Des textures hors du plan très prononcées ont été obtenues en déposant des couches NdFeB à chaud (jusqu'à 500°C) puis en le recuisant. Grâce à ces textures très fortes, à une composition du matériau proche de la composition stoechiométrique et à une forte compacité des couches, nous avons atteint des rémanences hors du plan particulièrement élevées ($\mu_0 M_r^\perp = 1.4 \text{ T}$). Les couches de NdFeB déposées par cette méthode conviennent parfaitement pour des applications à aimantation hors du plan. Pour des utilisations avec aimantation dans le plan, des couches de NdFeB isotrope peuvent être utilisées. Pour obtenir ce type de textures, il faut déposer le film sans chauffer le substrat puis le recuire. Des rémanences dans le plan jusqu'à 0.7 T ont été constatées. Quelle que soit la texture des couches de NdFeB, des coercivités jusqu'à presque 2 T ont été obtenues en optimisant le recuit.

En déposant du SmCo à des températures de l'ordre de 350-400°C, les couches sont cristallisées et coercitives ($\mu_0 H_c > 1 \text{ T}$) et ne nécessitent pas de recuit supplémentaire pour pouvoir être utilisées. Dans ces conditions, elles manifestent une forte texturation dans le plan. Des températures de dépôt plus élevées dégradent à la fois la coercivité et la texture dans le plan, tandis que des couches déposées à température plus faible sont amorphes et nécessitent un recuit post dépôt. Ces dernières sont alors magnétiquement isotropes. Pour des applications à aimantation dans le plan, le SmCo convient bien et des rémanences jusqu'à 0.85 T ont été constatées dans le plan du film. Enfin, les températures de dépôt ($T \leq 400^\circ\text{C}$) sont compatibles avec un empilement « Above IC ».

Le bâti de dépôt utilisé est un prototype qui s'est révélé robuste et performant par rapport à ce que nous attendions. Toutefois quelques améliorations pourraient être envisagées pour optimiser le process. L'homogénéité de la température du substrat, le contrôle de cette température en cas de dépôt « à froid » et l'homogénéité du dépôt en épaisseur et en composition pourraient être améliorés. Des solutions sont actuellement à l'étude.

Pour mieux contrôler la température, il peut être envisagé de maintenir le substrat en contact avec une plaque chauffante. D'autre part, un porte-substrat tournant permettrait d'améliorer l'homogénéité en composition et en épaisseur du dépôt. Le dimensionnement et la disposition

des différents éléments du dispositif de pulvérisation (filament, anode, cible, substrat) ainsi que la distribution du champ magnétique dans la chambre pourraient encore faire l'objet d'une optimisation dans le but d'améliorer l'homogénéité du dépôt voire d'augmenter la vitesse de dépôt. Néanmoins, ces modifications sont parfois critiques et se font essentiellement expérimentalement, par essais successifs.

L'évolution en composition de la cible au bout d'un certain nombre de dépôt pose problème et nous oblige à abraser souvent les cibles. Ce phénomène est connu et est dû à la pulvérisation préférentielle d'espèces chimiques par rapport à d'autres. Peut être faut il prévoir des cibles plus enrichies en terres rares, afin que l'appauvrissement momentané des couches en terres rares ne soit pas critique. Cela entraînerait cependant un amoindrissement de l'aimantation à saturation des couches déposées au début de vie de la cible et en régime établi.

Il nous faut arriver à rendre les dépôts à froid un peu plus reproductibles et éventuellement chercher à obtenir de plus fortes aimantations dans le plan. L'utilisation de matériaux magnétiques nanocomposites avec alternance de couches dures et douces pourrait le permettre.

En ce qui concerne le SmCo, il faudrait chercher à limiter les contraintes mécaniques dans le matériau. On pourrait envisager d'alterner les couches de SmCo contraintes en traction avec des couches d'un autre matériau contraint en compression, de sorte que les contraintes se compensent. Il serait aussi intéressant de déposer nos couches sur un matériau ductile pour que celui-ci absorbe la contrainte.

La morphologie des dépôts de SmCo sur des substrats avec topologie (mauvais remplissage des caissons) semble être intrinsèque au matériau, toutefois, d'autres procédés de mise en forme peuvent être développés (usinage ionique par exemple) pour pouvoir intégrer le matériau dans des micro-systèmes.

Enfin, maintenant qu'une composition donnant de bons résultats est connue, il peut être envisager d'étudier d'autres compositions, en ajoutant des terres rares (pour se rapprocher de la stoechiométrie 1-5 dans la couche et augmenter la coercivité), du Cu (pour augmenter la coercivité et améliorer les propriétés à haute température), ou du Fe (pour augmenter l'aimantation)...

Des briques de bases de microtechnologie (dépôt dans des caissons, gravure humide, planarisation) ont été développées sur le NdFeB, et ce, sans trop dégrader les propriétés magnétiques, bien que ce matériau soit très oxydable.

Dans la suite du projet Nanomag, la fabrication du premier run sera achevée avant la fin de l'année 2007. La commutation mécanique et les propriétés RF seront testées et, en fonction de ces résultats, les designs d'un second run seront mis au point, fabriqués et testés dans des circuits RF pour application aérospatiale.

Différents aspects de la filière présentent des défis, qui sont autant de risques, mais qui ouvriront des perspectives prometteuses (utilisation de matériaux magnétiques dans les MEMS, actionneurs bistables). L'obtention de la commutation des puces serait déjà, à ce titre, une grande réussite. Nous espérons que les courants de commutation seront proches de ceux qui ont été calculés ou, en tout cas bien inférieurs à ceux du MEMS RAIMI ($I_{com} \sim 3$ A), et que le nombre de commutation soit le moins limité possible. Un certain nombre de puces a des designs plus risqués que d'autres (jonctions moins larges, aimant mobile jusqu'à presque 1 mm de long...) et il faudra déterminer jusqu'où il est possible de prendre des risques liés à la géométrie des puces. Enfin nous espérons une bonne qualité de contact électrique en continu et en RF, mais l'optimisation de ces propriétés sera principalement l'objet du second run.

L'expertise développée sur le dépôt de couches magnétiques aura des applications dans d'autres domaines, par exemple pour des micro-moteurs, des micro-générateurs ou des bio-MEMS. Une équipe du G2ELab, en collaboration avec le CEA-LETI et l'Institut Néel, conçoit des dispositifs de lévitation diamagnétique [1]. Ce type de dispositif requiert des champs magnétiques importants (pour aimanter les particules diamagnétiques) et des gradients de champ importants pour avoir des forces conséquentes. Des applications dans le domaine des bio-MEMS pour le guidage des cellules sont envisagées. Sur la Figure 1, le schéma de principe de la lévitation diamagnétique et un exemple de dépôt de NdFeB à texture hors du plan pour cette application.

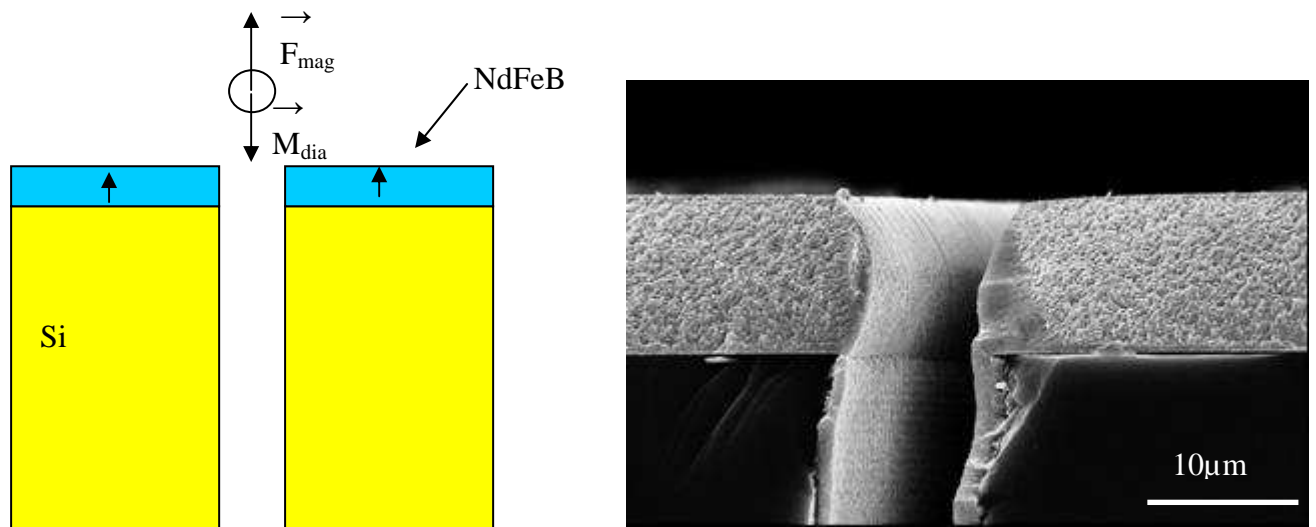


Figure 1 : principe d'un dispositif pour la lévitation diamagnétique et vue en coupe d'un substrat gravé et avec dépôt de NdFeB pour la mise en oeuvre de ce principe [1]
(Principle of a diamagnetic levitation system and SEM cross section view of a patterned substrate with a NdFeB film for diamagnetic levitation) [1]

Les travaux sur les couches magnétiques dures peuvent aussi avoir des applications dans le but de produire des champs magnétiques permanents, par exemple pour les dispositifs non réciproques à ferrite [2]. Parmi ces dispositifs, on compte les isolateurs, qui permettent de faire passer un signal RF dans un sens mais pas dans l'autre, ou les circulateurs, composants à 3 entrées-sorties dont le comportement est décrit Figure 2.

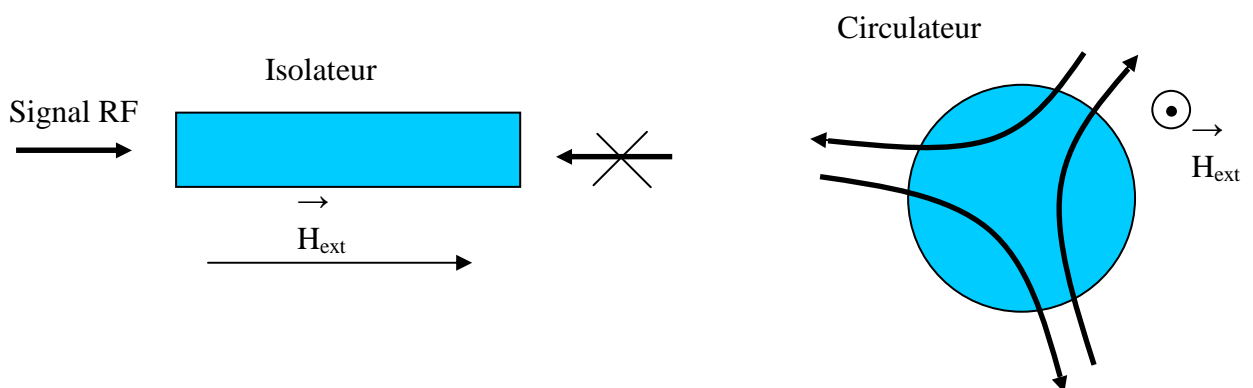


Figure 2 : principe de fonctionnement d'un isolateur et d'un circulateur RF [2]
(Principle of RF insulator and circulator) [2]

Dans la suite des travaux, il serait intéressant de développer le recuit laser des couches magnétiques. Cette technique permettrait de ne chauffer le substrat que de manière localisée

et réduit les risques d'endommagement des empilements technologiques déjà présents sur le substrat. Ensuite, cela permettrait d'alterner des zones douces (amorphes) et des zones dures (recuites et cristallisées). Si, par exemple, on arrive à localiser le recuit à des dimensions inférieures à 10 μm , il est envisageable de concevoir des structures telles que celles simulées dans le chapitre I, à savoir des microswitchs avec des parties dures aimantées verticalement et dans le même sens, séparées par un matériau doux.

Le chauffage laser peut aussi être utilisé pour l'écriture magnétique. Ce principe, illustré sur la Figure 3 et développé sur des couches magnétiques épaisses par N. Dempsey en collaboration avec R. Grechishkin de l'université de Tver (Russie), utilise le fait que la coercivité diminue avec la température. Une couche magnétique dure, qui a été précédemment saturée dans une direction, est soumise à un champ magnétique opposé inférieur au champ coercitif à température ambiante. Le chauffage par laser à travers un masque entraîne localement une élévation de la température qui fait chuter la coercivité et, du fait du champ magnétique appliqué, les zones chauffées s'orientent dans la direction opposée au reste du film.

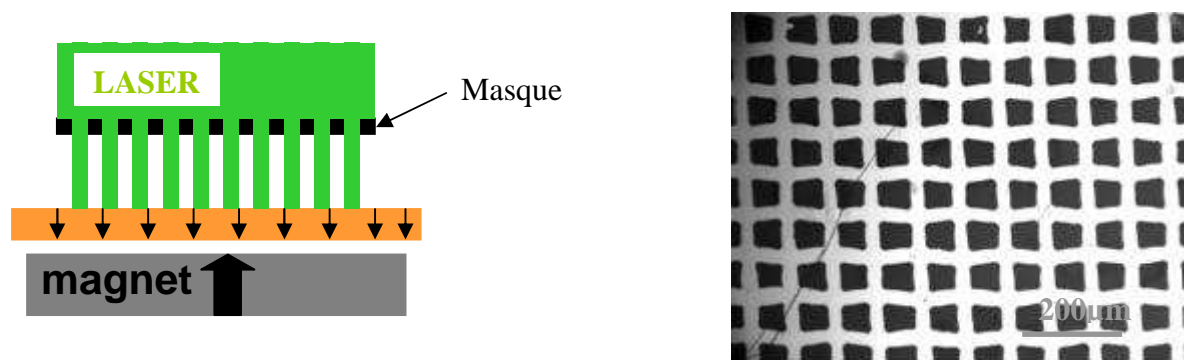


Figure 3 : principe de l'écriture magnétique et observation d'une couche de NdFeB avec motifs magnétiques à travers un film magnéto-optique (Principle of magnetic writing and observation of a magnetically patterned NdFeB film with a magneto-optical film)

Si on arrive à appliquer ce principe à des échelles inférieures à 10 μm , il devient là aussi envisageable d'utiliser ce principe pour développer des microsystèmes magnétiques avec pôles alternés. A ces échelles, le défi est d'aimanter les différentes parties de la couche sur toute la profondeur.

Enfin, il est envisageable de réaliser des couches plus minces par notre méthode de dépôt afin de les intégrer dans des NEMS. Des couches de NdFeB et de SmCo de 200 nm ont été réalisées. Des paramètres sont à ajuster, mais les résultats sont prometteurs. Des couches jusqu'à 20 nm de FePt sont d'autre part étudiées par notre groupe. Ces couches présentent des coercivités $\mu_0 H_c$ de l'ordre de 1 T et ont une rémanence d'environ 0.6 T. L'utilisation de matériaux magnétiques dans des NEMS est d'autant plus intéressante que nous avons démontré que les lois d'échelle sont favorables aux réductions des tailles dans les systèmes magnétiques.

Bibliographie

[1] H. Chetouani, V. Haguët, C. Jeandey, C. Pigot, A. Walther, N. M. Dempsey, F. Chatelain, B. Delichant and G. Reyne, Transducers07, Lyon, France, 2007

[2] M. Valetas, Couches minces magnétiques pour applications hyperfréquences : étude des Samarium-Cobalt et des Néodyme-Fer-Bore par pulvérisation radiofréquence magnétron, mémoire de thèse, Université de Limoges, 2003

Annexe : matériaux magnétiques durs

Des informations essentielles concernant les propriétés magnétiques des matériaux sont représentées sous la forme de cycle d'hystérésis. On y trace l'évolution quasistatique de l'aimantation en fonction du champ magnétique appliqué (Figure 1).

Les données importantes se trouvant dans un cycle d'hystérésis sont :

- l'aimantation à saturation M_s , c'est-à-dire l'aimantation du matériau lorsque les moments magnétiques sont tous orientés dans la même direction (celle du champ magnétique appliqué)
- l'aimantation rémanente M_r , c'est-à-dire l'aimantation en champ nul
- la coercivité H_c ; le champ coercitif est le champ externe qui annule l'aimantation. Il représente la difficulté à renverser une aimantation par un champ magnétique opposé.

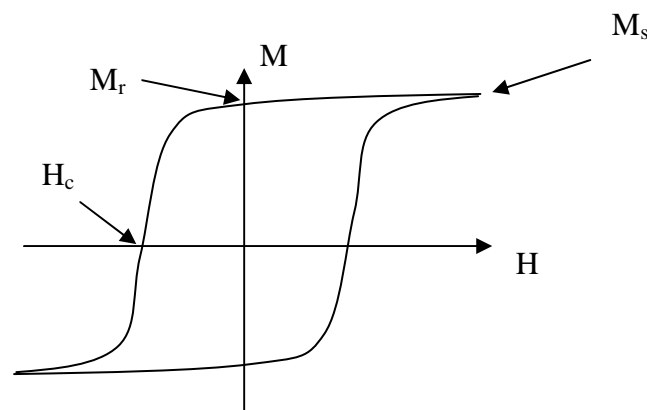


Figure 1 : exemple de cycle d'hystérésis magnétique
(Example of a magnetic hysteresis loop)

Usuellement dans les matériaux magnétiques durs, on cherche à maximiser M_r et H_c .

Un matériau magnétique dur possède toujours une anisotropie. On peut soit exploiter l'anisotropie de forme (comme dans les aimants AlNiCo) ou l'anisotropie magnétocristalline. Dans le cas d'aimants à base de terres rares, c'est cette dernière qu'on exploite. Le moment magnétique que porte un matériau cristallin minimise l'énergie du système s'il est orienté dans une direction ou un ensemble de directions définies par la structure cristalline ; il faut fournir une énergie pour dévier le moment magnétique de ces orientations stables. Prenons le cas le plus fréquent où il y a un axe dit de facile aimantation. Un matériau magnétique dur est intrinsèquement caractérisé par son aimantation à saturation M_s , qui représente la quantité volumique de moment magnétique, et son champ d'anisotropie magnétocristalline H_A , qui représente la difficulté à écarter le moment magnétique de l'axe de facile aimantation. Dans le cas où on a un monocristal idéal et sans défaut, les cycles d'hystérésis seraient ceux de la Figure 2.

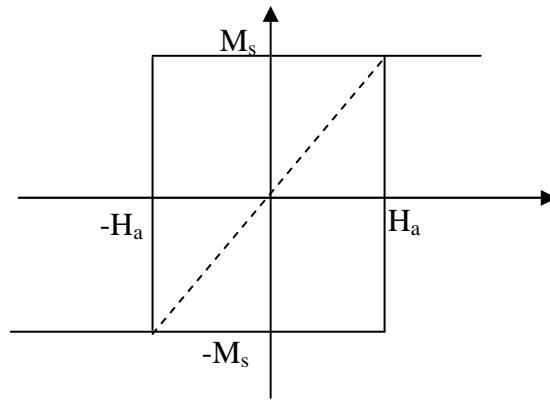


Figure 2 : exemple de cycle d'hystérésis magnétique d'un monocristal parfait dans la direction de l'axe de facile aimantation (trait plein) et dans une direction orthogonale (trait pointillé)
(Example of magnetic hysteresis loop of a defect free monocrystal in the easy axis direction (solid), and in the direction perpendicular to the easy axis (dash))

Dans la pratique, M_r est toujours inférieur à M_s et leur ratio dépend essentiellement de la texture cristalline, c'est-à-dire de l'orientation des grains dans un polycristal, et H_c est toujours sensiblement inférieur à H_A à cause de la présence de défauts.

Le défi auquel nous avons à faire face lors de l'élaboration de matériau magnétique dur est :

- de maîtriser la microstructure et les défauts pour maximiser la coercivité.
- d'obtenir une texture cristallographique permettant d'avoir la plus grande rémanence dans une direction donnée

Nous allons illustrer maintenant le rôle de la texture cristallographique.

Supposons un matériau dans lequel les grains sont orientés aléatoirement. Si on applique un fort champ magnétique dans une direction, tous les moments de tous les grains vont s'orienter dans cette direction. Si on supprime ensuite ce champ, les moments vont revenir vers l'axe de facile orientation, dans le sens tel qu'ils contribuent à une aimantation dans la direction du champ précédemment appliqué. Dans ce cas, l'aimantation rémanente vaut la moitié de l'aimantation à saturation (moyenne sur une demi-sphère) (Figure 3).

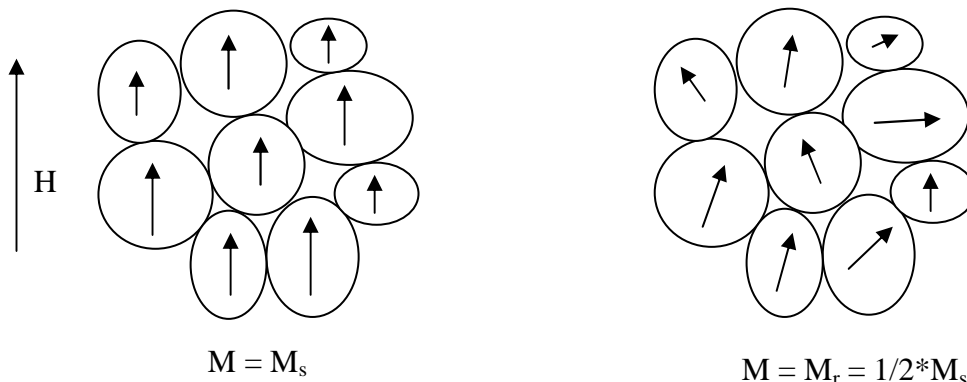


Figure 3 : comportement magnétique de grains orientés aléatoirement
(Magnetic behaviour of randomly oriented grains)

Si, au contraire les grains sont tous orientés dans la même direction, après saturation de l'aimantation par un champ extérieur selon cette direction, l'aimantation de tous les grains

reste dans cette même orientation sans champ et dans ce cas, l'aimantation rémanente est égale à l'aimantation à saturation. Si on aimante ce matériau dans une direction orthogonale, la rémanence sera nulle, car les moments reviendront selon l'axe de facile aimantation (Figure 4).

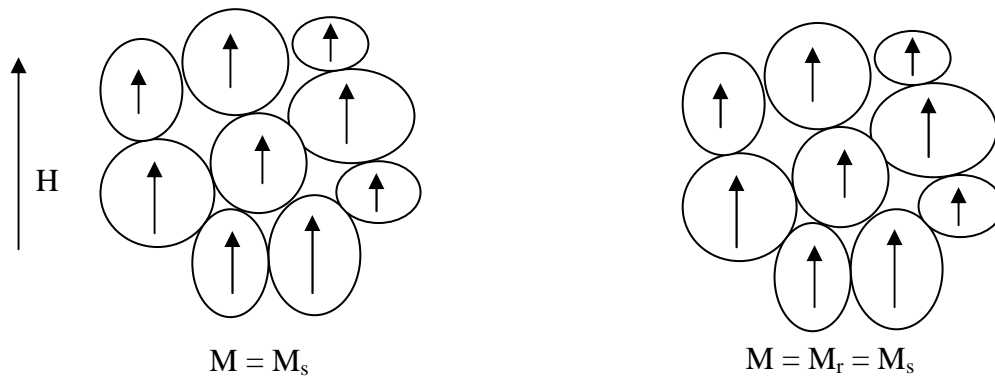


Figure 4 : comportement magnétique de grains orientés dans la même direction
(Magnetic behaviour of grains oriented in the same direction)