

Couches minces magnétiques élaborées par pulvérisation cathodique RF

Jean-Pierre Chatelon

▶ **To cite this version:**

Jean-Pierre Chatelon. Couches minces magnétiques élaborées par pulvérisation cathodique RF. Electronique. Université Jean Monnet - Saint-Etienne, 2008. tel-00788464

HAL Id: tel-00788464
https://theses.hal.science/tel-00788464

Submitted on 14 Feb 2013

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.

HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

Spécialité : Electronique

Université Jean Monnet Saint-Étienne

Présentée par :

Jean-Pierre CHATELON

Maître de Conférences

Docteur de L'Université Claude Bernard de Lyon 1

Soutenue le 18 juin 2008 devant le jury :

Professeur Annie BESSAUDOU	Rapporteur	XLIM, Université Limoges
Professeur Daniel BARBIER	Rapporteur	INL, INSA Lyon
Dir. Recherches Dominique GIVORD	Rapporteur	Institut Néel, CNRS Grenoble
Professeur Jean-Jacques ROUSSEAU	Directeur HDR	DIOM, Université St-Etienne
Professeur Didier VINCENT	Examinateur	DIOM, Université St-Etienne

Remerciements

Dans un premier temps, j'adresse mes vifs remerciements aux différentes personnes qui constituent mon jury d'HDR. Je sais que ce travail supplémentaire peut-être long alors qu'ils ont un emploi du temps très chargé de part leurs nombreuses compétences. J'espère que ce manuscrit leur a permis de se faire un jugement juste et rapide sur mes activités.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à J.J. Rousseau qui a dirigé ce travail. En tant que Directeur du DIOM, il m'a accueilli dans son laboratoire. J'ai pu à maintes reprises bénéficier de ses compétences scientifiques, techniques et humaines. Si le laboratoire est reconnu aujourd'hui en France, dans le domaine des hyperfréquences, c'est en parti grâce à Jean-Jacques.

Le DIOM est une équipe, et comme dans toutes les équipes, pour que le travail avance, il est nécessaire qu'il y ait de la solidarité, de la complémentarité et même de la complicité. Merci à tous mes collègues et Amis du DIOM.

Ce travail a aussi avancé grâce à de nombreux stagiaires et doctorants. Sans eux, nous n'en serions pas là. Je les en remercie.

Je ne saurais oublier tous les collègues Stéphanois, Villeurbannais, Grenoblois et Limougeauds… qui ont tous participé à une "manip", une réflexion, une interprétation, une collaboration ou encore un calcul. Je les en remercie vivement.

Enfin, je remercie particulièrement mes collègues de l'IUT avec qui c'est un plaisir de parler d'Environnement, d'Acoustique, de Vide, etc…

Et surtout : ma famille, Sandrine, Lucie et Lauric

Présentation

Ce document représente ma candidature à l'habilitation à diriger des recherches au sein de l'Université Jean Monnet de Saint-Étienne..

Vous trouverez dans ce document un Curriculum Vitae détaillé et une synthèse de mes travaux de recherche.

- Le Curriculum Vitae exhaustif fait apparaître la chronologie de mes activités dans les domaines de l'enseignement et de la recherche. Dans ce CV vous trouverez une liste des travaux et publications, une liste des mémoires dirigés
- La synthèse des travaux de recherche met en évidence les problématiques abordées et leurs positions dans le champ scientifique national et international.

Bonne lecture…

Partie 1 : Curriculum vitae détaillé incorporant une synthèse des activités d'enseignement et de recherche 5

Partie 2 : Travaux de recherche 39

CURRICULUM VITAE DETAILLE

SOMMAIRE

PARTIE 1

CURRICULUM VITAE

1 CURRICULUM VITAE 9

1.1 Etat civil 9

1.2 Situation professionnelle actuelle 9

1.3 Formation Universitaire 9

1.4 Expériences et Parcours professionnel 10

2 ACTIVITES D'ENSEIGNEMENT 11

2.1 Résumé des activités pédagogiques 11

2.1.1 Université Claude Bernard, Lyon1 12

2.1.2 Département Génie Biologique, Génie de l'Environnement, IUT St-Etienne .. 13

2.1.3 Autres enseignements 15

2.2 Responsabilités administratives 16

3 ACTIVITES DE RECHERCHE 17

3.1 Thèmes de recherches 17

3.1.1 Dépôts de couches minces par la voie sol-gel (1992-1997) 18

3.1.2 Caractérisation par mesure de contraintes in situ de dépôts obtenus par pulvérisation DC magnétron (1997-1999) 19

3.1.3 Dépôts de couches minces par pulvérisation RF pour des applications dans le domaine des hyperfréquences ou dans le domaine optique (depuis 1999) 20
3.2 Rayonnement scientifique 23
3.2.1 Congrès et workshops 23
3.2.2 Référé dans des journaux scientifiques internationaux 23
3.2.3 Projets et contrats 24
3.3 Responsabilités 26
3.4 Encadrement 26
3.5 Production scientifique 29
3.5.1 Revues internationales avec comité de lecture 30
3.5.2 Communications internationales avec actes et comité de lecture 31
3.5.3 Communications internationales sans actes 33
3.5.4 Communications nationales avec actes et comité de lecture 33
3.5.5 Communications nationales sans actes, Workshops 34
4 INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES 35
5 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES 35

1 CURRICULUM VITAE

1.1 Etat civil

Jean-Pierre CHATELON

Date de naissance : 05 octobre 1968 à Saint-Étienne

Situation familiale : marié, 2 enfants

Adresse personnelle : 16 rue Jean Rullière 42230 Roche La Molière

☎ : 04 77 50 47 45

1.2 Situation professionnelle actuelle

Maître de Conférences depuis septembre 1997 :

Recherche : Laboratoire des Dispositifs et Instrumentation en Optoélectronique et Micro-ondes (DIOM, EA 3523) de l'Université Jean Monnet de Saint-Étienne : Dépôts par pulvérisation RF de couches minces pour l'optoélectronique et l'électronique.

Enseignement : Département Génie Biologique, Génie de l'Environnement, Institut Universitaire de Technologie (IUT) de Saint-Étienne. Responsable Enseignement d'automatisme.

DIOM

Université Jean Monnet

23, rue du Docteur Paul Michelon

42023 Saint-Étienne cedex 2

☎ 04 77 48 50 80

Département Génie Biologique

Génie de l'Environnement, IUT

Université Jean Monnet

28, Avenue Léon Jouhaux

42023 Saint-Étienne cedex 2

☎ 04 77 46 33 49

💻 chatelon@univ-st-etienne.fr

1.3 Formation Universitaire

20 septembre 1995 : Thèse de Doctorat de l'Université Claude Bernard de Lyon (UCBL), spécialité : dispositifs de l'électronique intégrée (mention très honorable).

Jury : A. Cachard, Professeur, LTSI, Université Saint-Étienne
J. Dumas, Professeur, DPM, Université Lyon 1
B. Equer, Directeur de Recherche, LPICM, Ecole Polytechnique Palaiseau

J. Mugnier, Professeur, LPMCL, Université Lyon 1
J.A. Roger, Professeur, DPM, Université Lyon 1
D. Sarti, Directeur de Recherches, Photowatt International

Formation en enseignement organisée par le Centre d'Initiation à l'Enseignement Supérieur (Moniteur de l'enseignement supérieur 1992-1995)

1991 : DEA des dispositifs de l'électronique intégrée, option Physique des semi-conducteurs. INSA Lyon (mention bien).

1990 : Maîtrise de Physique, filière électronique et microélectronique, UCBL (mention bien).

1989 : Licence de Physique UCBL.

1988 : DUT Mesures Physiques, option 'Techniques instrumentales', IUT Saint-Étienne.

1.4 Expériences et Parcours professionnel

1986-1991 : Emploi saisonnier bureau de Poste de Villars, distribution, tri, guichet

1988 : Stage de fin d'étude IUT dans l'équipe spectroscopique du CNRS de Saint-Étienne.

1991 : Stage de DEA au Département Physique des Matériaux de l'Université Claude Bernard Lyon1 "Etude de films minces d'oxyde d'étain obtenus par la méthode sol-gel". Directeur de stage : J.A. Roger, Professeur.

1991-1992 : Service militaire effectué dans une compagnie d'instruction, La Valbonne.

1992-1995 : Doctorant au Département Physique des Matériaux de l'Université Claude Bernard, Lyon1 : "*Etude de différents paramètres d'élaboration de films minces d'oxyde d'étain obtenus par la technique Sol-Gel*". Directeur de thèse : J.A. Roger, Professeur.

1995-1997 : Attaché Temporaire à l'Enseignement et à la Recherche (½ poste) au Département Physique des Matériaux de l'Université Claude Bernard, Lyon1.

Depuis septembre 1997 : Maître de Conférences à l'Université Jean Monnet de Saint-Étienne. Les deux premières années au sein du Laboratoire de Physique des Procédés sous vide et depuis septembre 1999 au Laboratoire des Dispositifs et Instrumentation en Optoélectronique et Micro-ondes (DIOM).

2 ACTIVITES D'ENSEIGNEMENT

Dans une carrière de Maître de Conférences, l'enseignement est une activité passionnante et très prenante. Dans ce chapitre le résumé des enseignements et les différentes responsabilités liées à la pédagogie seront énoncés.

2.1 Résumé des activités pédagogiques

Depuis 1992, j'ai participé avec différents statuts à différentes formations dans des universités de la région Rhône-Alpes. J'ai exercé 3 ans (1992-1995) en tant que Moniteur de l'Enseignement Supérieur puis 2 ans (1995-1997) en tant qu'Attaché Temporaire de l'Enseignement et de la Recherche (1/2 poste d'enseignement) à l'Université Claude Bernard de Lyon 1. Depuis 1997, je suis Maître de Conférences à l'Institut Universitaire de Technologie de Saint-Étienne (Université Jean Monnet) dans le département Génie Biologique, option Génie de l'Environnement (GBGE). Je décris d'une façon synthétique le type d'enseignement que j'ai dispensé, le type de public et le volume horaire (Tableau 1).

Année	Enseignement	Type	V.H.T.*	Niveau	Localisation
1992-1995	Electronique	TP	119h	2ème année de DEUG, filière Physique	Univ. C. Bernard Lyon1
	Electronique	TD	48h		
	Mesures Physiques	TP	17h	1ère année de DEUG, filière Mathématiques et filière Physique	
	Electronique	TP	8h	1ère année de DEUG, filière Technologies Industrielles	
1995-1997	Technologie des Circuits intégrés	TP	64h	DESS EEA	
	Electronique	TD	48h	Licence de Physique, U.V. d'électronique	
	Electronique	TP	24h		
	Electronique	TP	32h	2ème année de DEUG, filière Physique	
	Electronique	TD	24h		
1997-2000	Physique générale	TP	227h	1ère année DUT	Génie Biologique Génie de l'Environnement IUT Saint-Etienne
1997-	Automatisme et Electrotechnique	CM	225h	2ème année DUT	
		TD	486h		
		TP	654h		
	Acoustique	TP	89h		
	Hydraulique	TP	89h		
	Projets tutorés	3 à 5 par an			
	Visites entreprises	1 à 2 par an			
	Stages	5 à 7 par an			
2006-	Energies renouvelables	CM	6,5h		
		TD	13,5h		
		TP	24h		
1998-	Suivi Alternants	1 à 2 par an		Licence Professionnelle TECHVIMAT	Dpt. Mesures Physiques IUT Saint-Etienne
2002-	Projets tutorés	1 par an			
2005-	Caractérisations électriques et magnétiques de couches minces	CM	3h		
	Automatisme pour équipement sous vide	CM	6h		
2005-07	Les couches minces déposées sous vide	CM	5h	2ème année DUT	Dpt. Mesures Physiques IUT Annecy
2007	Projets tutorés	1		2ème année DUT	Dpt. Gestion des Entreprises et Administrations IUT Saint-Etienne

Moniteur
ATER
Maître de Conférences

* : volume horaire total, équivalent TD

Tableau 1: Descriptif des activités pédagogiques et du volume horaire total que j'ai réalisé

2.1.1 Université Claude Bernard, Lyon1

Lors des 5 années d'enseignement à l'Université Claude Bernard de Lyon1, j'ai enseigné essentiellement de l'Electronique dans les 3 années de ce qui est appelé maintenant

la L1, L2 et L3. Les programmes se résumaient ainsi : redressement-filtrage, divers transistors (bipolaire, MOS etc…), amplification, oscillateurs et modulation-démodulation. J'ai aussi abordé l'utilisation des amplificateurs opérationnels pour différents capteurs en Mesures Physiques. Les TP de Technologie des circuits intégrés consistaient en la réalisation d'un circuit test en technologie MOS. Ces TP se déroulaient en salle blanche (au Centre Inter-Universitaire de Micro-Electronique de Grenoble) et s'adressaient à des étudiants du DESS (équivalent à la 2ème année du Master "Pro" actuel) EEA de Lyon. La gestion de ces TP était sous ma responsabilité.

2.1.2 Département Génie Biologique, Génie de l'Environnement, IUT St-Etienne

Lors de mon arrivée à Saint-Étienne, il m'a été confié la mise au point, la gestion et la mise en application de l'enseignement complet du module d'Automatisme et Electrotechnique. L'éternelle question que tous membres de sensibilité "Electronique, Electrotechnique et Automatisme" me posent régulièrement est : mais pourquoi enseigne-t-on ces matières à des Biologistes ? Je me permets donc de décrire brièvement le Département Génie Biologique, option Génie de l'Environnement. Ce département a été créé en 1996 sur l'initiative de professionnels du Pôle de l'Eau de Saint-Étienne (devenu CIRIDD). Il a pour objectif de former des techniciens supérieurs polyvalents qui auront une bonne connaissance du fonctionnement des milieux et du droit de l'environnement, seront capables d'effectuer des analyses physiques, chimiques et micro-biologiques dans un cadre normatif, d'évaluer les risques. Ces futurs techniciens devront avoir les connaissances des solutions de traitement des déchets et des différentes pollutions (air, eau, sols). Par conséquent les traitements des eaux potables ou usées sont des domaines importants de cette formation, un étudiant doit avoir un minimum de compétences en automatisme, électricité et électrotechnique. Enfin, une licence professionnelle "Ingénierie et Exploitation des Eaux" créée en partenariat avec la Faculté des Sciences de Saint-Étienne et l'Institut Rural de la Loire est proposée dans le cadre du LMD.

J'ai rejoint le département en 1997 au moment de l'entrée des étudiants de la 1ère promotion en 2ème année. L'objectif du cours qui m'a été confié est d'apporter un savoir et un protocole technique aux étudiants afin qu'ils soient capables de décrire un système automatisé au niveau des capteurs et des actionneurs, et de lire un programme d'automaticien. Ils doivent pouvoir reconnaître les différents constituants d'un automatisme, afin de détecter l'emplacement de pannes autant au niveau de l'automatisme qu'au niveau d'une armoire de

commande électrique. Ce cours n'a pas la prétention de former des automaticiens ou électrotechniciens, mais d'apporter aux étudiants un minimum de compétences afin d'être plus rapidement intégrés dans leur nouvel environnement de travail.

Le cours se décompose en deux parties : une partie automatisme et une partie électrotechnique. Dans la 1ère partie du cours, je définis les objectifs de l'automatisme, la structure et le codage de l'information. La partie commande est exposée selon la logique câblée et la logique programmée (programmation d'un Automate Programmable Industriel à l'aide du logiciel commercial : AUTOMGEN). Naturellement, les parties opératives (capteurs, détecteurs et actionneurs) et interfaces sont illustrées essentiellement avec des composants liés à l'environnement de travail des étudiants (stations d'épuration ou de traitement des eaux potables), ainsi des exemples comportant des composants pneumatiques sont utilisés. Cette partie se termine par une initiation à la supervision. La régulation et l'asservissement ont été supprimés lors du passage à la semestrialisation.

Concernant la seconde partie du cours, en préambule je délivre aux étudiants une formation sur la protection et la sécurité des hommes et des appareils basée sur le passage de l'habilitation électrique de type BR. Ensuite, je donne le principe de la production de l'énergie électrique et nous enchaînons par les systèmes triphasés. Enfin, deux machines électriques sont étudiées plus précisément : le moteur asynchrone (90% des moteurs dans les stations d'épuration et de traitements des eaux) et la génératrice continue.

Le volume horaire par étudiant est le suivant : 15h de cours magistraux, 18h de travaux dirigés et 36h de travaux pratiques moyennés sur ces dernières années. Naturellement, ne pouvant encadrer tous les TP, des heures sont accomplies par deux vacataires.

Depuis 2006, la semestrialisation de l'enseignement a modifié de façon importante l'organisation des cours. Ainsi un petit module sur les énergies renouvelables a été crée. Une partie de ce cours est gérée par l'ADEME et/ou Héliose (partie économique et législative), et je m'occupe de la partie technique dans laquelle je donne les différentes énergies possibles avec leur principe, leurs avantages et inconvénients. Le volume horaire par étudiant est de 4,5h de cours, 4,5h de TD et 3h de TP.

Dans ce département, afin d'avoir une vision plus large de la formation j'ai participé les trois premières années aux travaux pratiques de physique générale (électricité, optique, hydraulique et thermique) en première année. Ensuite, j'ai encadré des travaux pratiques d'acoustique du bâtiment (prise de mesures et dépouillement) et d'hydraulique (pertes de charges dans un circuit et étude hydraulique de pompes) au niveau de la deuxième année.

Dans le département GBGE, les étudiants doivent accomplir durant leur cursus deux projets tuteurés équivalents à un volume horaire de 150h par an. L'équipe pédagogique doit se partager le tutorat de la quarantaine de projets. Ces projets visent à apprendre à entrer en contact avec des personnes extérieures à l'IUT et en relation avec le monde de l'environnement, à travailler en autonomie et en groupe et à utiliser les moyens de recherche bibliographiques et informatiques. A partir des données collectées les étudiants doivent réaliser un travail de synthèse, rédiger un rapport répondant à un cahier des charges et enfin exposer oralement leur travail.

Enfin un stage de 10 semaines clôt la formation, chaque étudiant est suivi par un tuteur enseignant qui le conseil pendant ces quelques semaines. L'équipe pédagogique est constituée de 13 enseignants permanents et les promotions comportent en moyenne 70 étudiants en 2ème année. En conséquence le nombre d'étudiants à suivre en stage est toujours très important.

2.1.3 Autres enseignements

Le département Mesures Physiques de l'IUT de Saint-Étienne me sollicite pour différentes actions. Dès 1998, les responsables de la formation par alternance "Techvimat" (**Tech**nique du **Vi**de et **Mat**ériaux) m'ont demandé de suivre un alternant (ou deux ces dernières années) lors de son travail dans l'entreprise. Ce suivi se matérialise par 3 visites par an sur site.

Cette formation devenue une Licence Professionnelle ("Production du Vide et Traitement sous Vide des Matériaux"), des projets tutorés et des modifications dans le programme ont été à l'origine de mon implication. Chaque année j'encadre un projet tutoré "technico-économique", et j'expose un cours d'automatisme appliqué aux machines sous vide (6h par an) et un cours sur les caractérisations électriques et magnétiques sur les couches minces (3h par an). Cette licence comporte une vingtaine d'étudiants. En plus du diplôme Universitaire, cette formation délivre une Qualification Professionnelle intitulée "Technicien(ne) en système de production du vide" par l'intermédiaire de l'UIMM (Union des Industries et des Métiers de la Métallurgie) :

Dans un autre département Mesures Physiques, situé à l'IUT d'Annecy, j'ai réalisé une conférence pour les deux années universitaires 2005-07, sur le dépôt de couches minces sous vide. Les étudiants ont une vision de la technologie sous vide, les enseignants de ce

département m'ont demandé cette conférence afin de faire le lien entre le vide et les matériaux.

Cette année 2007-2008, je participe à l'encadrement d'un projet tutoré au département GEA de l'IUT de Saint-Etienne sur une étude de marché concernant l'installation de panneaux solaires thermiques.

2.2 Responsabilités administratives

Depuis 2006, je suis membre élu au conseil de l'IUT et tant que représentant des Maîtres de Conférences.

Seul enseignant de la section E.E.A. du département Génie Biologique, j'ai dû mettre en place et programmer entièrement l'enseignement du cours d'automatisme dans ce département (cours, TD et TP), enseignement qui débutait cette année-là. Seul, j'ai du mettre en place l'organigramme du cours et l'organisation des travaux pratiques. Ce travail varié et plein d'intérêt comportait l'achat de tout le matériel, (excepté les chaises et les tables), l'installation de prises triphasées qui n'avaient pas été prévue, la mise au point des TP. La recherche et la gestion des vacataires intervenants en Travaux Pratiques d'automatisme fait partie de mon travail.

La responsabilité de la ligne budgétaire Physique - Automatisme au sein du département m'a été confiée dès 1998. Et dès 1997, une politique de gestion des rapports de projets tuteurés et des rapports de stages au sein du département GBGE a été mise en place afin que les étudiants puissent consulter les archives. J'accomplis ce travail de bibliothécaire depuis son instauration.

Le département n'ayant qu'une douzaine de titulaires enseignants (13 depuis 2007), de nombreuses tâches administratives nous incombent : nous devons tous mettre la main aux dossiers de candidatures à l'entrée dans le département, présenter le département aux différents salons d'étudiants ou encore encadrer chaque année des visites en entreprises (station d'épuration, incinérateurs etc…).

Depuis septembre 2005, je suis membre du comité de pilotage de la licence Professionnelle "Techvimat" et à ce titre je fais aussi partie du jury d'audition de candidats en vue de l'obtention de cette licence professionnelle par Validation d'Acquis de l'Expérience (V.A.E.). La V.A.E. permet d'obtenir une partie ou la totalité d'un diplôme, par validation

d'activités ou expériences professionnelles exercées pendant 3 ans au moins, en relation avec le diplôme concerné.

Toutes les années, je participe aux entretiens d'entrée des deux licences professionnelles proposées par le département Mesures Physiques de l'IUT : la licence "Techvimat" déjà présentée et la licence professionnelle "Avtech" (Mesures et Essais en Acoustique et Vibrations).

Durant deux années j'ai été représentant du département dans la commission "Bien Vivre à L'IUT" qui a pour objectif l'amélioration du cadre de vie des étudiants et personnels de l'IUT.

3 ACTIVITES DE RECHERCHE

La seconde mission d'un enseignant-chercheur est d'assurer le développement de la recherche fondamentale et/ou appliquée. Dans mon cas, mon intérêt s'est toujours porté vers les applications. A partir du stage de DEA, les couches minces ont été le fil conducteur entre mes 15 années de recherche. J'ai commencé par l'élaboration de couches d'Oxyde Transparent et Conducteur pour des applications dans le photovoltaïque, puis par l'étude in-situ des contraintes intrinsèques de couches de chrome pour des applications en mécanique et décoration. Actuellement mes activités sont centrées sur l'étude de couches magnétiques pour des applications dans le domaine des hyperfréquences (télécommunication par exemple). La plus grande partie de cette présentation sera relative à mes dernières années à Saint-Étienne.

3.1 Thèmes de recherches

Mon activité de recherche s'est déroulée dans deux universités de la région Rhône-Alpes :

1992-1997 Allocataire de recherche puis Attaché Temporaire à l'Enseignement et à la Recherche au Département Physique des Matériaux (DPM) de l'Université Claude Bernard de Lyon. Ces activités ont été sous la responsabilités du Professeur J.A. Roger (section CNU 63).

Depuis 1997 : Maître de conférences à l'Université Jean Monnet de Saint-Étienne. De septembre 1997 à septembre 1999, je faisais partie du laboratoire L2PV (Laboratoire de Physique des Procédés sous vide), laboratoire dissous en 1999, le directeur était le Professeur

M. Courbon (section de rattachement 63). Ce laboratoire était situé au sein de l'IUT. Depuis, je suis au laboratoire DIOM (Dispositifs et Instrumentation en Optoélectronique et Micro-ondes) dont le directeur du Laboratoire est le Professeur J.J. Rousseau (section de rattachement 63).

Mon activité de recherche est centrée sur le dépôt de couches minces. Différents matériaux, oxydes (Oxyde d'étain, Hexaferrite de Baryum, Grenat de Fer et d'Yttrium) ou conducteurs (Chrome, cuivre) sont élaborés par différents procédés (dip-coating, pulvérisation DC ou RF).

3.1.1 Dépôts de couches minces par la voie sol-gel (1992-1997)

Cette initiation à la recherche s'est déroulé au DPM, laboratoire de taille importante, une soixantaine de permanents à l'époque. L'objet de ce travail était l'étude des caractérisations électriques et optiques de couches minces d'oxyde d'étain obtenues par la méthode sol-gel. Ce matériau est un Oxyde Transparent et Conducteur, il doit faire le compromis entre une transparence dans le visible et une bonne conductivité électrique. Ainsi de nombreuses applications sont envisageables : écran plat, électrode transparente pour cellules solaires, capteurs… Le compromis entre transparence optique et conductivité électrique est difficile à trouver. Les propriétés électriques et optiques étant très sensibles à la morphologie des couches minces, une technique connue mais non utilisée pour ce matériau a été développé au début de mon D.E.A. pour se poursuivre en thèse. L'étude des paramètres d'élaboration a permis d'approcher cet objectif [Chatelon, 1999]. Ce matériau dopé avec de l'antimoine présente une transmission optique de 76% dans le visible et une résistivité électrique de $4{,}5.10^{-3}\Omega$.cm pour des films d'une épaisseur de 500nm.

Cette première mission m'a apporté des compétences diverses dans le domaine de l'élaboration de couches minces par une technique dite "humide", mais aussi par une technique physique dite "sèche": l'évaporation sous vide par faisceau d'électrons afin de déposer des électrodes conductrices (or) ou des couches d'oxyde (silice). Enfin, j'ai pu utiliser de nombreuses techniques de caractérisations incontournables pour l'optimisation de couches minces :

- Caractérisations morphologique et structurale : Microscopie Electronique à Transmission à Haute Résolution (METHR), Microscopie Electronique à Balayage (MEB), Diffractions des rayons X, Spectrométrie de Rétrodiffusion

de Rutherford (RBS), Microscopie Raman, Spectrométrie de Masse des Ions Secondaires (SIMS) et Spectrométrie Photoélectronique de rayons X (XPES).

- Techniques Optiques : Spectrophotométrie (UV, visible, IR), Ellipsométrie à une longueur d'onde, Technique du guide de lumière et Spectroscopie des lignes noires.
- Electrique : Méthode des 4 pointes, mesures capacitives.
- Mécaniques : Profilométrie.

Ce travail a fait l'objet d'une collaboration avec Photowatt International. Le produit avait rempli le cahier des charges des exigences de cette entreprise du point de vue électrique et optique, mais le transfert de technologie n'a pas été possible en raison d'une durée du traitement thermique trop longue (2 heures).

3.1.2 Caractérisation par mesure de contraintes in situ de dépôts obtenus par pulvérisation DC magnétron (1997-1999)

Le laboratoire L2PV était une très petite structure, à mon arrivée, nous étions seulement trois enseignants-chercheurs titulaires. Les objectifs du laboratoire étaient axés sur la caractérisation des couches plutôt que sur l'élaboration. Des collaborations avec le groupe HEF (spécialiste de dépôts de couches minces) étaient à l'origine d'étude sur des dépôts de chrome élaborés par pulvérisation cathodique DC au sein du laboratoire. Les dépôts de chrome sont utilisés entre autres pour la décoration (adhérence de l'or sur le plastique du bouchon, en cosmétique) ou la protection (pare chocs : acier recouvert d'une couche d'accrochage de chrome recouverte d'une couche brillante de nickel).

La connaissance des contraintes de la couche mince déposée est importante par rapport au phénomène d'adhérence. Habituellement la mesure est réalisée à posteriori ; l'échantillon est sorti de l'enceinte, et la contrainte totale est évaluée. Avant mon arrivée au L2PV, une méthode dont l'originalité est de suivre l'évolution de la contrainte intrinsèque pendant la phase de dépôt a été mise au point.

Afin de compléter cette étude et d'observer des contraintes en compression liées à la densification des films, nous avons polarisé le porte substrat afin d'obtenir des couches plus denses. Dans une publication [Gautier, 2001], nous avons présenté l'évolution des contraintes intrinsèques, de la texture et de la rugosité des dépôts de chrome déposés par pulvérisation cathodique DC en fonction de différentes tensions de polarisation du porte-substrat.

Le laboratoire L2PV faisait parti de l'Institut de Physique et de Technologies du Vide (IPTV). Cet institut avait pour vocation de faire du transfert de technologie et faisait donc le lien entre l'équipe de recherche du L2PV et les entreprises de la région Rhône-Alpes relevant des techniques du vide.

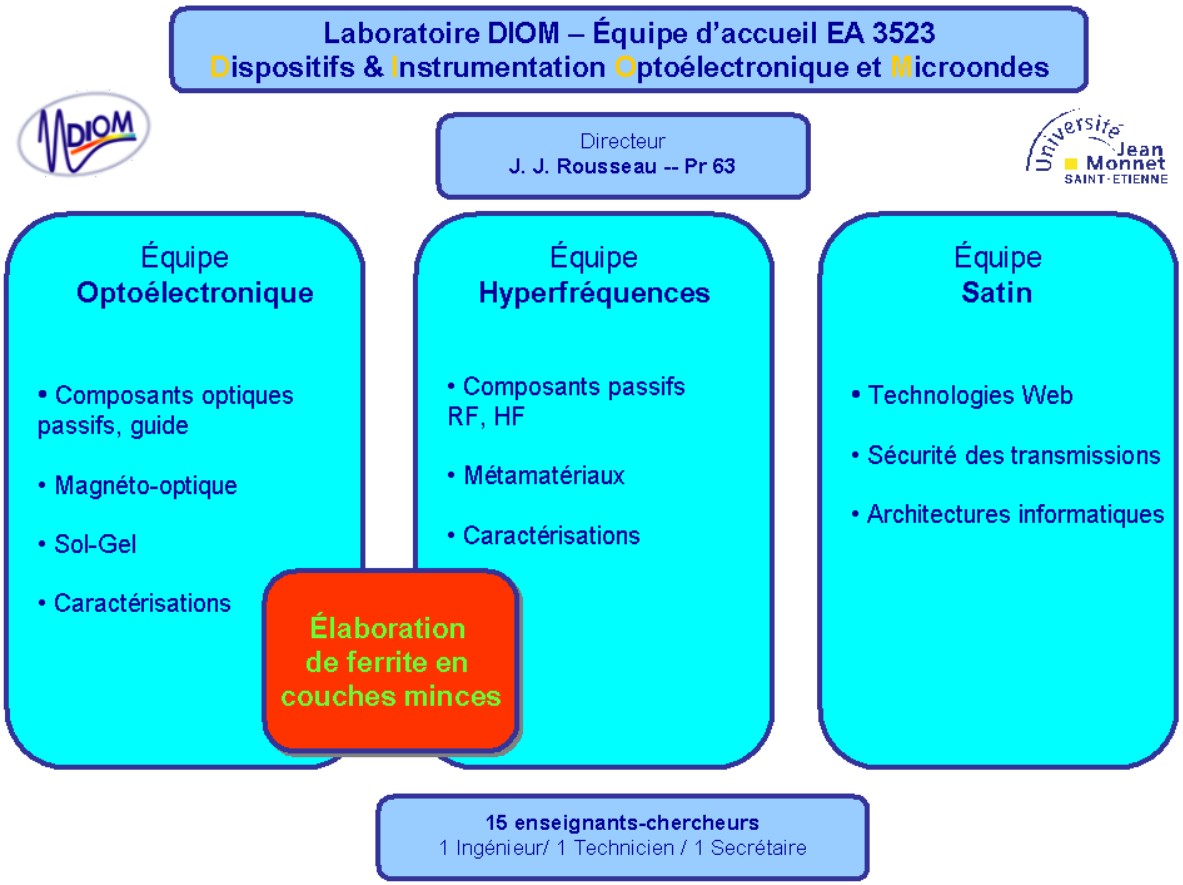
Au-delà de la technique de mesure des contraintes durant le dépôt, ces deux années m'ont permis d'acquérir une technique de dépôt de couches minces supplémentaire : la pulvérisation cathodique DC.

3.1.3 Dépôts de couches minces par pulvérisation RF pour des applications dans le domaine des hyperfréquences ou dans le domaine optique (depuis 1999)

Le DIOM en collaboration avec le L2PV et le LEMO (Grenoble) a monté un dossier Emergence financé par la région Rhône-Alpes sur l'intégration de composants passifs non réciproques hyperfréquences (1999). Les composants passifs non réciproques sont utilisés dans les circuits hyperfréquences sous la forme de lignes micro-rubans à substrat ferrite auxquelles est associé un circuit de polarisation magnétique. Malheureusement ces composants ne peuvent être intégrés pour leur utilisation en microélectronique. L'objectif de cette collaboration, après qu'une étude de faisabilité ait été réalisée au DIOM, est d'obtenir un démonstrateur passif intégré. Ce dispositif nécessite le dépôt de couches minces d'hexaferrite de baryum. La technique de dépôt choisi est la pulvérisation cathodique magnétron Radio-Fréquence. Les premières couches de ferrite étant déposées au L2PV, le DIOM était chargé de la gestion du projet et des caractérisations magnétiques. Conjointement au démarrage de cette activité, un bâti de pulvérisation RF a été financé en partie par la région Rhône-Alpes et permet de déposer les couches minces nécessaires à la constitution du composant. Les premières étapes à franchir étaient la maîtrise du procédé de dépôt sous vide et la caractérisation des dépôts obtenus. Le L2PV s'arrêtant de fonctionner, mon rattachement au DIOM s'est déroulé naturellement depuis septembre 1999.

Le laboratoire DIOM (Dispositifs et Instrumentation en Optoélectronique et Micro-ondes), équipe d'accueil EA 3522, est un laboratoire labellisé de l'Université Jean Monnet de Saint-Étienne. Le laboratoire est organisé en trois équipes, une quatrième équipe est à l'intersection des équipes "hyperfréquences" et "optoélectronique" (Organigramme 1). Cette équipe dont je suis le seul permanent est constitué de plusieurs doctorants et stagiaires. Ainsi je suis chargé de l'élaboration de couches minces magnétiques par pulvérisation cathodique.

La réalisation d'un démonstrateur à partir de couches minces magnétiques peut se décrire en plusieurs étapes qui peuvent se dérouler en parallèle : conception et simulation, étude et réalisation du matériau magnétique, réalisation du démonstrateur et enfin caractérisation de ce dispositif. Ma participation est essentiellement axée sur l'étude et l'élaboration des couches minces magnétiques. Par conséquent, même si je suis le seul permanent du sous-groupe "élaboration de ferrite en couches minces", un travail en équipe est nécessaire et obligatoire, collaboration avec les différentes équipes du laboratoire pour la conception et les caractérisations magnétiques et collaboration avec différents laboratoires pour des caractérisations matériaux (structurales, morphologiques, magnétiques BF).



Organigramme 1 : Laboratoire DIOM

Au sein du laboratoire, un premier objectif est la conception et la réalisation de composants radiofréquences (domaine des Gigahertz) passifs non réciproques intégrables sur des substrats utilisés en micro-électronique. Ces composants (isolateurs, circulateurs, inductances, micro-résonateurs) utilisent des matériaux magnétiques (ferrites) connus pour

leurs propriétés en hyperfréquences. Un second objectif est l'obtention de composants optiques basés sur les propriétés magnéto-optiques des matériaux.

Mon implication au sein du DIOM concerne la maîtrise des techniques de dépôts magnétiques et l'utilisation d'une technologie compatible avec la micro-électronique nécessaire à la conception et à la réalisation de ces composants. Ce travail implique une diversité de compétences dans les domaines de la physique, des techniques du vide, de l'électronique et des hyperfréquences, ce qui en fait son intérêt.

Selon l'application visée, deux matériaux ont été choisis : un matériau magnétique "dur" (hexaferrite de Baryum ou BaM) et un matériau magnétique "doux" (Grenat de fer et d'yttrium ou YIG). Ces couches minces sont déposées par pulvérisation cathodique RF. Ce procédé d'élaboration permet le dépôt d'oxydes et est couramment utilisé en micro-électronique.

L'objectif est d'obtenir des films minces adhérents, reproductibles et homogènes d'une part et présentant des propriétés magnétiques utilisables en hyperfréquence ou en optique d'autre part. Au cours de deux thèses au laboratoire [Boudiar 2004 ; Capraro 2004], l'étude de l'influence des différents paramètres de dépôts nous a permis d'atteindre les premiers objectifs et de contrôler l'épaisseur des films. Les propriétés morphologiques, cristallographiques et magnétiques de ces couches minces sont obtenues par plusieurs techniques de caractérisation : Microscopie Electronique à Balayage, spectroscopie de rétrodiffusion d'ions (RBS, Rutherford Back Scattering), diffraction des rayons X et magnétomètre à échantillon vibrant (Vibrating Sample Magnetometer (VSM)) ou encore par une technique basée sur la "configuration Kerr". Nous avons ainsi pu faire la corrélation entre une cristallisation des films élaborés et l'apparition de cycle d'hystérésis, indiquant la présence de propriétés magnétiques des couches.

Ce travail constituait la première phase pour l'intégration de composants passifs hyperfréquences. Comme ces premières couches ont des propriétés magnétiques quasiment équivalentes aux propriétés des matériaux sous la forme massives, des caractérisations en basse fréquence ont été réalisées et surtout en hyper-fréquence. Des lignes coplanaires déposées sur un substrat d'alumine sont constituées d'une couche de matériau magnétique et d'une couche de matériau conducteur (dans notre cas de l'or ou cuivre). Ces lignes ont mis en évidence de faibles effets non réciproques des matériaux étudiés (BaM et YIG).

Différents projets présentés dans un prochain paragraphe, ont permit de développer avec plus ou moins de succès différents composants : circulateurs, inductances ou encore

micro-résonateurs. Tous ces composants sont à base des deux matériaux déposés au laboratoire.

Ces trois activités centrées sur les couches minces sont développées dans une seconde partie : synthèse des travaux de recherche.

Références

[Chatelon, 1999] Electrical and optical property enhancement in multilayered sol-gel-deposited SnO_2 films
J.P. Chatelon, C. Terrier and J.A. Roger
Semicond. Sci. Technol. 14 (1999) 642 – 647

[Gautier, 2001] Influence of substrate bias voltage on the in situ stress measured by an improved optical cantilever technique of sputtered chromium films
C. Gautier, G. Moulard, J.P. Chatelon and G. Motyl
Thin Solid Films, 384 (2001) 102-108

[Boudiar 2004] T. Boudiar, "Elaboration de couches minces YIG par pulvérisation cathodique RF pour des applications dans les domaines optique et hyperfréquence.", Thèse de Doctorat, Université Jean Monnet de Saint-Etienne, 22 octobre, 2004

[Capraro, 2004] S. Capraro, Thèse de doctorat, Université Jean Monnet, Saint-Etienne, "Contribution au développement d'un isolateur coplanaire passif en couche mince magnétique", 2004

3.2 Rayonnement scientifique

Dans ce paragraphe, les différentes actions liées à mon travail de recherche sont présentées.

3.2.1 Congrès et workshops

Le laboratoire DIOM est depuis ces dernières années reconnus au niveau national pour ses travaux dans le domaine des hyperfréquences. Ainsi trois workshops sur les matériaux magnétiques pour les hyperfréquences (2003, 2005 et 2007) et un congrès (Journées de Caractérisation Micro-ondes et Matériaux, JCMM 2006) ont été organisés à Saint-Étienne. Je me suis impliqué en tant que membre des différents comités d'organisation au niveau local.

3.2.2 Référé dans des journaux scientifiques internationaux

- ✓ Référé d'une publication dans "Journal of Materials Science" (1997)
- ✓ Référé d'une publication dans "Thermochimica acta" (2001)
- ✓ Référé d'une publication pour le congrès DCIS (Design of Circuits and Integrated Systems) à Bordeaux (2004).
- ✓ Référé d'une publication dans "Journal of Magnetism and Magnetic Materials" (2008)

3.2.3 Projets et contrats

De nos jours, la recherche est à aborder avec une problématique axée sur des collaborations tournées vers l'extérieur. Ainsi différents projets et collaborations m'ont permis de travailler avec des personnes de différents organismes ou entreprises (Tableau 2).

Lors des deux années au L2PV, j'étais membre de l'IPTV qui a été fondé par des sociétés de la région stéphanoise et l'I.U.T de Saint-Étienne. Cet institut était une association loi 1901, destinée à promouvoir le développement des industries du vide dans la région Rhône-Alpes.

Mon implication dans différents projets est très variée : Des participations très simples, comme le dépôt de couches de cuivre ou de matériaux magnétiques ou des participations beaucoup plus complexes comme des études matériaux sur les couches minces magnétiques. Dans différents projets, des budgets importants nous ont permis d'acquérir deux machines de dépôts de couches minces par pulvérisation cathodique RF. Enfin, ces projets m'ont permis de découvrir le montage de dossiers pour obtenir des financements et la gestion de projets.

Les collaborations sont variées, chacune apporte des compétences différentes :

- ✓ Universitaires : Institut des Nanotechnologies (INL, ex-LPM) de l'INSA de Lyon, Institut de Microélectronique, Électromagnétisme et Photonique (IMEP ex-LEMO) de l'INPG Grenoble, CEA-LETI de Grenoble, Institut Néel (ex Laboratoire Louis Néel) de Grenoble et le Laboratoire Hubert Curien (LHC, ex-TSI) de Saint-Étienne. L'INL est spécialiste des semi-conducteurs et de la microtechnologie a aussi de fortes compétences dans la caractérisation matériaux. Du point de vue des compétences dans le domaine des matériaux magnétiques, deux des laboratoires spécialistes dans la région Rhône-Alpes sont le CEA-Leti et l'Institut Néel qui développent de nombreuses caractérisations magnétiques Basses Fréquences. Le LHC (ex-TSI) et son équipe « procédés laser ultra-brefs » sont reconnus dans la synthèse de couches minces par ablation laser femtoseconde.
- ✓ Industrielles : Radiall, ST Microelectronics, PHS Mems (entreprise qui a déposé le bilan et qui faisait partie d'un projet inductance).

Chaque contrat nécessite la rédaction annuelle de rapports scientifiques.

Type de Projet, nom	Année	Subvention	Collaborations	Porteur du projet	Sujet
Contrat industriel	1995	/	Photowatt International (Bourgoin-Jallieu, Isère)	J.A. Roger (DPM)	Couche antireflet pour cellules solaires
Emergence Région Rhône-Alpes	1999 2000	330k€	IMEP (ex LEMO, Grenoble), L2PV	J.J. Rousseau (DIOM)	Intégration de composants passifs non réciproques hyperfréquences
Thématique région isolateur Rhône-Alpes	2000 2003	980k€ 1 bourse région	CEA leti (Grenoble), IMEP (Grenoble), INL (ex LPM, Lyon), STMicroelectronic (Grenoble)	J.J. Rousseau (DIOM)	Intégration de composants passifs non réciproques dans le domaines des hyperfréquences
RMNT COMPROMIS	2005 2008	75k€, 2 bourses CIFRE	INL, Besançon, Radiall, DIOM	J.J. Rousseau (DIOM)	Conception et réalisation d'un circulateur 8-12 GHZ en technologie coplanaire à couche mince magnétique de YIG
Plan Massif central COMIFO	2005 2007	27k€	IRCOM, LASMEA	J.J. Rousseau (DIOM)	Couches minces fonctionnelles pour composants dans le domaine des télécommunications
Thématique région Rhône-Alpes	2003 2006	40k€	LPM, LLN, ST micor	J.J. Rousseau (DIOM)	Micro-résonateur pour applications Radio-Fréquences
BQR UJM	2005	38 k€		J.P. Chatelon (DIOM)	Couches minces fonctionnelles pour composants dans le domaine des télécommunications
BQR Géol	2006	13k€	Laboratoire Transferts Lithosphériques	J. Bascou (LTL)	Caractérisation de l'anisotropie électromagnétique des roches
BQR PLD	2006	17 k€	TSI	J.P. Chatelon (DIOM)	Une nouvelle approche pour l'élaboration de couches minces de YIG : la PLD
Cèdre	2007 2008	10k€	Laboratoire d'Accélérateur Ionique (CNRS, Beyrouth, Liban)	J.P. Chatelon (DIOM)	Elaboration, étude et caractérisation de couches minces de grenat d'Yttrium (YIG) pour des applications en télécommunication
Projet Cible Région Rhône-Alpes	2008 ?	99k€	LaHC, INL, Institut Néel, LPMCN, LTDS	J.P. Chatelon (DIOM)	Une nouvelle approche pour l'élaboration de couches minces d'un matériau magnétique doux le YIG : L'ablation laser (Pulsed Laser Deposition)

collaboration en cours
en cours d'expertise

Tableau 2 : Descriptifs des différents projets et collaborations industrielles. Seuls les projets acceptés sont mentionnés.

3.3 Responsabilités

Lors de mes années au DPM, en tant qu'étudiant, puis ATER, peu de responsabilités m'ont été confiées. J'ai simplement géré les aspects techniques d'une salle propre, d'une technique de caractérisation électrique des couches minces (méthode des 4 pointes) et d'un bâti de dépôt par évaporation par faisceau d'électrons.

Au niveau du laboratoire DIOM, dès mon arrivée, il m'a été confié la responsabilité des dépôts sous vide. Actuellement, le laboratoire possède trois machines de dépôts par pulvérisation cathodique RF. Le budget est d'environ 20k€ de fonctionnement par an.

Depuis 2002, le Directeur du laboratoire m'a nommé en tant que Correspondant Hygiène et Sécurité (ACMO) du laboratoire DIOM. A ce titre, je dois entre autre évaluer les risques au sein du laboratoire, rédiger les plans d'évaluation des risques et d'actions, animer la communication sécurité et gérer la conformité des installations. Un livret de sécurité a été mis en place au sein de l'Université, j'ai participé au groupe de pilotage pour la rédaction de ce livret.

3.4 Encadrement

Durant ces années de recherche, j'ai co-encadré de nombreux stagiaires de niveaux et d'horizons différents, d'élèves de 3ème à des étudiants passant une thèse. De la part de mon statut au sein du DIOM, j'ai participé à de nombreux encadrements d'étudiants qui avaient, de près ou de loin besoin de couches minces. Très souvent l'encadrement était géré par un collègue du laboratoire. Par exemple, l'étude d'un composant nécessite un travail de simulation, de dépôts et de caractérisations. Dans les tableaux suivants (

Tableau 3,

Tableau 4, Tableau 5), sont répertoriés seulement les étudiants avec lesquels mon implication a été plus importante. Il est aussi noté les étudiants que j'ai officiellement encadrés.

		Durée	Formation	Sujet
Charras Baptiste	2008	10 semaines	IUT MpH St-Etienne	Mise au point et validation de dispositifs de mesure sous pointes pour une caractérisation métrologique de composants passifs.
Luc Fontbonne	2006	10 semaines	IUT MpH St-Etienne	Réalisation de couches minces de YIG par pulvérisation cathodique Radio-Fréquence magnétron
Yasser Hassane	2005-2006	1an par alter-nance	Techvimat	Maintenance d'enceinte à vide et installation d'une nouvelle machine de pulvérisation cathodique RF
Grégory Dimier	2005	10 semaines	IUT MpH St-Etienne	Etude paramétrique de l'élaboration de cuivre par pulvérisation cathodique
Walid Hamouda	2004	10 semaines	IUT MpH St-Etienne	Remise en état de fonctionnement d'un bâti de pulvérisation cathodique RF
Jonathan Grenier	2002	2 mois	CEGEP Québec	Modification d'un bâti de pulvérisation cathodique RF
Madi Attoumani	2001	10 semaines	IUT GEII St-Etienne	Asservissement de température pour système de refroidissement d'un bâti de pulvérisation cathodique
Sonia Fayolle	1998-1999	1an par alter-nance	Licence Pro Techvimat IUT Mph St-Etienne	Mise en fonctionnement d'une enceinte de dépôt sous vide
François Lonchamps	1998	2 mois	Stagiaire Québécois	Mise en place d'un pompage pour une enceinte de dépôt

encadrement officiel du stage

Tableau 3 : Stagiaires : niveau DUT et Licence

		Durée	Formation	Sujet
Guelzim Anas	2007	3 mois	Master 1	Etude de la photolithogravure de couches minces de cuivre
Allassem Désiré	2006	5 mois	Master 2, Lyon	Contribution à l'étude de micro-inductance pour convertisseurs d'énergie
Philippe Nguyen	2006	3 mois	Master 1	Réalisation de couches minces de cuivre par pulvérisation cathodique : du dépôt à la photolithogravure
Béchir Rezgui	Fev 2006 juin 2006-	5 mois	Stagiaire	Etat de l'art sur l'obtention de couches minces d'hexaferrite de baryum avec une orientation préférentielle. Etude des propriétés des couches minces d'hexaferrite de baryum élaborées par pulvérisation cathodique RF en fonction de la tension bias du générateur RF pendant le dépôt.
Julien Moreau	2004	2 mois	Master 1	Réalisation d'un four in situ pour températures élevées
Adoum Kriga	2004	4 mois	Master 2	Miniaturisation d'inductance pour des applications hautes fréquences : simulation et caractérisations hyperfréquences
Emilie Gamet	2003	4 mois	DEA OOM	Intérêt d'un matériau magnétique pour les inductances radiofréquences
Yoann Rozier	2002	2 mois	INSA Lyon, 4ème année	Mise en place d'un plan d'expérience
Julien Botella	1997	3 mois	Maitrise de Physique, filière électronique	Elaboration de couches minces de SnO2 comme couches anti-reflet et comme collectruer de charge sur des cellules photovoltaïques
Mamoud Waisi	1995	3 mois	DESS EEA	Couches d'oxyde d'étain utilisées comme couches antireflet sur des cellules solaires (en collaboration avec Photowatt International)

encadrement officiel du stage

Tableau 4 : Stagiaires : niveau Master (DEA, DESS)

		Durée	Diplôme	Sujet
Allassem Désiré	2007-	3 ans	Doctorat	Elaboration de micro-inductance à base de couches minces de YIG par pulvérisation cathodiques RF
Abdel Samad Bassel	2005-	3 ans	Doctorat	Elaboration, étude et caractérisation de couches minces de grenat d'Yttrium (YIG) pour des applications en télécommunication
Khalil Ismail	2005-	3 ans	Doctorat	Réalisation de couches minces magnétiques pour déterminer la perméabilité du YIG
Anne-Sophie Dehlinger	2004-2007	3 ans	Doctorat	Réalisation de circulateurs 10GHz à base de YIG.
Adoum Kriga	Nov 2004-	3 ans	Doctorat	Micro inductance pour conversion d'énergie
Harouna Hassane	2003-	3 ans	Doctorat	Elaboration et caractérisations de couches minces magnétiques de BaM.
Wissem Jalled	2003-2005	3 ans	Doctorat	Caractérisation basse fréquence de ferrofluides et de couches minces magnétiques entourées par une nappe de courant, selon un design original
Christophe Martin	2003	9 mois	Thèse CNAM	Instrumentation et automatisation d'un bâti de pulvérisation cathodique RF
Stéphane Capraro	2001-2004	3 ans	Doctorat	Contribution au développement d'un isolateur coplanaire passif en couche mince magnétique
Toufik Boudiar	2001-2004	3 ans	Doctorat	Elaboration de couches minces de YIG par pulvérisation cathodiques RF pour des applications dans le domaines optique et hyperfréquence

encadrement officiel du stage

Tableau 5 : Stagiaires : Doctorants et CNAM

3.5 Production scientifique

Afin de présenter les différents documents auxquels j'ai participé, la production scientifique a été répartie en cinq catégories. Un tableau récapitulatif (Tableau 6) donne par année cette production.

	Publications	Communications internationales	Communications nationales	Workshops séminaires	Total	Laboratoire
1994	1				1	DPM
1995	1		1		2	
1996		2	1		3	
1997	4		1		5	
1998					0	L2PV
1999	1				1	
2000					0	DIOM
2001	1	4			5	
2002	1		1		2	
2003	1	6		1	8	
2004	7	6	1		14	
2005	3	1	1	1	6	
2006	1	5	5		11	
2007	3	5	1	3	12	
2008		1	3		4	
Total	**24**	**30**	**15**	**5**	**74**	

Tableau 6 : Tableau récapitulatif de la production scientifique

3.5.1 Revues internationales avec comité de lecture

[P1] Morphology of SnO_2 thin films obtained by the Sol-Gel technique
J.P. Chatelon, C. Terrier, E. Bernstein, R. Berjoan and J.A. Roger
Thin Solid Films, 247 (1994) 162 - 168

[P2] Sb doped SnO_2 transparent conducting oxide from the Sol-Gel dip-coating technique
C. Terrier, **J.P. Chatelon**, R. Berjoan and J.A. Roger
Thin Solid Films, 263 (1995) 37 - 41

[P3] Influence of elaboration parameters on the properties of Tin Oxide films obtained by the Sol-Gel process
J.P. Chatelon, C. Terrier and J.A. Roger
Journal of Sol-Gel Science and Technology - 10 (1997) 55 - 66

[P4] Analysis of antimony doping in Tin Oxide thin films obtained by the Sol-gel method
C. Terrier, **J.P. Chatelon**, C. Dubois, R. Berjoan and J.A. Roger
Journal of Sol-Gel Science and Technology - 10 (1997) 75 - 81

[P5] Electrical and optical properties of Sb:SnO_2 thin films obtained by the Sol-gel method
C. Terrier, **J.P. Chatelon** and J.A. Roger
Thin Solid Films - 295 (1997) 95 - 100

[P6] Consequence of the pulling solution ageing on the properties of Tin Oxide lauers elaborate by the Sol-Geldip-coating technique
J.P. Chatelon, C. Terrier and J.A. Roger
Journal of Sol-Gel Science and Technology - 10/2 (1997) 185 – 192

[P7] Electrical and optical property enhancement in multilayered sol-gel-deposited SnO_2 films
J.P. Chatelon, C. Terrier and J.A. Roger
Semicond. Sci. Technol. 14 (1999) 642 – 647

[P8] Influence of substrate bias voltage on the in situ stress measured by an improved optical cantilever technique of sputtered chromium films
C. Gautier, G. Moulard, **J.P. Chatelon** and G. Motyl
Thin Solid Films, 384 (2001) 102-108

[P9] The effect of deposition and annealing conditions on crystallographic properties of sputter barium ferrite thick films
B. Bayard, **J.P. Chatelon,** M. Le Berre, H. Joisten, J.J. Rousseau, D. Barbier
Sensors and actuators: A. Physical 2002, Volume / Issue : 99/1-2 pp. 207-212

[P10] Magnetic properties of sputtered barium ferrite thick films
S. Capraro, **J.P. Chatelon**, H. Joisten, M. Le Berre, B. Bayard, D. Barbier & J.J. Rousseau
J. Applied Physic, vol 93, n°12 (15/6/2003) 9898-9901

[P11] Barium ferrite thick films for microwave applications
S. Capraro, **J.P. Chatelon**, M. Le Berre, H. Joisten, T. Rouiller, B. Bayard, D. Barbier and J.J. Rousseau
JMMM, Journal of Magnetism and Magnetic material, vol 272-276, n°1 (2004) pE1805-E1806

[P12] Exploration of thin YIG film-based coplanar isolator
S. Capraro, T. Boudiar, T. Rouiller, J.P. Chatelon, B. Bayard, M. Le Berre, B. Payet-Gervy, M.F. Blanc-Mignon, & J.J. Rousseau
Microwave and Optical Technology Letters, Vol.42, issue 6, (2004) pp. 470-471

[P13] Properties of barium ferrite sputtered films.
S. Capraro, M. Le Berre, **J.P. Chatelon**, H. Joisten, B. Bayard, J.J. Rousseau and D. Barbier
Sensors and actuators: A., vol 113 (3) (2004) pp 382-386

[P14] Crystallographic properties of magnetron sputtered barium ferrite films.
S. Capraro, M. Le Berre, **J.P. Chatelon**, B. Bayard, H. Joisten, B. Canut, D. Barbier and J.J. Rousseau
Material Science and Engeneering B, vol.112 (1) (2004) pp19-24

[P15] Thick barium ferrite films use for passive isolators
S. Capraro, **J.P. Chatelon**, M. Le Berre, T. Rouiller, B. Bayard, H. Joisten, D. Barbier and J.J. Rousseau
Phys. Status solidi C, vol. 1, n°12 (2004), pp3373-3376

[P16] Micro-inductance method to measure the permeability of magnetic thin films–limits of validity
O. Jalled, A. Siblini, T. Boudiar, S. Capraro and **J.P. Chatelon**
Phys. Status solidi C, vol. 1, n°12 (2004), pp3673-3676

[P17] Passive coplanar isolator with barium ferrite thin films

S. Capraro, T. Rouiller, M. Le Berre, **J.P. Chatelon**, H. Joisten, B. Bayard, D. Barbier and J.J Rousseau
IEEE International Symposium on Industrial Electronics
Volume 1, 4-7 May 2004 Page(s):19 – 21

[P18] Simulation of the contribution of magnetic films on planar inductors characteristics
E. Gamet**, J.P. Chatelon**, T. Rouiller, B. Bayard, G. Noyel and J.J. Rousseau
Journal of Magnetism and Magnetic Materials 288 (2005) 121-129

[P19] Réalisation de couches minces magnétiques d'hexaferrite de baryum en vue de concevoir un isolateur coplanaire passif
S. Capraro, C. Nader, **J.P. Chatelon**, M. Le Berre, T. Rouiller, B. Bayard, H. Joisten, D. Barbier, J.J. Rousseau
Journal de physique IV, 124 (2005) 165-170

[P20] Exploration of the integration of passive coplanar isolator based on thin magnetic films
S. Capraro, T. Rouiller, M. Le Berre, **J.P. Chatelon**, B. Bayard, D. Barbier and J.J. Rousseau
Microwave and optical technology Letters, Vol. 46, Issue 5, 5 September 2005, 435-437

[P21] Gas distribution control system using magnetic fluid sensors
N. C. Popa, J. J. Rousseau, A. Siblini, **J.P. Chatelon**, D. Jamon, F. Royer, S. Robert, and, F. Choueikani
Romanian Reports in Physics, Vol. 58, No. 3, pp. 337-349, 2006.

[P22] Original design for a micro-inductance prototype characterized using a new technique of inductive measure
Ali Siblini, Ismael Khalil, **Jean Pierre Chatelon**
Sensor letters, vol. 5, n°1, March 2007, pp51-54

[P23] Feasability of a self biased coplanar isolator with barium ferrite films
S. Capraro, T. Rouiller, M. Le Berre, **J.P. Chatelon**, B. Bayard, D. Barbier and J.J. Rousseau
IEEE Transactions on Components and Packaging Technologies, acc, Vol. 30, N°. 3, September 2007, pp411-415

[P24] Development of millimetre wave integrated circulator based on barium ferrite
A-S Dehlinger, M. Le Berre, E. Bènevent, D. Vincent, J-P Chatelon, D.Givord, V. Larrey, D. Barbier, J-J Rousseau.
Mat. Sci. Eng. C, accepté 2007

3.5.2 Communications internationales avec actes et comité de lecture

[Ci1] Specific properties of undoped and Sb doped Sol-Gel deposited SnO_2 layers.
J.P. Chatelon, C. Terrier, M.G. Blanchin, J. Mugnier and J.A. Roger
13th International Conference on Defects in Insulating Materials, ICDIM 96,
15 - 19 juillet 1996, Winston - Salem, USA

[Ci2] Thin Films elaboration of Barium Hexaferrite by RF sputtering.
B. Bayard, **J.P. Chatelon**, A. Siblini, M. Le Berre, D. Barbier, J.C. Pommier, B. Canut, J.J. Rousseau
Congrès Euro-Méditerranéen de la Matière Condensée, CEMMC 2001,
4 - 6 juin 2001, Tlemcen, Algérie

[Ci3] The effect of deposition and annealing conditions on crystallographic of sputter barium ferrite thin films.
B. Bayard, **J.P. Chatelon,** M. Le Berre, H. Joisten, J.J. Rousseau, D. Barbier
European Materials Research Society Spring Meeting, E-MRS 2001,
5 - 8 juin 2001, Strasbourg, France

[Ci4] Dépôt d'hexaferrite de baryum par pulvérisation cathodique pour l'électronique hyperfréquence
J.P. Chatelon, B. Bayard, M. Le Berre, H. Joisten, D. Barbier, J.C. Pommier, J.J. Rousseau
16ème Colloque International Optique Hertzienne et Diélectriques, OHD 2001,
3 - 5 septembre 2001, Le Mans, France

[Ci5] Nouvelle approche pour la mesure de la perméabilité de couches minces magnétiques en basse fréquence
A. Siblini, B. Bayard, **J.P. Chatelon**, G. Noyel
16ème Colloque International Optique Hertzienne et Diélectriques, OHD 2001,
3 - 5 septembre 2001, Le Mans, France

[Ci6] Properties of barium ferrite sputtered films.
S. Capraro, M. Le Berre, **J.P. Chatelon,** H. Joisten, B. Bayard, J.J. Rousseau, D. Barbier
European Materials Research Society Spring Meeting, E-MRS 2003,
10 - 13 juin 2003, Strasbourg, France

[Ci7] Barium Ferrite thick films for microwave applications.
S. Capraro, **J.P. Chatelon**, M. Le Berre, H. Joisten, B. Bayard, D. Barbier and J.J. Rousseau

International Conference on Magnetic, ICM 2003
27 juillet - 1 août 2003, Rome

[Ci8] Etude de couches minces d'hexaferrite de baryum pour isolateur passif

S. Capraro, **J.P. Chatelon**, M. Le Berre, D. Vincent, H. Joisten, B. Bayard, D. Barbier et J.J. Rousseau
17ème Colloque International Optique Hertzienne et Diélectriques, OHD 2003,
4 - 5 septembre 2003, Calais, France

[Ci9] Passive Isolators based on Barium Ferrite sputtered films

M. Le Berre, S. Capraro, **J.P. Chatelon**, H. Joisten, T. Rouiller, B. Bayard, D. Barbier and J.J. Rousseau
Material Research Society, MRS 2004,
1 - 5 décembre 2003 Boston, USA

[Ci10] Passive coplanar isolator with barium ferrite thin films

S. Capraro, T. Rouiller, M. Le Berre, **J.P. Chatelon**, H. Joisten, B. Bayard, D. Barbier and J.J Rousseau
2004 IEEE International Symposium on Industrial Electronics (ISIE 2004) : Ajaccio 4-7 mai 2004

[Ci11] Méthode de micro-inductance pour la mesure de la perméabilité de couches minces magnétiques en basse fréquence

A. Siblini, O. Jalled, C. Nader, **J.P. Chatelon**
Quatrième Colloque Franco-Libanais sur la Science des Matériaux (CSM4), 26-28 Mai 2004, Beyrouth – Liban

[Ci12] Réalisation de couches minces magnétiques d'hexaferrite de baryum en vue de concevoir un isolateur coplanaire passif

S. Capraro, C. Nader, **J.P. Chatelon**, M. Le Berre, T. Rouiller, B. Bayard, H. Joisten, D. Barbier, J.J. Rousseau
Quatrième Colloque Franco-Libanais sur la Science des Matériaux (CSM4), 26-28 Mai 2004, Beyrouth – Liban

[Ci13] Thick Barium ferrite films use for passive isolators

S. Capraro, **J.P. Chatelon**, M. Le Berre, T. Rouiller, B. Bayard, H. Joisten, D. Barbier and J.J. Rousseau
Second Seeheim Conference on Magnetism, SCM2004 Seeheim (Allemagne), 27 juin-1 juillet 2004

[Ci14] Micro-inductance method to measure the permeability of magnetic thin films –limits of validity

O. Jalled, A. Siblini, T.Boudiar, S. Capraro, **J.P. Chatelon**
Second Seeheim Conference on Magnetism, SCM2004 Seeheim (Allemagne), 27 juin-1 juillet 2004

[Ci15] Optimization of Passive Isolator Based On Barium Ferrite Sputtered Films

M. Le Berre, S. Capraro, **J.P. Chatelon**, T. Rouiller, B. Bayard, D. Barbier, J.J. Rousseau
MRS Boston (USA) 2004, 29/11/2004 – 3/12/2004

[Ci16] Mesure de la perméabilité complexe de couches minces d'hexaferrite de baryum jusqu'à 50 GHz

D. Vincent, T. Rouiller, B. Bayard, M. Leberre, **J.P. Chatelon**
OHD 2005, Hammamet, Tunisie, septembre, 2005

[Ci17] Some properties of the "P" curves for the characterization of magnetic suspensions

N. C. Popa, A. Siblini, J. J. Rousseau, **J. P. Chatelon**,
III Joint European Magnetic Symposia JEMS'06 , pp. 52, San Sebastien, Espagne , June 26-30, 2006

[Ci18] Original design for a micro-inductance prototype characterized using a new technique of inductive measure

A.Siblini, I. Khalil and **J. P. Chatelon**
6th European Magnetic Sensors & Actuators Conference EMSA'06 , pp. 90, Bilbao , Espagne , July 3-5, 2006

[Ci19] Study of the crystalline orientation and the magnetic properties of thin layers of barium hexaferrite

H. Hassane, A.S.Dehlinger, **J.P.Chatelon**, D. Jamon, M. LeBerre, J.J.Rousseau
6th European Magnetic Sensors & Actuators Conference EMSA'06 , pp. 90, Bilbao , Espagne , July 3-5, 2006

[Ci20] Structural Characterization of Magnetic Nano-particles Suspensions, Using Magnetic Measurements

Nicolae Calin Popa, Ali Siblini, J.J. Rousseau, M.F. Blanc-Mignon, and, **J.P. Chatelon**
European Nano Systems 2006 (ENS'06)
PARIS, France, 14-15 December 2006

[Ci21] Towards the integration of barium ferrite sputtered films for coplanar isolators and circulators in the millimeter wave range

A-S Dehlinger, M. Le Berre, V. Larrey, **J.-P. Chatelon**, E. Bènevent, D. Vincent, D.Givord, J.J. Rousseau
MRS November 27 - December 1, 2006, Hynes Convention Center & Sheraton Boston Hotel , Boston, MA (USA) MRS Fall meeting 2006.

[Ci22] Different Versions of Circulators with Coplanar Configuration and YIG Thin Film

O.Zahwe, B.Sauviac, **JP. Chatelon**, A.S. Dehlinger, M. LeBerre, S.Perrot

Valence (France) 5-8 septembre 2007, colloque OHD2007, 19ème Colloque international : Optique Hertzien et Diélectrique.

[Ci23] Suppression of Crack Formation in YIG Film by Using a Multilayer deposition

B. Abdel samad, M.-F. Blanc-mignon, A. Siblini, **J. P. Chatelon**, M. Korek

Seeheim Conference on Magnetism, SCM'2007 Frankfort 26-30 Août 2007

[Ci24] Approximation of magnetic behaviour of the complex nano-magnetic materials, using the "P" curves for structural characterization of magnetic suspensions

Nicolae Calin POPA, Ali SIBLINI, Jean Jacques ROUSSEAU, Marie-Françoise BLANC-MIGNON, and, **Jean Pierre Chatelon**

Seeheim Conference on Magnetism, SCM'2007 Frankfort 26-30 Août 2007

[Ci25] The effect of the Argon gas pressure on the crystalline and the magnetic properties of thin film of Barium Hexaferrite deposited by rf magnetron sputtering process

H. Harouna, A.S. Dehlinger, R. Nouar, **J.P. Chatelon**, D. Givors, M Leberre, D. Jamon, J.J. Rousseau.

Seeheim Conference on Magnetism, SCM'2007 Frankfort 26-30 Août 2007

[Ci26] Towards a Miniaturized Circulator With Magnetic Thin Film

O.Zahwe, B.Sauviac, **JP. Chatelon**, A.S. Dehlinger, S.Perrot, M. LeBerre

European Microwave Week 2007 , Munich , Germany , October 8-12, 2007

[Ci27] The effect of argon flow rate on the structure of YIG film prepared by Radio-Frequency magnetron sputtering

B. Abadel-Samad, M.-F. Blanc-Mignon, M. Korek, **J.-P. Chatelon**, A. Siblini

Sixième Conférence Internationale sur la Science des Matériaux

(CSM6), Beyrouth – Liban, 15-17 Mai 2008, accepté

3.5.3 Communications internationales sans actes

[Ci27] Undoped and Sb doped SnO_2 thin films deposited by the Sol-Gel dip-coating method.

J.P. Chatelon, C. Terrier, M.G. Blanchin, J. Mugnier and J.A. Roger

5th European Interregional Conference on Ceramics, CEIC 5,

9 - 10 septembre 1996, Toulon - La Garde, France

[Ci28] Réalisation de couches minces d'hexaferrite de baryum pour le développement d'isolateur passif hyperfréquences

S. Capraro, **J.P. Chatelon**, M. Le Berre, H. Joisten, B. Bayard, D. Barbier, J.J. Rousseau

Journées Européennes sur les Oxydes pour des applications Magnétiques, JoxMag 2003

26 - 28 mars 2003, Abbaye de Fontevraud (Saumur)

[Ci29] Barium ferrite sputtered films for passive isolator applications

M. Le Berre, S. Capraro, **J.P. Chatelon**, H. Joisten, T. Rouiller, B. Bayard, D. Barbier and J.J. Rousseau

4rd WORKSHOP ON MEMS FOR MILLIMETERWAVE COMMUNICATIONS « MEMSWAVE »

2-4 juillet 2003,Toulouse

3.5.4 Communications nationales avec actes et comité de lecture

[Cn1] Couches minces d'Hexaferrite de baryum élaborées par pulvérisation cathodique RF : propriétés magnétiques et cristallographiques

J.P. Chatelon, M. Le Berre, H. Joisten, S. Capraro, B. Bayard, M.F. Blanc-Mignon, D. Barbier, J.J. RousseauJournées de Caractérisation Micro-ondes et Matériaux, JCMM 2002 Toulouse 20-22 mars 2002

[Cn2] Réalisation d'un isolateur coplanaire passif à partir de couches minces magnétiques

S. Capraro, M. Le Berre **J.P. Chatelon**, T. Rouiller, B. Bayard, H. Joisten, D. Barbier, J.J. Rousseau

Journées de Caractérisation Micro-ondes et Matériaux, JCMM 2004 La Rochelle 31 mars – 2 avril 2004

[Cn3] Optimisation de la structure afin d'obtenir un isolateur coplanaire passif hyperfréquence à partir de couches minces magnétiques

S. Capraro, T. Rouiller, M. Le Berre, **J.P. Chatelon**, B. Bayard, B. Fléchet et J.J. Rousseau14èmes Journées Nationales Microondes, 11-12-13 Mai 2005 Nantes

[Cn4] Etude de l'orientation cristalline et des propriétés magnétiques de couches minces d'hexaferrite de baryum

H. Harouna, A.S.Dehlinger, **J.P.Chatelon**, D. Jamon, M.Leberre, J.J.Rousseau

Journées de Caractérisation Micro-ondes et Matériaux, JCMM 2006 Saint-Etienne 29-31 mars 2006

[Cn5] Etude d'un micro-résonateur hyperfréquence en structure planaire à couche mince de ferrite

I. Yahi, B. Bayard, **JP Chatelon**, JJ Rousseau

Journées de Caractérisation Micro-ondes et Matériaux, JCMM 2006 Saint-Etienne 29-31 mars 2006

[Cn6] Couches minces de ferrite : réalisation, caractérisations, applications

B. Sauviac**, JP. Chatelon**, B. Bayard, D. Vincent, JJ. Rousseau

Actes de la conférence : HYPERMAG 2006 , Tours , France , 1-2 février, 2006

[Cn7] Développement de circulateurs à base de couches minces d'oxyde magnétique ($BaFe_{12}O_{19}$) pour applications HF

A-S Dehlinger, M. Le Berre, V. Larrey, D. Givord, E. Bènevent, D. Vincent, **J-P Chatelon**

Matériaux 2006 Dijon, 13-17 Novembre 2006

[Cn8] Elaboration et caractérisations de couches minces magnétiques (BaM – YIG)

H. Hassane, **JP Chatelon**, A.S. Delhinger, M. LeBerre, T. Rouiller, B. Bayard, JJ Rousseau

Matériaux 2006 Dijon, 13-17 Novembre 2006

[Cn9] Etude d'un circulateur coplanaire dans la bande 8-12GHz

O. Zahwe, B.Sauviac, **JP. Chatelon**, A.S. Dehlinger, S. Nemer, S.Perrot

JNM 2007, 23-25 mai 2007 Toulouse

[Cn10] Simulation électromagnétique à Haute Fréquence d'un circulateur coplanaire à couche mince de YIG (poster)

O.Zahwe, B.Sauviac, **J.P. Chatelon**, M. Le Berre

10èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux (JCMM 2008) Limoges, 2 au 4 avril 2008.

[Cn11] Dépôt de couches minces de YIG par ablation laser femtoseconde (poster)

J.P. Chatelon, D. Jamon, F. Garrelie, A.S. Loir, C. Donnet, C. Guerret-Piecourt, S. Valette, M. Le Berre

10 èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux (JCMM 2008) Limoges, 2 au 4 avril 2008.

[Cn12] Etude et caractérisation de couches magnétiques en Hyperfréquence (jusqu'à 50GHz) en fonction des paramètres de dépôt. (oral)

B. Payet-Gervy, D. Vincent, M. Leberre, **J.P. Chatelon**

10 èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux (JCMM 2008) Limoges, 2 au 4 avril 2008.

3.5.5 Communications nationales sans actes, Workshops

Étude de différents paramètres d'élaboration de films minces d'oxyde d'étain obtenus par la technique Sol-Gel.

J.P. Chatelon et J.A. Roger

École Doctorale de Matériaux, INSA Lyon, 15 septembre 1994

[Cn10] Élaboration d'un Oxyde Transparent Conducteur en film mince par la technique Sol-Gel: l'oxyde d'étain dopé à l'antimoine .

J.P. Chatelon, C. Terrier et J.A. Roger

Deuxième colloque Rhône-Alpes pour la Maîtrise des Matériaux, 25 janvier 1995

École Normale Supérieure, Lyon

[Cn11] L'oxyde d'étain dopé à l'antimoine obtenu par la méthode Sol-Gel : films minces transparents et conducteurs

J.P. Chatelon, C. Terrier et J.A. Roger

Carrefour de la Fondation, 16 février 1996, Fondation Rhône-Alpes Futur,

Charbonnière les bains

[Cn12] Les couches minces d'oxyde d'étain : optimisation et retombées industrielles possibles

J.P. Chatelon, C. Terrier et J.A. Roger

Troisième colloque Rhône-Alpes pour la Maîtrise des Matériaux, 9 avril 1997, Saint-Etienne

[Cn13] Couches minces d'Hexaferrite de baryum élaborées par pulvérisation cathodique RF : propriétés magnétiques et cristallographiques

J.P. Chatelon, M. Le Berre, H. Joisten, S. Capraro, B. Bayard, M.F. Blanc-Mignon, D. Barbier, J.J. Rousseau

Workshop sur les Films Magnétiques Minces pour les Radiofréquences et les Hyperfréquences,

Saint-Etienne le 6 février 2003

[Cn14] Réalisation d'un isolateur coplanaire passif et agile en fréquence en couches minces magnétiques

S. Capraro, **J.P. Chatelon**, J.J. Rousseau

Workshop sur les Films Magnétiques Minces pour les Radiofréquences et les Hyperfréquences,

Saint-Etienne le 24 juin 2005

Réalisation d'un prototype pour la mesure de μ d'une couche mince

I. Khalil, A. Siblini et **J.P. Chatelon**
Journée recherche de l'ISTASE 8 Mars 2007

[Cn15] Elaboration et caractérisations de couches minces magnétiques dans le domaine des hyperfréquences : BaM et YIG
H. Hassane, **J.P. Chatelon**, A.S. Dehlinger, T. Rouiller, E. Bénevent, M. LeBerre, B. Sauviac, D. Vincent, B. Bayard, J.J. Rousseau
Workshop sur les Films Magnétiques Minces pour les Radiofréquences et les Hyperfréquences, Saint-Étienne le 25 juin 2007

[Cn16] Etude d'un circulateur coplanaire dans la bande 8-12GHz
O.Zahwe, B.Sauviac, **J.P. Chatelon**, A-S. Dehlinger, S.Nemer, M.LeBerre, S.Perrot
Workshop sur les Films Magnétiques Minces pour les Radiofréquences et les Hyperfréquences, Saint-Étienne le 25 juin 2007

[Cn17] Elaboration de couches minces magnétiques de BaM par pulvérisation cathodique Radio-Fréquence
H. Harouna, A.S. Dehlinger, **J.P. Chatelon**, M. Leberre, J.J. Rousseau
Workshop sur les Films Magnétiques Minces pour les Radiofréquences et les Hyperfréquences, Saint-Étienne le 25 juin 2007

4 INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES

- ✓ Membre suppléant élu des commissions de spécialistes 61/63^{ième} section de l'Université de Saint-Étienne de septembre 1998 à 2002, et de l'INSA de Lyon depuis septembre 2001.
- ✓ Membre titulaire de la commission de spécialistes 31^{ième} section de l'Université de Saint-Étienne depuis janvier 2007.
- ✓ Participations dans différentes commissions mixtes de l'IUT pour des postes d'enseignant chercheurs dans les commissions : 28, 30, 31 ou encore 65 et pour des postes d'agrégés (Electrotechnique, Biologie).
- ✓ Participation à un projet d'aide à la création d'un Institut Technologique situé à Abéché (Tchad) (responsable de ce projet : JJ Rousseau).
- ✓ Membre du club EEA (Electronique Electrotechnique et Automatisme).
- ✓ Détenteur d'une Habilitation électrique de type BR pour le domaine de tension BTA et BTB.

5 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Avec un profil recherche atypique (physique, semi-conducteurs, matériaux), j'ai eu la chance de garder un fil directeur sur ces années passées au sein de la recherche universitaire : le dépôt de couches minces.

L'obtention de couches minces magnétiques représente un des points clef de mon travail. Les résultats obtenus à ce jour sont particulièrement encourageants nous obtenons des couches d'Hexaferrite de Baryum magnétiques possédant des caractéristiques intéressantes

après un traitement thermique post-dépôt. De la même façon, les films minces de YIG sont aussi magnétiques. Je suis directement impliqué dans le développement de composants.

Grâce aux compétences en technique de dépôts sous vide et en caractérisation de couches minces, j'ai participé à l'encadrement de plusieurs stagiaires et doctorants.

Les intérêts de ces projets sont multiples. Ils sont d'abord scientifiques puisque les domaines explorés sont relativement vierges, même si de plus en plus de laboratoires s'y intéressent. Les intérêts sont également économiques. Dans le domaine des télécommunications, les perspectives de montée en fréquence au cours de la prochaine décennie imposent aux constructeurs de composants intégrés RF de rechercher des solutions et des alternatives aux limites des technologies actuelles.

Enfin j'aimerai souligner la reconversion thématique que j'ai faite depuis mes premiers pas dans le monde de la recherche universitaire : je suis passé de l'élaboration de films minces obtenus par voie humide et chimique (Procédé Sol-Gel) à des couches minces déposées par des techniques sèches et physiques (pulvérisation magnétron DC puis pulvérisation RF).

Pendant ces années à l'Université Jean Monnet, j'ai monté un enseignement complet à l'IUT, je me suis adapté aux différents thèmes de la recherche stéphanoise et je me suis impliqué dans des projets soutenus par la région Rhône-Alpes.

Dans un avenir proche, mes objectifs sont clairs : continuer à développer des composants à base de couches minces pour des domaines comme les hyperfréquences, mais aussi pour d'autres domaines comme l'optique, le laboratoire DIOM étant partie prenante du pôle optique de la région Rhône-Alpes. De nombreuses pistes d'amélioration technologiques sont possibles et le nombre de solutions envisagées peuvent nourrir de nombreux espoirs d'améliorations des composants. Une collaboration avec le laboratoire Hubert Curien de Saint-Etienne, peut permettre d'ouvrir de nouvelles investigations dans le dépôt de couches minces magnétiques en utilisant l'ablation laser femtoseconde comme technique d'élaboration des films.

Ce manuscrit est la base d'une demande d'Habilitation à Diriger des Recherches et n'est pas une finalité mais une transition…

TRAVAUX DE RECHERCHE

SOMMAIRE

PARTIE 2

SYNTHESE DES TRAVAUX DE RECHERCHE

INTRODUCTION 45

COUCHES MINCES : OXYDE TRANSPARENT ET CONDUCTEUR 49

COUCHES MINCES : ETUDE IN-SITU DE COUCHES MINCES DECORATIVES . 53

COUCHES MINCES MAGNETIQUES 55

1 ETAT DE L'ART DES COUCHES MAGNETIQUES 58

1.1 Généralités 58

1.2 Hexaferrite de Baryum 60

1.2.1 Propriétés statiques 60

1.2.2 Propriétés dynamiques 61

1.2.3 Réalisations et applications 61

1.3 Grenat de Fer et d'Yttrium 62

1.3.1 Propriétés statiques 62

1.3.2 Propriétés dynamiques 62

1.3.3 Réalisations et applications 63

1.4 Conclusion 64

2 PROCEDE DE DEPOT : PULVERISATION CATHODIQUE RF 65

2.1 Choix technologiques 65

2.2 Principe de la pulvérisation cathodique RF 65

2.3 Matériels du laboratoire DIOM 67

2.4 Les traitements thermiques 68

2.4.1 Le recuit lent 68

2.4.2 Le recuit rapide 68

2.5 Bilan 69

3 CARACTERISATIONS DES COUCHES 70

3.1 Caractérisation mécanique 70

3.2 Caractérisation morphologique 71

3.3 Caractérisation structurale 71

3.3.1 Caractérisation cristallographique 71

3.3.2 Caractérisation stœchiométrique 72

3.3.3 Caractérisation physico-chimique 72

3.4 Caractérisation électrique 73

3.5 Caractérisation magnétique BF 73

3.5.1 Le magnétomètre VSM 73

3.5.2 Banc de mesure de l'effet Kerr polaire 74

3.6 Caractérisation magnétique dans le domaine des hyperfréquences 75

4 SYNTHESE DES RESULTATS BAM 79

4.1 Caractérisation mécanique 79

4.2 Caractérisation morphologique 80

4.3 Caractérisation physico-chimique 81

4.4 Caractérisation magnétique BF 84

4.4.1 Influences des paramètres d'élaboration sur les cycles d'hystérésis 84

4.4.2 Evolution en température 86

4.4.3 Influence de la pression d'argon 87

4.5 Caractérisation magnétique hyperfréquence 88

4.5.1 Etude du procédé de gravure 88

4.5.2 Caractérisation hyperfréquence des lignes coplanaires 89

4.6 Bilan 90

5 SYNTHESE DES RESULTATS YIG 92

5.1 Caractérisation mécanique 92

5.2 Caractérisation morphologique 93

5.3 Caractérisation physico-chimique 93

5.4 Caractérisations magnétiques BF 95

5.5 Caractérisation magnétique hyperfréquence 97

5.6 Bilan 98

6 INTEGRATION D'OXYDE MAGNETIQUE DANS DES DISPOSITIFS NON-RECIPROQUES 99

6.1 Les dispositifs non réciproques 99

6.1.1 Présentation générale 99

6.1.2 Isolateurs 100

6.1.3 Circulateurs à ferrite 102

6.1.4 Micro-Inductances 104

6.1.5 Micro-résonateurs 105

6.2 Dimensionnement des composants 106

6.3 Technologie de réalisation des composants 107

6.4 Isolateurs fabriqués 109

6.4.1 Dimensionnement 109

6.4.2 Caractérisation hyperfréquence des isolateurs 110

6.4.2.1 Isolateurs à base de BaM 110

6.4.2.2 Isolateurs à base de YIG 112

6.4.2.3 Bilan 113

6.5 Circulateurs fabriqués 114

6.5.1 Dimensionnement 114

6.5.2 Caractérisation hyperfréquence des circulateurs 115

6.6 Micro-inductances fabriquées 118

6.6.1 Dimensionnement 118

6.6.2 Caractérisation hyperfréquence des micro-inductances 120

6.7 Micro-résonateurs fabriqués 120

6.7.1 Dimensionnement 120

6.7.2 Caractérisation hyperfréquence des micro-résonateurs 121

6.8 Conclusion et perspectives 122

7 CONCLUSION SUR LES DEPÔTS MAGNETIQUES 124

CONCLUSION ET PERSPECTIVES 127

REFERENCES DE LA SYNTHESE 134

INTRODUCTION

Dans ce document une synthèse d'une quinzaine d'année de recherche est présentée. Ces années m'ont permis de découvrir le monde des couches minces. Nous pourrions commencer en écrivant que quasiment tous les objets modernes sont recouverts de couches minces. Des films minces sont présents dans tous les domaines : l'électronique avec les composants pour la microélectronique, la mécanique avec des couches anti-corrosions ou encore avec des couches dures pour l'amélioration du vieillissement de certaines pièces, le biomédicale avec le recouvrement de certaines prothèses, l'optique avec les verres anti-reflets ou les couches "filtres", la décoration (couches minces sur bouchon de bouteille) ou encore le photovoltaïque, domaine à l'interface de l'électronique et de l'optique. Cette liste n'est naturellement pas exhaustive mais permet de se rendre compte de l'importance sur le marché des hautes technologiques des couches minces.

Par définition une couche mince est une fine pellicule d'un matériau déposé sur un autre matériau, appelé « substrat ». L'objectif de ce film mince est de donner des propriétés particulières à la surface de cette pièce "recouverte", tout en conservant les propriétés massives du substrat comme les propriétés magnétiques par exemple. Une couche sera dite

mince si son épaisseur est comprise entre quelques Angstrœms et plusieurs microns, ceci dépend du domaine de travail (mécanique ou optique par exemple).

Les dépôts de couches minces peuvent être réalisés soit par voie liquide (technique sol-gel, électrolyse, spray) soit par voie sous vide. Dans ce dernier groupe, deux sous-groupes sont présents : les dépôts physiques (PVD : Physical Vapor Deposition, c'est à dire la pulvérisation et l'évaporation) et les dépôts chimiques (CVD : Chemical Vapor Deposition). Il existe d'autres techniques dérivées ou complémentaires.

Dans un premier temps, mon travail de thèse sera présenté succinctement. Il concerne le dépôt de couches minces d'oxyde d'étain par la technique sol-gel. Ces films minces sont utilisés pour leur aspect anti-reflet et surtout leur propriété comme oxyde transparent et conducteur (OTC). La majorité du travail concerne la mise au point de la technique et l'optimisation des paramètres de dépôts afin de trouver le meilleur compromis entre conductivité électrique et transparence optique.

Un cours séjour au laboratoire L2PV, m'a permis de découvrir la pulvérisation cathodique DC et les dépôts de chrome. Ces films sont très souvent utilisés pour la décoration. L'objectif de ce travail était de mesurer les contraintes de la couche in-situ, c'est à dire lors de l'élaboration.

Enfin la plus grosse partie de ce manuscrit concerne ces dernières années au laboratoire DIOM. Le laboratoire s'est spécialisé dans l'étude, la conception et la caractérisation de composants passifs utilisant des couches minces magnétiques dans les domaines des hyperfréquences et de la magnéto-optique. Le challenge qui m'a été proposé en 1999 a été de prendre en charge l'élaboration de matériaux magnétiques par pulvérisation cathodique Radio-Fréquence au sein du laboratoire. Cette technique aux nombreux avantages a été choisie car elle permet le dépôt d'oxyde, en conservant une assez bonne stœchiométrie des films et de plus, elle est très utilisée dans le domaine industriel. Une étude "matériau" a donc été nécessaire afin de maîtriser le dépôt de couches minces magnétiques. Deux matériaux ont été étudiés : un matériau dit "dur" : l'Hexaferrite de Baryum, et un matériau "doux" : le Grenat de Fer et d'Yttrium. Ces matériaux de part leurs propriétés magnétiques, sont très utilisés dans le domaine des télécommunications. Le premier objectif était l'obtention de couches ayant des propriétés magnétiques acceptables, c'est à dire proche du matériau dans son état massif et la tenue mécanique des couches sur le substrat.

A partir de ce travail, le développement de dispositifs utilisables dans le domaine des micro-ondes a été envisagé. Quatre composants ont été étudiés, afin de mettre en évidence la faisabilité de la conception, la réalisation et la caractérisation de composants. Les démonstrateurs réalisés sont des circulateurs, des isolateurs, des micro-inductances et des micro- résonateurs. Pour ce développement, la partie technologique sera la plus détaillée, les simulations et les caractérisations hyperfréquences des composants étant gérées par différents collègues.

COUCHES MINCES : OXYDE TRANSPARENT ET CONDUCTEUR

L'objectif de cette étude était d'évaluer les possibilités d'élaboration de l'oxyde d'étain par la méthode sol-gel. L'intérêt de cet oxyde est un très bon compromis entre transparence dans le visible et conductivité électrique acceptable. Il fait partis de la famille des OTC (Oxyde Transparent et Conducteur), pour laquelle différentes applications sont envisageables comme les électrodes transparentes pour cellules solaires… Il a fallu adapter la technique sol-gel au dépôt de couches minces d'oxyde d'étain. Le procédé sol-gel permet la production de matériaux vitreux sans recourir à des températures très élevées. Cette technique permet à partir d'un liquide de déposer un film par trempage puis tirage (dip-coating) d'un substrat. Ce dernier deviendra après traitement thermique approprié stable et solide.

La préparation de la solution est une étape chimique et n'a fait l'objet d'aucune étude approfondie. Seule l'influence du vieillissement dans le temps de la solution de tirage sur la morphologie des couches a été étudiée. Le résultat obtenu est d'importance, car les solutions mises au point présentent l'avantage de "bien" vieillir. Epaisseur, résistivité, propriétés optiques et cristallographiques évoluent très faiblement pour des dépôts réalisés à partir de la

même solution, à des jours différents (jusqu'à cinq mois). Ce facteur de quasi-stabilité de la solution dans le temps est très intéressant dans l'objectif d'applications industrielles. De plus une solution permet de faire plusieurs dépôts espacés dans le temps sans avoir de trop grandes modifications structurales.

Le rôle du substrat sur la morphologie des couches a été mis en évidence durant ce travail. Ainsi les cristallites peuvent varier du simple au double pour des dépôts élaborés dans les mêmes conditions mais avec des substrats différents.

La méthode Sol-Gel repose sur :

- Trois étapes d'élaboration : préparation de la solution, trempage et tirage du substrat, traitement thermiques.
- Quatre stades de croissances : hydrolyse, condensation, séchage, densification.

Ce découpage ne doit pas faire oublier que les stades de croissance de l'oxyde d'étain se déroulent tout au long de l'élaboration. L'hydrolyse et la condensation s'effectuent de façon spontanée et simultanée lors du tirage. Le séchage et la densification ont lieu au cours des traitements thermiques. Les liens étroits entre toutes ces étapes ont été mis en évidence durant ma thèse. Il est apparu qu'une bonne maîtrise des paramètres correspondants était essentielle.

L'instabilité des solutions à base d'alcoxyde d'étain et d'eau nous a forcé à considérer l'hydrolyse à partir de l'étape de tirage. L'intervention des molécules d'eau dans le phénomène chimique ne se fait que lorsque le substrat est tiré hors de la solution, et ceci grâce à l'humidité environnante. A partir de cet instant, hydrolyse et condensation se font spontanément. La condensation va même se poursuivre durant les premiers instants du séchage. Nous avons ainsi souligné le point clé qu'est le contrôle de l'atmosphère de tirage. L'humidité relative environnant l'appareil de tirage a donc fait l'objet d'une étude complète. Pour des humidités relatives importantes (>40%), on note une morphologie tourmentée et des zones amorphes qui peuvent expliquer l'apparence "laiteuse" des films. Par contre pour des humidités relatives inférieures, les dépôts sont transparents, très homogènes et en microscopie électronique à transmission à haute résolution (HRMET), des polycristaux de SnO_2 sont observés sans présence de zone amorphe. Cette étude a été étendue à des matériaux dopés à l'antimoine et a montré une mauvaise insertion du dopant pour des humidités relatives très faibles (<20%).

Le contrôle de la vitesse de tirage du substrat hors de la solution doit être précis pour une bonne reproductibilité des films (épaisseur et propriétés).

Pendant l'étape suivante qui regroupe deux traitements thermiques (séchage et densification), les durées et valeurs des températures sont les paramètres les plus critiques. Un séchage (étape d'évaporation de solvants et de liants organiques) trop rapide est à l'origine de l'apparition de fissures et une analyse en thermogravimétrie nous a permis de résoudre ces problèmes. Au terme de cette étape, il est cependant nécessaire que tous les liants soient évacués. Puis nous avons montré l'influence de la densification sur la morphologie des couches : selon la température des recuits, les dépôts sont amorphes ou constitués de polycristaux d'oxyde d'étain tétragonal (structure typique appelée cassitérite) de taille plus ou moins importante. A l'aide de la RBS, nous avons montré que les couches sont stœchiométriques. Les propriétés électriques et optiques de ce matériau s'en retrouvent alors modifiées.

La résistivité électrique est comprise entre 1 à 1000Ω.cm pour des couches non dopées selon les conditions de recuit et l'épaisseur du film. La transmission optique est supérieure à 98%. Le dopage à l'antimoine permet de diminuer la résistivité des films. Le meilleur compromis entre bonne transmission optique et conductivité électrique élevée a été trouvé pour un pourcentage d'antimoine de 7%. Ce matériau dopé avec de l'antimoine présente une résistivité électrique de $4{,}5.10^{-3}$Ω.cm et une transmission optique de 76% pour des films d'une épaisseur de 500nm.

La bande interdite optique et la permittivité diélectrique des films minces d'oxyde d'étain ont pu être déterminées avec des valeurs un peu différentes de celles données dans la littérature. Pour la bande interdite optique les valeurs mesurées sont comprises entre 4 et 4,1eV et la permittivité est d'environ 40 (à température ambiante). La variation de cette constante diélectrique avec la température a été mesurée.

Durant ces cinq années, nous avons réussi à élaborer des couches minces d'oxyde d'étain dopées à l'antimoine qui avaient une bonne adhérence, étaient reproductibles et homogènes.

COUCHES MINCES : ETUDE IN-SITU DE COUCHES MINCES DECORATIVES

Les couches minces sont quasiment universelles, on les retrouve dans l'électronique, la décoration, le biomédical, l'optique, le photovoltaïque, la chimie, la mécanique etc… La première caractérisation d'un film mince élaboré est l'observation de son adhérence sur le substrat. Cette caractéristique dépend directement des contraintes dans la couche. Une des propriétés spécifiques de l'élaboration de couches minces est la contrainte qui se développe pendant le dépôt. Pour comprendre les mécanismes qui produisent cette contrainte, il est nécessaire d'étudier l'évolution de celle-ci.

Dans des travaux précédents [Moulard, 1997a, b], la variation intrinsèque de la contrainte des couches minces de chrome pur a été étudiée. La méthode utilisée et développée au laboratoire était celle du cantilever sur lequel vient se réfléchir un faisceau laser. Le substrat (verre d'épaisseur très faible : cantilever) est encastré à l'une de ses extrémité sur un porte substrat fixe. Le faisceau laser provenant de l'extérieur de l'enceinte entre par un hublot et par un jeu de miroirs placés à l'intérieur du bâti se réfléchit sur le substrat pour ressortir par

le même hublot. Ce faisceau est alors visualisé sur un écran. Pendant le dépôt, les contraintes se développent dans la couche et provoquent la flexion du substrat et par conséquent la déviation du faisceau laser réfléchi. Sur l'écran, le point d'impact du faisceau se déplace linéairement et le suivi du spot est réalisé à l'aide d'une caméra CCD. La distance de translation de ce spot est directement liée aux contraintes dans la couche à l'aide de la formule de Stoney [Stoney 1909].

G. Moulard a montré que dans la plupart des cas, des contraintes en tension sont observées. Cette évolution des contraintes selon l'épaisseur de film peut être corrélée avec la microstructure de la couche. Ainsi la contrainte en compression est directement liée à une structure dense des films. Cette contrainte en compression peut être obtenu en appliquant une tension de polarisation négative sur le substrat [Moulard, 1998].

Nous avons étudié l'évolution intrinsèque de la contrainte, la texturation et la rugosité des couches de chrome élaboré par pulvérisation cathodique magnétron DC pour différentes tensions négatives de polarisation du substrat. Cette tension négative permet d'augmenter l'énergie des ions argons qui vont venir frapper le substrat et la couche déposée et ainsi influencer les qualités du film déposé.

Des contraintes intrinsèques en compression sont observées lorsque la tension de polarisation du substrat augmente (en valeur absolue). Ceci est dû à un bombardement plus intensif d'ions argon. Au-dessus d'une certaine valeur de polarisation, il y a une association entre un effet de recristallisation et une contrainte en tension.

Nous avons aussi observé que quelle que soit la tension de polarisation les dépôts sont denses. Les couches sont cristallisées et présentent une orientation préférentielle qui évoluent de (110) à (200) lorsque la valeur de la tension de polarisation du substrat augmente (en valeur absolue). Cette évolution peut être liée à à la contrainte intrinsèque. La taille des grains observée par diffraction des rayons X diminue avec l'augmentation de la tension. Mais pour une valeur spécifique de la tension, on observe une augmentation de la taille de grains, résultat de la recristallisation de sous-couches provoquée par l'énergie accrue d'ions de bombardement.

La rugosité des couches de chrome diminue pour les tensions plus élevées. Cette évolution de rugosité est due à un réarrangement à la surface des dépôts lié à l'augmentation de la mobilité des atomes directement liée à l'énergie de bombardement des ions argon.

COUCHES MINCES MAGNETIQUES

En 1999, une réorientation technologique m'a été proposée par J.J. Rousseau, directeur du laboratoire DIOM. Le passage d'une petite équipe à un travail avec un groupe plus important de scientifiques m'a permis d'évoluer dans un nouveau domaine : le dépôt de couches minces magnétiques.

Dans le domaine de l'électronique, les composants doivent être de plus en plus performants pour des fréquences pouvant atteindre plusieurs dizaines de GHz, nécessité imposée par le domaine des télécommunications. Pour ces fréquences de travail, la majorité des composants est inutilisable ou présente des caractéristiques insuffisantes.

D'autre part, un des objectif commercial est de réduire le plus possible les dimensions des appareils. Cette réduction de tailles nécessite l'obtention de composants intégrés. Du point de vue magnétique, de nombreux matériaux ont été étudiés et caractérisés sous une forme massive. Le challenge est de montrer les études réalisées au DIOM sur des matériaux de très faibles épaisseurs appelés couches minces. Ces couches minces sont la base même du fonctionnement de différents composants, type isolateurs, circulateurs etc…

D’une façon générale les objectifs visés concernent des études de faisabilité (conception, dimensionnement, réalisation de démonstrateur, caractérisation) de composants passifs hyperfréquences en vue d’une fabrication collective, voire d’une intégration.

- Classiquement la première étape du travail (conception, dimensionnement) est conduite à l’aide d’outils de simulation spécifiques aux domaines hyperfréquences (HFSS : Designer pour les outils commerciaux, méthode SDA pour les développements propres au laboratoire).
- Les étapes technologiques sont pour l’essentiel identiques à celles utilisées en micro-électronique (pulvérisation cathodique, photolithogravure…).
- Enfin la caractérisation des dispositifs réalisés utilisant des équipements classiquement rencontrés dans le domaine des micro-ondes (testeur sous pointes, analyseur vectoriel de réseau…).

A la vue de ces différentes étapes dans la conception d'un démonstrateur, nous pouvons voir que nécessairement ce travail est le fruit d'une collaboration entre différentes équipes aux compétences complémentaires. Je tiens à préciser mon rôle dans ce travail très vaste. Il est essentiellement centré sur l'aspect technologique, avec le dépôt des couches minces, la participation à la réalisation des motifs, et certaines caractérisations matériaux.

Cette partie a pour objectif de faire le point sur l’ensemble des étapes technologiques nécessaires à la réalisation de composants planaires hyperfréquences utilisant des couches minces magnétiques.

Après un rapide état de l’art sur les matériaux magnétiques spécifiquement utilisés en micro-ondes, les deux matériaux élaborés en couches minces seront décrits : l’hexaferrite de baryum (BaM) et le grenat de fer et d’yttrium (YIG).

Les procédés d’élaboration de couches minces sont décrit dans le second paragraphe. Nous développerons plus particulièrement la pulvérisation cathodique RF que nous avons retenue comme moyen de dépôt. Au cours de ce paragraphe nous présenterons également les traitements thermiques nécessaires à la cristallisation des films déposés.

Le troisième paragraphe présente l’ensemble des caractérisations mécaniques, morphologiques, structurales, magnétiques basse fréquence et hyperfréquence qu’il convient de réaliser pour une connaissance approfondie des couches. Le passage à la réalisation de démonstrateurs ne pourra être réalisé sans une bonne connaissance des propriétés des films minces élaborées.

Les paragraphes 4 et 5 constituent une synthèse des résultats obtenus respectivement sur les matériaux BaM et YIG.

Le dernier paragraphe est relatif à l'utilisation des couches minces pour la réalisation de différents dispositifs. Il constitue un bilan du travail réalisé de la simulation à la caractérisation hyperfréquence en passant par la technologie de réalisation.

1 ETAT DE L'ART DES COUCHES MAGNETIQUES

1.1 Généralités

Les matériaux magnétiques utilisés dans les domaines des radiofréquences et des hyperfréquences sont ferrimagnétiques, ce sont plus particulièrement des ferrites (oxydes ferrimagnétiques). Il existe une grande diversité de ferrites et ces derniers sont classés selon leur structure cristallographique qui est directement à l'origine de leurs propriétés. La classe des ferrites peut être subdivisée en quatre principales familles structurales :

- Les spinelles MFe_2O_4 (M : métal bivalent = Co, Ni, Zn …)
- Les orthoferrites $LFeO_3$ (L: terre rare ou yttrium)
- Les grenats $L_3Fe_5O_{12}$ (L : terre rare ou yttrium), dont le plus connu est le grenat de fer et d'yttrium : $Y_3Fe_5O_{12}$ ou YIG.
- Les ferrites hexagonaux, dont le plus connu est l'hexaferrite de baryum : $BaFe_{12}O_{19}$ ou BaM.

La compréhension du comportement des ferrites dans le domaine des hyperfréquences est liée à l'étude du comportement d'un électron unique du fait qu'à ces fréquences élevées, les vecteurs magnétisation des domaines et des parois sont incapables de répondre assez vite au champ magnétique. Par contre, des électrons isolés peuvent répondre à ces fréquences car chaque électron est soumis au même champ, de sorte que la totalité du vecteur magnétisation suit le champ magnétique appliqué.

Ainsi un électron peut-être considéré comme une sphère chargée tournant autour d'un axe. Un moment de dipôle magnétique et un moment d'inertie sont présents en raison de la masse de cet électron. Lorsqu'un champ magnétique est exercé, un couple se crée et son moment d'inertie induit un effet "gyroscope". Un phénomène de résonance est observé lorsqu'un champ hyperfréquence est appliqué et lorsque celui-ci est à la fréquence de Larmor. L'amplitude du mouvement de précession devient relativement grande, entraînant des pertes élevées (Figure 1), c'est la résonance gyromagnétique.

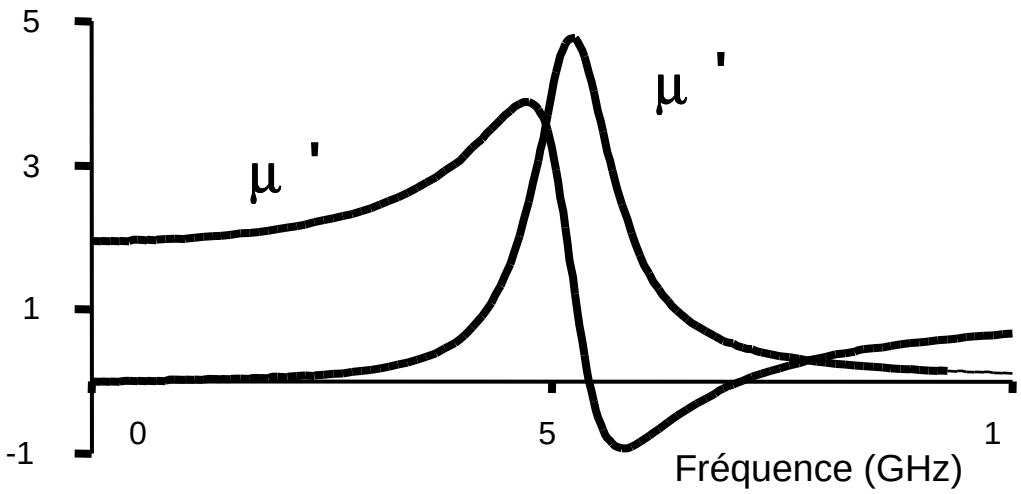


Figure 1: Perméabilité réelle et imaginaire pour un matériau magnétique (données arbitraires)

Les composants à base de matériaux magnétiques fonctionnant hors résonance gyromagnétique sont les composants dits non réciproques à déplacement de champ comme les circulateurs. Les composants travaillant à la résonance sont du type filtres, résonateurs (ou micro-résonateurs) ou encore isolateurs (avec absorbants).

Les composants passifs micro-ondes utilisent des matériaux magnétiques (ferrites) connus pour leurs propriétés dans le domaine des hyperfréquences. Ils présentent notamment des résistivités élevées et des fréquences de gyrorésonance supérieures aux gigahertz. Ces ferrites sont constitués d'oxydes ferrimagnétiques à partir d'anions d'oxygène autour d'ion métallique divalent ou trivalent comme le fer par exemple [Nicolas, 1980].

Par modification de la composition chimique du ferrite, le comportement magnétique peut être ajusté. En effet, si un cation trivalent de fer est remplacé par un autre composé trivalent, il forme ainsi un ferrite substitué avec des propriétés parfois complètement différentes.

Afin de réaliser des composants dans le domaine des hyperfréquences, un matériau magnétique dur l'hexaferrite de Baryum (BaM), a été sélectionné vis-à-vis de ses intérêts du point de vue magnétique : il possède une forte anisotropie uniaxiale (1,7T), sa fréquence de résonance varie de 40 à 60GHz car elle est ajustable par substitution d'atome de Co-Ti. Ce matériau peut être utilisé sans aimant permanent car il peut présenter un fort champ interne (champ à saturation élevé : 480mT et champ rémanent de l'ordre de 250mT), ce qui devrait permettre à terme de miniaturiser les composants en s'affranchissant d'un circuit de polarisation magnétique.

Un second matériau magnétique est élaboré au DIOM, le Grenat d'Yttrium et de Fer (YIG, Yttrium Iron Garnet). Ce matériau doux, est très sélectif, a de faibles pertes et sa fréquence de résonance est comprise entre 2 et 10GHz selon le champ magnétique externe appliqué.

Des circulateurs réalisés à base de ferrite sont actuellement commercialisés. Très souvent, aucune précision n'est donnée sur les ferrites utilisés. Les fabricants de ces composants utilisent des épaisseurs importantes de grenat (508µm) et pour des composants dont la taille sera au minimum : 6,25x6,25x3,8mm^3. Leurs performances sont les suivantes : une isolation de 20dB, des pertes d'insertion inférieures à 0,5dB pour une bande de fréquences de 500MHz centrée sur 9,25GHz [Guennou, 2007].

Enfin, quelques composants à base de YIG ou de BaM ont été étudiés, ils seront présentés dans les parties 1.2.3 et 1.3.3.

1.2 Hexaferrite de Baryum

1.2.1 Propriétés statiques

Les ferrites hexagonaux basés sur la structure BaO.6[Fe_2O_3] sont de structure magnétoplombite qui inclut le BaM, le PbM et le SrM. Plusieurs composés présentant les éléments BaO et Fe_2O_3 existent mais le rapport de 1/6 est le plus utilisé pour réaliser des composants magnétiques. L'hexaferrite de Baryum ($BaFe_{12}O_{19}$) présente entre autres la phase hexagonale, les paramètres de maille sont de 0,589 et 2,32nm pour les axes a et c respectivement [Capraro 2004a]. Ces ferrites non conducteurs, résistant à la corrosion et de densité volumique élevée (5,3g.cm^{-3}) sont des matériaux pouvant être élaborés en couches minces. Le coefficient de dilatation thermique du BaM est égal à $7.10^{-6}K^{-1}$.

Les ferrites hexagonaux présentent un axe de facile aimantation (axe c) et une anisotropie uniaxiale importante (de 1500 à 2700kA.m^{-1}).

Le BaM peut être utilisé comme aimant permanent car son champ coercitif et son aimantation à saturation sont élevés. L'aimantation à saturation, à la température ambiante, est égale à 480mT, le champ coercitif est compris entre 125 et 250kA.m^{-1}. Enfin la température de Curie du BaM est égale à 740°C.

1.2.2 Propriétés dynamiques

Un champ d'anisotropie Ha est présent dans le BaM car ce matériau possède une anisotropie magnéto-cristalline élevée. Ce champ contribue au champ interne H_0 et permet d'obtenir des fréquences de résonance plus élevées que celles présentées par un matériau ayant une anisotropie magnéto-cristalline faible. Pour la réalisation d'un composant à base de BaM (fréquence de résonance proche de 50GHz sans champ appliqué), le champ d'anisotropie est proche de 1500kA.m^{-1}. Le champ appliqué, H_{DC}, influence la fréquence de résonance, par exemple : variation de 10GHz pour une variation du champ de 300kA.m^{-1}.

1.2.3 Réalisations et applications

Le dépôt de BaM a déjà été largement étudié pour l'enregistrement magnétique [Sankaranarayanan, 2000], [Matsumoto, 2001], [Zhuang, 2000], [Sui, 1993], domaine pour lequel les couches magnétiques sont de très faible épaisseur, de l'ordre de la dizaine à la centaine de nanomètres. Dans la littérature, on constate que les films minces d'hexaferrite de baryum sont déposés par différents procédés de dépôt tels que l'évaporation sous vide [Wane, 2000], la technique sol-gel [Kamansanan, 1991], l'ablation laser [Zhuang, 1998] [Huang, 1995] ou encore la pulvérisation cathodique [Suzuki, 1998] [Morisako, 1997] [Pankhurst, 1996] [Capraro, 2003].

A base de BaM substitué Scandium, Shi a réalisé des circulateurs fonctionnant autour de 30GHz avec une bande passante de 2GHz et des dimensions de 2,5x2,5x0,2mm^3 [Shi, 2001]. Les performances sont : des pertes d'insertion de 2,5dB environ et une isolation de 23dB. Ces circulateurs sont réalisés à partir de ferrite fournis par Hewlett-Packard et les résultats sont peu différents pour le matériau saturé ou non saturé (par exemple 2GHz de différence pour la fréquence) [Shi, 2000].

Un autre matériau à base de ferrite substitué est étudié : l'hexaferrite substitué Strontium. A. Guennou a étudié à partir de simulations des circulateurs à base de ferrite de 254µm d'épaisseur. Pour une bande passante de 1,8GHz autour de 32GHz l'isolation est de 50dB et les pertes d'insertion sont de 2,8dB [Guennou, 2007]. Oliver a fabriqué un circulateur de dimensions 15x10x0,13mm^3 [Oliver, 2001]. Ce composant présente une isolation de 33dB à 28,9GHz (bande passante relative de 1%) et des pertes d'insertion de 2,8dB. En présence d'un aimant permanent les pertes d'insertion diminuent (1,6dB) alors que l'isolation augmente significativement pour atteindre 50dB. Zuo est parti de ferrite substitué Sr de 254µm d'épaisseur fournit par Manatee Magnetics Inc [Zuo, 2003]. Pour le circulateur réalisé sur du

silicium, l'isolation maximale est de 28dB à 41GHz et les pertes d'insertion s'élèvent à 4dB. Les pertes d'insertion minimales sont de 3dB à 39,75GHz pour une isolation de 14dB.

Des circulateurs auto-polarisés fonctionnant à des fréquences autour de 9GHz [Webb, 1995], ont été réalisés à partir de deux matériaux : un matériau à faible coercivité assurant la fonction de circulation, inséré dans un deuxième matériau à forte coercivité (tel que le BaM) procurant le champ magnétique interne. Les performances obtenues sont une isolation supérieure à 20dB et des pertes d'insertion inférieures à 0,4dB pour une bande passante de 3GHz. Les dimensions d'un tel composant sont cinq fois moins importantes qu'un dispositif équivalent utilisant des aimants externes.

1.3 Grenat de Fer et d'Yttrium

1.3.1 Propriétés statiques

Le grenat de fer et d'yttrium (YIG, $Y_3Fe_5O_{12}$) possède une structure cubique centrée. Le paramètre de maille élémentaire est de 1,2376nm, ce qui implique une densité théorique de 5,17g.cm^{-3} [Bertaut, 1956], [Geller, 1957]. Le coefficient de dilatation thermique du YIG est égal à $10.10^{-6}K^{-1}$ [Park, 2001]. Les couches minces déposées sur GGG (Godolinium Galium Garnet) laissent entrevoir une orientation préférentielle. Ce substrat ayant le même paramètre de maille que le YIG [Boudiar, 2004b].

Le YIG, de par ses propriétés magnétiques et magnéto-optiques, trouve de nombreuses applications dans le domaine de l'optique et des micro-ondes. En effet le YIG présente un effet magnéto-optique principal, appelé effet Faraday très important et une fenêtre de transparence située entre 1,1 et 4,5µm, longueurs d'onde compatibles avec des applications en télécommunications optiques.

Du point de vue magnétique, le YIG présente une aimantation à saturation $4\pi M_s$ égale à 175mT à température ambiante [Landolt, 1978], [Ibrahim, 2000]. La température de Curie du YIG est égale à 560K [Pauthenet, 1958].

1.3.2 Propriétés dynamiques

La largeur de résonance à mi-hauteur ΔH est définie à partir de la courbe µ" en fonction du champ appliqué externe. Cette largeur est directement liée aux pertes magnétiques induites par l'anisotropie magnétique, la porosité et les inclusions non-magnétiques du matériau [Song, 2002] [Schlömann, 1956]. Cette largeur de résonance est donnée pour un

monocristal de YIG et est comprise entre 8 et 80A.m^{-1} [Rodrigue, 1958] [Shotton, 1964]. Selon le champ extérieur appliqué, la fréquence de résonance est comprise entre 2 et 10GHz.

1.3.3 Réalisations et applications

Différents essais de composants dans le domaine des hyperfréquences ont été réalisés à base de YIG. Un circulateur triplaque constitué de deux disques de YIG a été réalisé [Schloemann, 1986]. Autour de 5GHz, des pertes d'insertion de 1dB et une isolation comprise entre 10 et 20dB ont été observées.

Afin de réduire les dimensions du circulateur, un film de ferrite de 100µm d'épaisseur a été réalisé par épitaxie en phase liquide sur substrat de GGG. Ce substrat a ensuite été éliminé après collage sur le semi-conducteur (technologie microruban). Autour de 9GHz (bande passante de 1GHz), des pertes d'insertion de 1dB et une isolation de 20dB ont été observées [Olivier, 1997] [How, 1998]. Par contre ce dispositif est assez encombrant : 14,1x14,1x0,1mm^3. Des circulateurs en technologie coplanaire ont aussi été réalisés [Oshiro, 2005]. Le conducteur central et les plans de masse sont réalisés en cuivre (10µm d'épaisseur). Ces composants de dimensions 10x10x2mm^3, à base de YIG massif (épaisseur 508µm) donnent des résultats suivants avec un champ magnétique de polarisation de 112kA.m^{-1} : pertes d'insertion de 4,9dB, fréquence de fonctionnement égale à 8GHz avec une bande passante de 100MHz et une isolation de 28dB.

Des circulateurs à base de couche de YIG (environ 100µm d'épaisseur) ont été fabriqués sur des substrats semi-conducteurs de Si et de GaAs métallisés. Pour les circulateurs à base de substrat de silicium, le pic d'absorption se situe à 11GHz avec une isolation de 35dB et des pertes d'insertion de 5dB environ [Adam, 1995]. How obtient pour une structure proche des pertes d'insertion moins importantes de 1,34dB pour un circulateur fonctionnant entre 8 et 12GHz [How, 1998]. Pour les circulateurs à base de substrat de GaAs, les pertes d'insertion sont de 2dB et l'isolation est supérieure à 18dB sur une bande de fréquences de 1GHz centrée autour de 20GHz [Webb, 1995]. La réalisation de circulateurs sur GaAs est plus contraignante car des étapes technologiques supplémentaires sont nécessaires.

A. Guennou a obtenu des circulateurs à base de YIG commercial de dimensions 3x3x3mm^3 avec une isolation maximum de 50dB, des pertes inférieures à 0,56dB (pouvant atteindre 1,8dB dans certaines conditions) pour une fréquence de travail de 8,9GHz [Guennou, 2007].

Des isolateurs à base de YIG ont aussi été réalisés. A 4GHz, une isolation de 25dB avec des pertes d'insertion inférieures à 1dB ont été observées [Courtois, 1975].

Enfin, d'autres composants à base de couches minces de YIG, tels les micro-résonateurs ou les inductances sont étudiés et réalisés au laboratoire DIOM.

1.4 Conclusion

Comme nous avons pu le voir dans ce chapitre, peu de composants ont été élaborés à base des matériaux étudiés au DIOM. Les composants présentés ont des propriétés magnétiques dans le domaine des Radio Fréquences très acceptables, mais ont des épaisseurs millimétriques. Ces dimensions peuvent être réduites par le dépôt des ferrites magnétiques sous la forme de couches minces, à condition que les performances magnétiques des ferrites soient conservées.

2 PROCEDE DE DEPOT : PULVERISATION CATHODIQUE RF

Le dépôt de couches minces magnétiques peut être réalisé par de nombreuses techniques : chimiques ou physiques, sous forme liquide ou sous vide etc… Notre choix s'est porté sur la pulvérisation cathodique Radio Fréquence, technique de type PVD (Physical Vapor Deposition).

2.1 Choix technologiques

L'objectif étant la réalisation de composants passifs intégrés, il est nécessaire que le matériau magnétique soit sous une configuration de type "couche mince". Le procédé d'élaboration doit permettre le dépôt d'oxydes et être couramment utilisé en milieu industriel. Les couches minces de BaM et de YIG sont ainsi déposées par pulvérisation cathodique magnétron Radio Fréquence, technique qui présente l'avantage de contrôler plus précisément la composition des alliages par rapport aux autres procédés comme l'évaporation par exemple. De plus, les atomes libérés par le mécanisme de pulvérisation cathodique ont une énergie supérieure à celle des atomes libérés par évaporation thermique sous vide. Ce procédé est aussi très répandu dans le domaine de la microélectronique.

2.2 Principe de la pulvérisation cathodique RF

La pulvérisation est un processus se définissant comme l'éjection d'atomes superficiels d'une cible du matériau à déposer par des atomes ionisés d'argon, suivi du transfert de ces atomes éjectés sur un substrat que l'on désire recouvrir d'une couche mince [Richardt, 1994] (Figure 2).

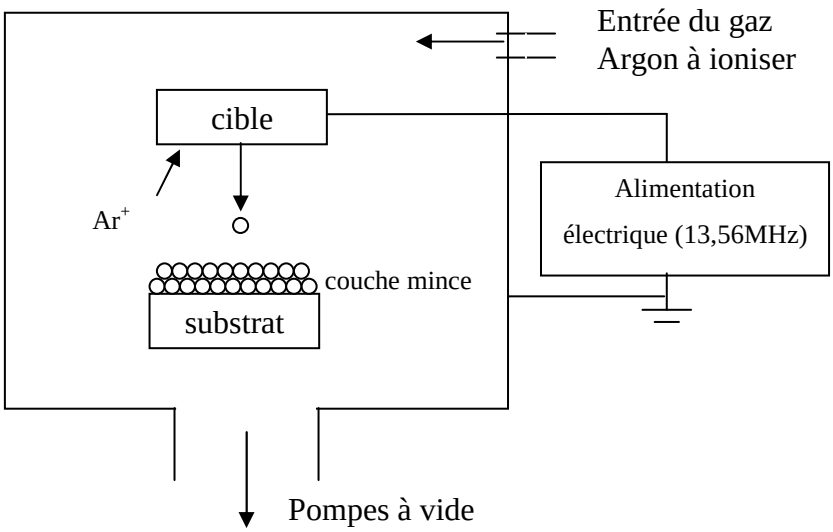


Figure 2 : Principe de la pulvérisation cathodique RF

Ce processus se déroule dans une enceinte à vide dans laquelle sont placés la cible (constituée du matériau à déposer) et le substrat. A l'aide d'un groupe de pompage (pompe à palette en série avec une pompe turbomoléculaire) un vide limite compris entre 10^{-6} et 10^{-7} mbar est atteint.

Les ions de bombardement sont créés à partir d'un gaz neutre, introduit dans la chambre sous vide, ceci amenant la pression à une valeur comprise entre 10^{-3} et 10^{-1}mbar selon les paramètres de dépôt. Le gaz neutre utilisé est l'argon en raison de sa masse atomique élevée et de son inertie chimique (pas de réaction chimique avec d'autres éléments).

Par application d'une tension électrique sur la cible, un plasma constitué d'ions argon et d'électrons est ainsi créé. Les ions créés sont attirés par l'électrode polarisée négativement : la cathode où se situe la cible. L'impact avec la cible va libérer des atomes de la cible et à nouveau des électrons qui pourront ioniser d'autres atomes de gaz à leur tour. Le processus est ainsi entretenu.

L'éjection des atomes est un effet purement mécanique dû aux chocs des ions sur le matériau que l'on veut déposer. Le phénomène mis en jeu est le transfert de la quantité de mouvement. L'atome éjecté va arriver sur le substrat avec une certaine énergie, lui permettant d'adhérer au substrat. Celui-ci va se couvrir progressivement d'une couche mince du même matériau que la cible par condensation. La formation de la couche mince fait intervenir trois étapes : la nucléation, l'interface et la croissance.

Dans le cas de la pulvérisation de type Radio Fréquence (RF), des couches minces conductrices, isolantes ou semi-conductrices peuvent être déposées, ce qui n'est pas le cas avec la pulvérisation DC (continue). Avec une tension DC, une autopolarisation négative est

créée, les électrons générés ne sont pas évacués et s'accumulent à la surface de la cible isolante. La cible isolante se comporte comme un condensateur. La pulvérisation RF permet à la fréquence utilisée, 13,56MHz (fréquence autorisée dans l'industrie) d'influencer le mouvement des électrons. Les ions d'argon, vu leur masse, ne peuvent pas suivre les variations temporelles du potentiel RF, au contraire des électrons beaucoup plus légers. Un nuage d'électrons se déplace d'une électrode à l'autre au milieu d'un nuage d'ions peu mobiles, évitant ainsi tout phénomène de claquage au niveau de la cible.

Les principaux paramètres de dépôt sont la puissance cathodique RF, la pression d'argon (fonction du débit d'argon en entrée et du débit du système de pompage) et la température in situ. La puissance cathodique peut varier jusqu'à 100W, limite fixée par la fragilité des cibles céramiques. La pression d'argon quant à elle varie entre 4.10^{-3} et 0,1mbar et la température in situ est comprise entre l'ambiant et 600°C (Température du porte substrat).

Le phénomène d'éjection des atomes étant purement mécanique, la cible devrait en théorie rester froide. En pratique, elle s'échauffe du fait du bombardement ionique, c'est pourquoi un système de refroidissement est présent.

L'adhérence des dépôts réalisés par pulvérisation est supérieure à celle de couches vaporisées, car beaucoup d'atomes arrivent avec une énergie supérieure à 10eV et peuvent ainsi créer des défauts à la surface du substrat qui augmentent l'adhérence du film.

2.3 Matériels du laboratoire DIOM

Le laboratoire DIOM possède trois machines permettant le dépôt par pulvérisation RF : la TSD 350 du groupe HEF, l'EVA 300 du groupe Alliance Concept et un bâti du groupe CVC. Ces machines fonctionnent sur le principe donné précédemment.

Les machines TSD et EVA permettent le chauffage in-situ jusqu'à respectivement 480°C et 600°C au niveau du porte-substrat. L'EVA permet aussi le dépôt réactif et le décapage ou « etching » du substrat, ce dernier permettant d'augmenter l'adhérence des couches. La pulvérisation réactive utilise un plasma réactif, c'est-à-dire qu'une réaction chimique se déroule entre les atomes du matériau à déposer et un gaz actif introduit en plus de l'argon (oxygène dans notre cas).

Dans les trois machines, la cible est fixée sur une cathode de type magnétron. Dans un système sans magnétron, les électrons éjectés de la cathode, sous l'effet du bombardement ionique (Ar^+) se dirigent directement vers l'anode et peuvent être absorbés par l'anode sans le

moindre choc avec des molécules de gaz à ioniser. Par contre, si un champ magnétique B est superposé perpendiculairement au champ électrique, les trajectoires des électrons vont s'enrouler autour des lignes de champ magnétique augmentant leur parcours et acquérant une plus grande énergie. Ainsi les chances d'ioniser une molécule de gaz, et donc le rendement de pulvérisation, augmentent considérablement.

Le substrat le plus couramment utilisé pendant cette étude est l'alumine. Il sert fréquemment de support dans le domaine des hyperfréquences : celui-ci présente une grande résistivité ($2{,}5x10^{6}\Omega$.cm), une faible tangente de perte (0,0001), et surtout un coefficient thermique de $7x10^{-6}K^{-1}$, valeur très proche des deux matériaux déposés. Pour différentes raisons d'autres substrats ont également été utilisés : GGG (Gadolinium Gallium Garnet), silicium, saphir, quartz.

2.4 Les traitements thermiques

Comme nous le verrons dans les paragraphes suivants, les couches minces sont amorphes après dépôts sans apport énergétique in-situ. Dans le cas de films non cristallisés, les « propriétés magnétiques » sont inexistantes. Par conséquent un apport d'énergie post-dépôt est nécessaire. Différents traitements thermiques ont été utilisés durant ce travail.

2.4.1 Le recuit lent

Le traitement thermique « lent » ou Classical Thermal Annealing (CTA), est réalisé au DIOM à partir d'un four à lampes Infra Rouge de marque Nabertherm dont la température maximale est de 1000°C. Ce type de traitement nécessite une rampe de montée de 8 à $10°C.min^{-1}$ pour atteindre une température de 800°C pour le BaM et de 740°C pour le YIG. Le recuit est réalisé sous air. La descente en température se fait naturellement afin d'éviter les chocs thermiques. La durée du recuit varie entre deux et trois heures.

Un autre type de traitement thermique lent a été développé au laboratoire : le recuit sous vide. La pression limite est de 10^{-4}mbar. Ce traitement peut-être utilisé dans le cas de prototype contenant une couche mince de cuivre. L'oxydation du conducteur est alors évitée.

2.4.2 Le recuit rapide

Le traitement thermique « rapide » ou Rapid Thermal Annealing (RTA) a comme principal avantage l'apport d'énergie sous forme de rayonnement afin de chauffer l'échantillon en très peu de temps, la durée du recuit est de l'ordre de quelques secondes.

Ainsi, il est possible d'obtenir des matériaux cristallisés en des temps très courts et ceci avec des budgets thermiques beaucoup plus faibles, ce qui est d'un grand intérêt pour la compatibilité des différents procédés d'élaborations d'un composant [Semmache, 1994]. Le four utilisé au cours de ce travail se trouve à l'INL et il est du type ADDAX R1000.

Les températures de recuits rapides des films minces de BaM sont du même ordre de grandeur que celles utilisées en recuit classique, c'est-à-dire 800°C. Les durées de recuit sont toujours inférieures à la minute et sont typiquement de l'ordre de 30s [Yamakawa, 1996]. La descente en température se fait naturellement dans l'enceinte comme pour le recuit lent mais avec une durée plus courte. Par contre les couches de YIG se décollent systématiquement avec ce type de traitement thermique.

Ce type de recuit peut être réalisé sous air ou sous azote.

2.5 Bilan

Les couches minces de BaM et YIG sont déposées par pulvérisation cathodique RF, puis un traitement thermique post-dépôt est réalisé. Les couches minces d'hexaferrite de BaM ou de YIG doivent satisfaire à plusieurs critères, à savoir :

- un bon état surface, une bonne homogénéité en épaisseur et un rapport stœchiométrique comparable au massif,
- une bonne adhérence de la couche au substrat,
- une cristallisation sous la forme hexagonale pour les couches de BaM ou cubique face centrée pour les couches de YIG (de nombreux composés, non souhaités sont susceptibles de se former lors du recuit de cristallisation),
- des propriétés magnétostatiques (H_c, $\mu_0.M_s$, $\mu_0.M_r$), comparables au massif.

3 CARACTERISATIONS DES COUCHES

La maîtrise de l'élaboration des couches minces de ferrite passe par différentes études. Les caractérisations mécaniques, physico-chimiques, morphologiques et magnétiques, constituent des étapes indispensables pour s'assurer de la qualité des couches.

3.1 Caractérisation mécanique

Du point de vue mécanique, différentes caractéristiques de la couche peuvent être déterminées : épaisseur, rugosité, contrainte dans le film. Ces différentes mesures ont été réalisées à l'aide d'un profilomètre mécanique Dektak 3 - Veecor au DIOM.

Cette technique permet de déterminer les épaisseurs des couches minces en mesurant la différence de "marche" entre le substrat et la couche. Cette "marche" est réalisée soit par cache mécanique soit par attaque chimique.

La rugosité est déterminée par l'appareil à partir d'un passage sur la couche à l'aide d'une pointe de 5µm, la rugosité type "Ra" est alors déduite de ce passage.

Enfin l'évaluation des contraintes résiduelles dans les couches minces est réalisée par la mesure du rayon de courbure du substrat seul et du substrat avec la couche mince déposée. Deux catégories de contraintes sont présentes dans les films : les contraintes intrinsèques et les contraintes thermiques. La contrainte intrinsèque qui apparaît au cours du dépôt est générée lors des étapes de nucléation et de croissance de la couche mince. Lors du refroidissement de l'échantillon après le dépôt, la seconde contrainte apparaît : la contrainte thermique. Cette dernière augmente lorsque la différence entre les coefficients de dilatation thermique de la couche mince et du substrat augmente. Par cette méthode de mesure, les contraintes thermiques et intrinsèques peuvent être déterminées. A partir de la mesure du rayon de courbure, R_0, d'un substrat et du rayon de courbure, R, d'un dépôt sur ce substrat, la formule de Stoney [Stoney, 1909] permet de remonter à la contrainte totale de la couche en prenant en compte les épaisseurs et les constantes élastiques du substrat et du film. Suivant l'orientation du rayon de courbure, la contrainte sera soit positive soit négative. Dans le cas où le rayon de courbure est négatif ($R < 0$), la contrainte est en compression ($\sigma < 0$) et lorsque le rayon de courbure est positif ($R > 0$), la contrainte est en tension ($\sigma > 0$).

3.2 Caractérisation morphologique

La morphologie des couches comme la détermination de l'homogénéité de surface et en profondeur, ainsi que la présence ou non de fissure est déterminée par microscopie électronique à balayage. Le principe d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) consiste à balayer la surface de l'échantillon à l'aide d'un faisceau d'électrons et de transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident [Agius, 1990]. Les microscopes à balayage utilisent un faisceau très fin qui balaie point par point la surface de l'échantillon. Une image topographique (contraste en fonction du relief) ou une image de composition (contraste en fonction du numéro atomique) peut être fournie selon le type de détecteur utilisé [Joy, 1992].

3.3 Caractérisation structurale

Différentes informations doivent être obtenues comme la cristallographie des couches, la stœchiométrie et la composition en profondeur.

3.3.1 Caractérisation cristallographique

La structure cristalline est évaluée à l'aide d'un diffractomètre θ-2θ de marque Rigaku à l'INL. Un faisceau incident de rayons X monochromatiques correspondant à la raie K_α du cuivre (λ = 0,154056nm) est focalisé sur l'échantillon à mesurer. Les rayons X interagissent avec les nuages électroniques des atomes en diffraction. Si l'échantillon présente une structure cristalline, il peut y avoir diffraction lorsque les ondes associées aux rayons X sont en phase, ce qui arrive lorsque la condition de Bragg est respectée.

Cette condition dépend de la distance entre les plans réticulaires du réseau cristallin. Ainsi, chaque famille de plans de distance inter-réticulaire d_{hkl} est à l'origine d'un faisceau diffracté sous un angle d'incidence θ unique (θ_0). L'intensité ainsi obtenue permet de tracer un diagramme de diffraction, la position de pics correspondant à des intensités importantes est caractéristique de la structure cristalline.

La procédure d'identification de la structure cristalline des couches est basée sur la méthode des poudres dans laquelle on suppose que la probabilité de trouver une famille (hkl) en position de Bragg est identique à tout autre famille (h'k'l'). Ceci est le cas dans un assemblage de fins cristaux en nombre suffisant ou dans un échantillon polycristallin où la taille des grains ne dépasse pas 50µm. Ainsi la comparaison des pics de diffractions d'une couche mince (intensité relative et position angulaire) avec les fichiers JCPDS correspondant

à des échantillons de référence permet d'estimer l'orientation cristalline de l'échantillon et d'identifier une ou plusieurs phases cristallines sans le film.

Pour chaque pic de diffraction, une légère dispersion des valeurs autour de θ_0 est présente. Ceci est lié aux imperfections du réseau et aux différentes incertitudes. La largeur des raies permet de déterminer la taille des cristallites diffractantes, suivant la loi de Scherrer [Klug, 1954]. Cette largeur est inversement proportionnelle à la taille des cristallites.

3.3.2 Caractérisation stœchiométrique

Cette caractérisation est déterminée par RBS (Rutherford Back Scattering) par un collègue de Villeurbanne (laboratoire LPMCN de l'UCBL puis INL de l'INSA). Cette technique destructive consiste à envoyer un faisceau d'ions légers (habituellement He^+) très énergétiques sur le matériau. L'ion projectile est alors progressivement ralenti par des collisions électroniques lorsqu'il pénètre dans le matériau. Celles-ci génèrent une perte d'énergie directement proportionnelle à la distance parcourue dans le matériau [Cahn, 1994]. Il peut également se produire une collision entre l'ion incident et un noyau du matériau. L'ion va alors être expulsé hors du matériau avec une énergie bien plus faible. L'énergie de cet ion rétrodiffusé peut être mesurée et comparée à l'énergie de l'ion projectile.

En utilisant les lois de conservation des quantités de mouvement et de l'énergie, et en tenant compte du pouvoir d'arrêt électronique du matériau [Blaise, 1990], on peut déterminer la masse atomique du noyau diffusant et donc la composition du matériau (stœchiométrie). De plus connaissant l'épaisseur du film, la densité peut-être déterminée.

3.3.3 Caractérisation physico-chimique

La Spectrométrie de Masse des Ions Secondaires (Secondary Ion Mass Spectrometry, SIMS) est une technique d'expertise des matériaux qui permet d'obtenir un excellent compromis entre la sensibilité dans la détection des éléments, parfois en quantité très faible dans les composants, et la résolution en profondeur. Il s'agit d'une technique destructive, disponible à l'INL.

L'analyse SIMS consiste à éroder progressivement et très lentement un échantillon au moyen d'un faisceau d'ions et d'étudier la nature ainsi que la quantité des espèces chimiques présentes dans cet échantillon et éjectées par l'érosion. C'est une analyse dite « semi-quantitative », car on a besoin d'une mesure de référence pour comparer les concentrations

réelles et mesurées. Cette technique permet d'obtenir une image ionique d'une surface ou un profil en profondeur de la concentration d'une espèce dans une matrice.

Les échantillons ont été analysés par un spectromètre de masse CAMECA IMS-4F.

3.4 Caractérisation électrique

Pour les applications envisagées dans les métamatériaux ou encore la réalisation de composants, il est nécessaire d'avoir des conducteurs électriques. Du point de vue électrique, les couches minces sont caractérisées par leur résistivité. La résistivité des films a été déterminée par la méthode des 4 pointes. La résistivité d'une couche mince est, par définition, différente de celle du même matériau sous la forme massive. Or, théoriquement, plus l'épaisseur d'un matériau diminue, plus sa résistivité augmente ce qui traduit le fait que les porteurs (électrons) ont plus de difficultés à se mouvoir, car moins de possibilités, en cas de défauts dans la structure de la couche mince notamment.

Ces mesures de résistivités ont été réalisées dans un premier temps à Villeurbanne au LPMCN, puis au laboratoire. Cette technique a été récemment développée au DIOM après l'acquisition de pointes de mesures. J'ai personnellement participé au développement de cette technique.

3.5 Caractérisation magnétique BF

La caractérisation Basse Fréquence est réalisée par obtention de cycles d'hystérésis obtenus par deux techniques : le magnétomètre VSM et le banc optique en configuration Kerr.

3.5.1 Le magnétomètre VSM

Un magnétomètre de type VSM (Vibrating Sample Magnetometer, magnétomètre à échantillon vibrant) disponible à l'institut Néel permet de déterminer en fonction d'un champ appliqué, les propriétés magnétiques quasi-statiques des couches minces. La vibration verticale (axe z, fréquence et amplitude constantes) de l'échantillon placé au centre d'un bobinage de mesure induit un flux dans ce bobinage. La force électromotrice (fem) induite est proportionnelle à la dérivée du flux. Cette méthode permet ainsi d'obtenir un cycle B(H) correspondant à un cycle d'hystérésis pour les matériaux magnétiques. Le champ coercitif, Hc, l'aimantation rémanente, Mr, et l'aimantation à saturation, Ms sont ainsi déterminés.

Cette technique de mesure a comme intérêt une grande précision car les dérives parasites gênantes sont des signaux pseudo-continus facilement éliminés par la détection synchrone. L'appareil utilisé est un VSM de type 735VSM Lakeshore.

A partir de cette technique les moments magnétiques sont donnés en "emu". Par conséquent afin d'obtenir l'aimantation il est nécessaire de diviser cette valeur par le volume du matériau magnétique. Ainsi l'incertitude est essentiellement liée à la mesure des dimensions des échantillons pour la détermination du volume qui sert à la conversion des emu en Tesla. La mesure d'épaisseur étant relativement délicate, une incertitude relative sur les grandeurs obtenues à l'aide du VSM est comprise entre 10 et 20% [Capraro, 2004a].

3.5.2 Banc de mesure de l'effet Kerr polaire

Une méthode simple pour caractériser magnétiquement les couches minces de matériaux magnétiques, consiste à mesurer la rotation de la polarisation d'une source lumineuse, lors de la réflexion d'un faisceau incident sur l'échantillon, par effet Kerr. Cet effet étant proportionnel à l'aimantation, il devient possible d'obtenir un cycle d'hystérésis.

Un banc expérimental (Figure 3) développé au DIOM est basé sur une modulation photo-élastique, afin de mesurer la rotation Kerr induite par l'application d'un champ magnétique. L'originalité de ce dispositif semi-automatique réside dans l'utilisation d'un générateur de courant de très basse fréquence (50mHz), associé à une modulation haute fréquence (50kHz) permettant, à l'aide d'une détection synchrone, l'acquisition en continu du cycle d'hystérésis. La Figure 4 donne un exemple de cycles obtenus sur des couches minces de YIG et de BaM.

Ce dispositif permet ainsi l'obtention de cycles d'hystérésis à partir d'une mesure localisée, le faisceau sonde ne mesurant que quelques centaines de micromètres carrés. Outre la forme du cycle, nous avons accès au champ coercitif ainsi qu'au rapport aimantation rémanente sur aimantation à saturation. Cette mesure est non destructive et peut être utilisée directement sur des démonstrateurs ou échantillons structurés (contrairement à la mesure VSM qui nécessite une surface minimale d'échantillon).

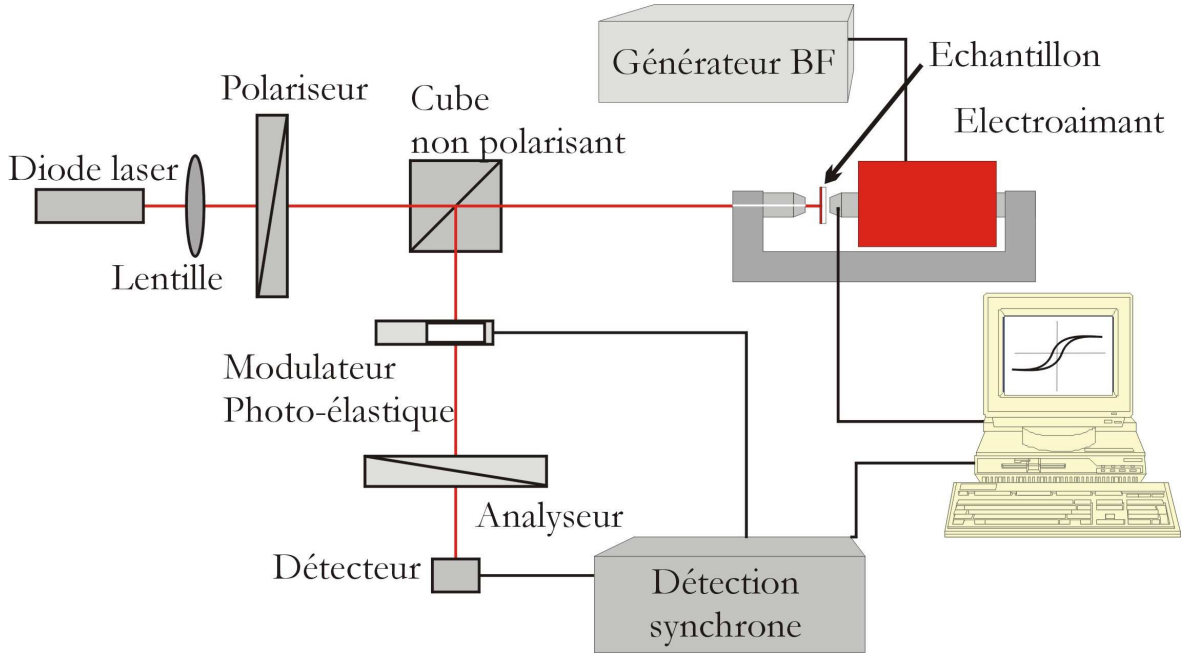


Figure 3 : Montage pour la mesure de l'effet Kerr polaire. La longueur d'onde est fixée, par le cube non polarisant, à 670nm.

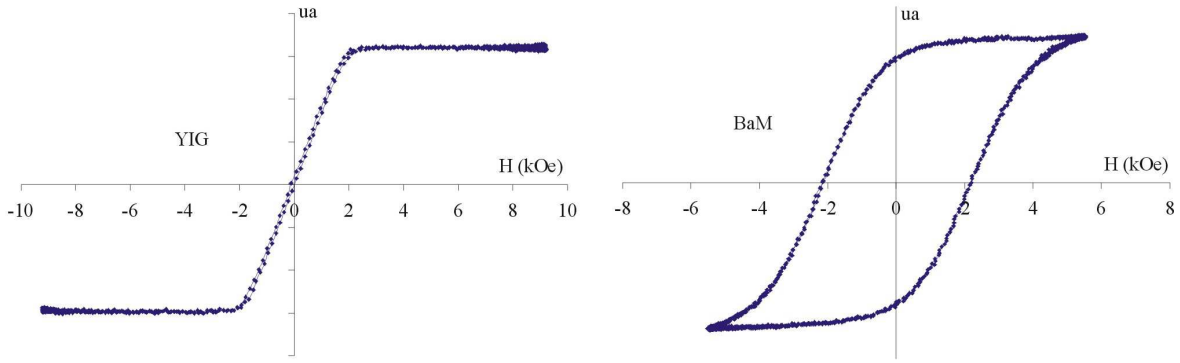


Figure 4 : Cycles d'hystérésis obtenus sur des échantillons de YIG et de BaM.

3.6 Caractérisation magnétique dans le domaine des hyperfréquences

La caractérisation des couches minces magnétiques dans le domaine des hyperfréquences se réalise à partir de mesures hyperfréquences d'un isolateur coplanaire utilisé comme une cellule de caractérisation [Vincent, 2005]. Une cellule de mesure coplanaire est constituée d'une couche mince de ferrite (BaM ou YIG) déposée par pulvérisation RF sur un substrat standard et de lignes conductrices (cuivre ou or) placées au-dessus du ferrite (Figure 5). La couche conductrice est déposée par pulvérisation dans le cas du cuivre ou par évaporation dans le cas de l'or. Compte-tenu de la géométrie de la couche, la dimension selon x de la couche de ferrite est beaucoup plus petite que ses dimensions selon y ou z (x : quelques microns, y et z plusieurs millimètres). Comme par ailleurs la somme des

trois facteurs démagnétisants Nx, Ny et Nz est égale à 1, nous pouvons considérer que Ny et Nz sont proches de 0 et que Nx est proche de 1 .

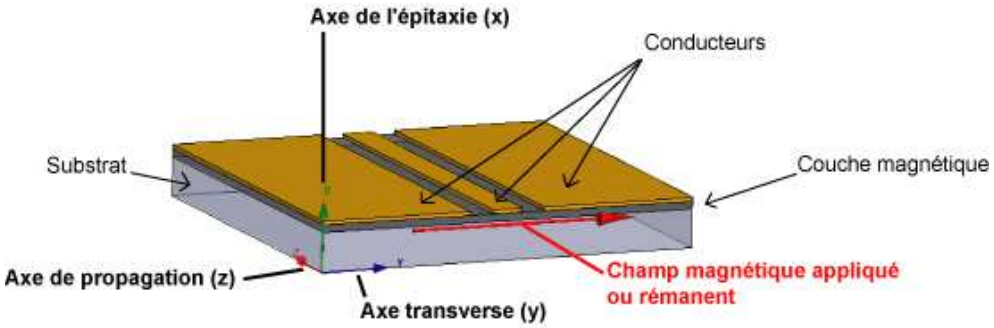


Figure 5 : Cellule de caractérisation coplanaire

Dans ces conditions d'orientation, le tenseur de perméabilité de la couche magnétique s'écrit :

$$\bar{\bar{\mu}} = \mu_0 \begin{pmatrix} \mu & 0 & -j\kappa \\ 0 & \mu_y & 0 \\ +j\kappa & 0 & \mu \end{pmatrix}$$

Équation 1 : Tenseur de perméabilité de la couche mince

Les éléments diagonaux ne sont pas rigoureusement égaux. En effet, dans la direction d'application du champ de polarisation (axe transverse), les dipôles magnétiques sont fortement orientés et le champ magnétique se transmet facilement. Il en résulte donc que le terme de perméabilité μ_y est très proche de 1. Les termes extra-diagonaux du tenseur sont eux liés aux effets non réciproques qui apparaissent lors de la mesure de l'isolateur [Rouiller, 2006].

Le laboratoire DIOM possède un analyseur vectoriel de réseau pouvant atteindre 65GHz (Anritsu 37397A) et un testeur sous pointes coplanaires.

Cette méthode de caractérisation est basée sur deux mesures successives. L'échantillon est tout d'abord mesuré dans son état non aimanté (juste après dépôt et cristallisation par traitement thermique), puis dans son état aimanté. Cet état est obtenu soit en appliquant lors de la mesure un champ magnétique continu, soit pour certains échantillons en profitant de leur champ rémanent (cas des matériaux durs). Dans les deux cas, le champ de polarisation est orienté dans la direction transverse, c'est à dire selon y d'après la Figure 5. Dans le premier cas, plusieurs hypothèses sont utilisées afin de simplifier considérablement le calcul. On

suppose notamment que dans son état désaimanté, le ferrite est équivalent à un milieu non magnétique, exclusivement diélectrique, avec la même constante diélectrique que dans le cas gyrorésonant et une perméabilité μ proche de 1 aux fréquences considérées.

Compte-tenu du fait que dans chaque sens de propagation, il existe une constante de propagation particulière (β+ ou β-) et que les deux termes extra-diagonaux du tenseur de perméabilité sont opposés, deux relations peuvent être déclinées à partir des équations de Maxwell [Vincent, 2005, Rouiller, 2006]. Ces deux relations sont valables respectivement dans le sens direct et dans le sens inverse de la propagation le long de l'isolateur coplanaire. En les ajoutant, on déduit une expression pour la perméabilité μ en fonction des différentes constantes de propagation. Par ailleurs, en les retranchant, on obtient une expression pour le terme extra-diagonal en fonction des différentes constantes de propagation, de la perméabilité μ et du rapport des champs magnétiques dans les directions z et x (Équation 2).

$$\mu = \frac{2}{k_f{}^2\left(\frac{1}{(\beta^+)^2}+\frac{1}{(\beta^-)^2}\right)+\left(\beta_0-\frac{k_f{}^2}{\beta_0}\right)\left(\frac{1}{\beta^+}+\frac{1}{\beta^-}\right)}$$

$$\kappa = -j\frac{\mu}{2}\left[k_f{}^2\left(\frac{1}{(\beta^+)^2}-\frac{1}{(\beta^-)^2}\right)+\left(\beta_0-\frac{k_f{}^2}{\beta_0}\right)\left(\frac{1}{\beta^+}-\frac{1}{\beta^-}\right)\right]\frac{\langle H_{z0}\rangle}{\langle H_{x0}\rangle}$$

Équation 2 : Expression des paramètres du tenseur de perméabilité

Le rapport des champs peut être évalué grâce à une simulation numérique de l'isolateur coplanaire sans aimantation (modèle diélectrique). Par exemple, un algorithme utilisant une méthode ‘SDA' peut être utilisé.

Pour représenter la mesure du dispositif de la Figure 5, les réflexions et les transmissions qui s'opèrent au sein de l'isolateur peuvent s'exprimer par un diagramme de fluence. Une telle cellule non-réciproque a précédemment été utilisée pour de la caractérisation en bande X au laboratoire DIOM. Le graphe de fluence suivant (Figure 6) est repris de cette étude [Clerjon, 1999].

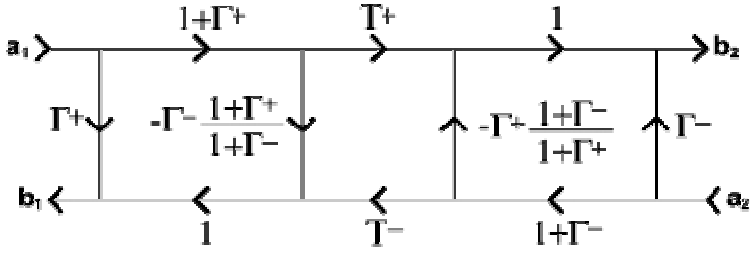


Figure 6 : Diagramme de fluence pour un guide non-réciproque (Γ+ et Γ- désignent les coefficients de réflexion, T + et T - représentent quant à eux les coefficients de transmission)

Ensuite les quatre paramètres de dispersion, appelés aussi paramètres S, peuvent être exprimés en utilisant les règles de Mason [Rouiller, 2006]. Les deux coefficients de réflexion sont déduits des impédances caractéristiques de la ligne chargée du matériau magnétique. Les quatre paramètres de dispersion sont donnés par la mesure. Les seules inconnues sont T+ et T-. Ils s'expriment en fonction des coefficients de propagation et de la longueur de l'isolateur.

De même, dans le cas non aimanté, on peut déduire l'impédance caractéristique Z_0 commune aux deux sens de propagation ainsi que le coefficient de transmission symétrique T_0. De là, on tire le coefficient de propagation dans le cas désaimanté.

Ayant déduit de la mesure tous les termes inconnus et de la simulation le rapport des champs, il est alors possible de déduire les termes μ et κ caractéristiques de la couche magnétique déposée. La susceptibilité χ sera déduite de μ.

4 SYNTHESE DES RESULTATS BAM

Les couches minces de BaM déposées par pulvérisation cathodique RF sont amorphes et un traitement thermique est nécessaire afin de cristalliser les films. Une fois cristallisées, ces couches présentent des propriétés magnétiques qui seront présentées dans ce paragraphe.

La démarche expérimentale concernant la fabrication des couches de ferrite est la suivante :

- élaboration de couches dans la gamme d'épaisseur 10-15µm,
- traitement thermique avec vérification de l'obtention d'une adhérence optimale de la couche au substrat,
- vérification de l'obtention d'un matériau polycristallin après recuit par diffraction des rayons X,
- caractérisation magnétostatique par VSM avec pour objectif l'obtention de propriétés magnétiques les plus proches possibles du matériau massif,
- vérification du comportement magnétique en fréquence (gyrorésonance) par la fabrication et la caractérisation d'isolateurs coplanaires.

4.1 Caractérisation mécanique

Les couches de BaM sont déposées sur des substrats alumine par pulvérisation cathodique RF assistée du procédé magnétron (dépôts à température ambiante) dans une gamme d'épaisseur pouvant atteindre 15µm. Au sortir de l'enceinte de dépôt, elles sont amorphes et requièrent un recuit à 800°C pour cristalliser dans la phase magnétique $BaFe_{12}O_{19}$. Deux types de recuits ont été testés : le recuit rapide (RTA) sous air et sous azote, et le recuit lent sous air (CTA). Dans nos gammes d'épaisseurs et pour nos applications, le recuit lent sous air à 800°C pendant deux heures (montée en température de 7°C/min environ) nous permet d'obtenir une adhérence et un état de surface post-recuit satisfaisants (absence ou peu de craquelures). Au contraire, les recuits rapides à 800°C pendant trente secondes (montée en température de 100°C/s) conduisent le plus souvent à un décollement de la couche post-recuit.

A partir de la mesure de l'épaisseur et de la durée du dépôt, nous en déduisons la vitesse de dépôt. Cette vitesse peut varier de 0,2 à 1µm.h^{-1} selon les conditions de dépôt : puissance de pulvérisation (20 à 100W), pression d'argon (10^{-3} à 10^{-1}mbar) etc... Celle-ci est

proportionnelle à la puissance cathodique et inversement proportionnelle à la pression d'argon.

Cette technique de dépôt permet d'obtenir des films minces avec une rugosité faible, elle est comprise entre 6 et 9nm, alors que la rugosité des substrats est comprise entre 4 et 6nm.

4.2 Caractérisation morphologique

Un bon état de surface des couches minces de BaM est exigé pour la conception de composants. La réalisation de prototypes implique nécessairement une couche magnétique ayant une bonne tenue mécanique (bonne adhérence) et un minimum de pertes dues à une discontinuité de la couche (absence de fissure). Dans la plupart des cas les couches minces sont généralement adhérentes et ne présentent pas de craquelures (Figure 7).

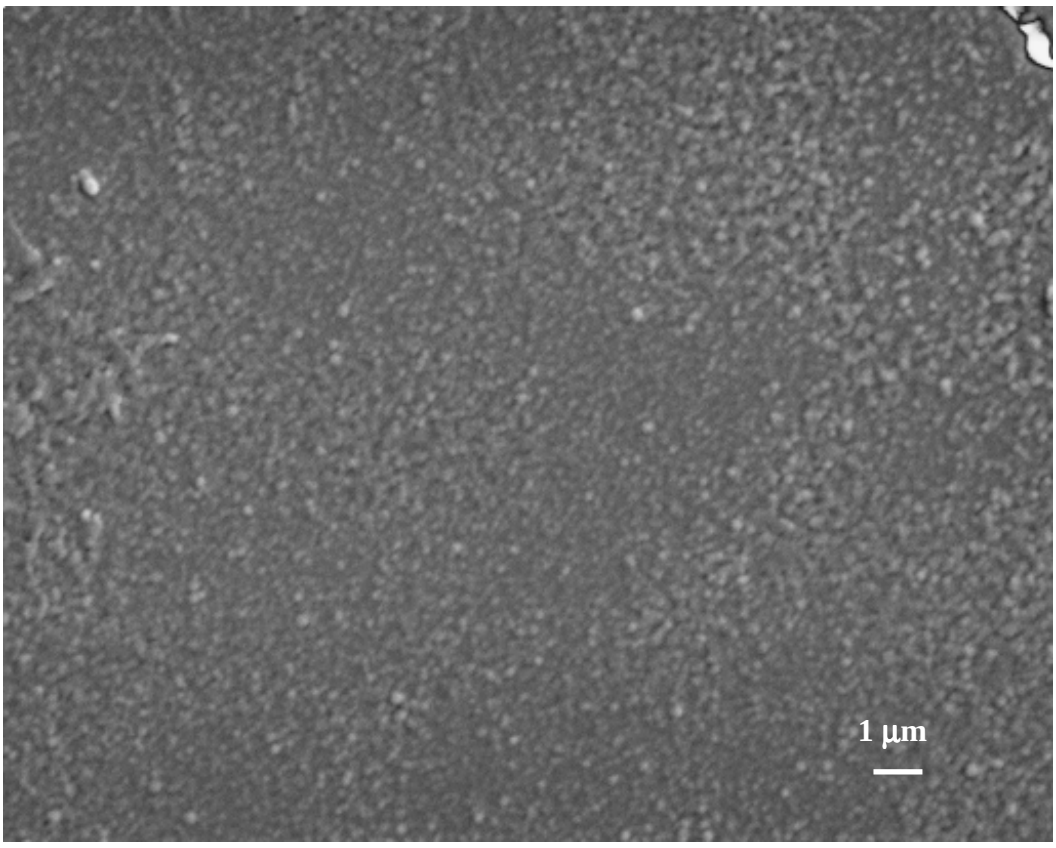


Figure 7 : Image MEB d'une couche mince de BaM déposée sur alumine et après traitement thermique à 800°C

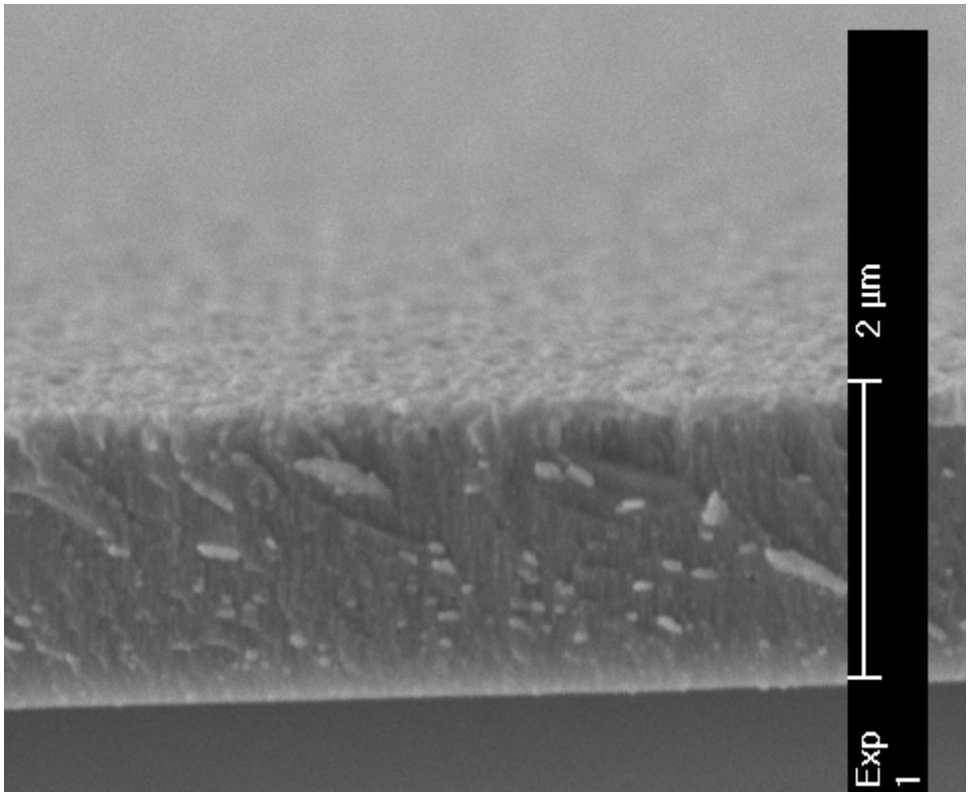


Figure 8 : Image MEB d'une coupe transverse d'une couche de BaM déposée sur substrat alumine et après traitement thermique à 800°C

Une analyse MEB en coupe transverse permet d'observer l'homogénéité des couches en profondeur. Le film de BaM a une croissance colonnaire, ce qui signifie que les atomes ont une certaine mobilité sur la surface du substrat selon leur énergie cinétique, le type et la force d'interaction entre l'atome et le substrat [Thornton, 1974]. D'autre part, on constate que la couche mince est homogène sur le substrat et qu'elle ne présente pas de fissure dans son épaisseur (Figure 8) [Capraro, 2004a].

4.3 Caractérisation physico-chimique

La caractérisation cristallographique des couches de BaM est menée par diffraction des rayons X. Les raies sont indexées grâce aux fiches JCPDS du BaM 39-1433 et de l'alumine (substrat) 46-1212.

Pour les conditions de recuit précédemment définies, l'apparition de la phase hexagonale dépend de la température de traitement. Pour des températures inférieures à 700°C, les films sont amorphes, alors que pour une température de 800°C les couches sont polycristallines et présentent une structure de type $BaFe_{12}O_{19}$.

La pression d'argon utilisée pendant le dépôt influence également la cristallisation des couches de BaM. La Figure 9 superpose cinq diffractogrammes de couches de BaM élaborées à des pressions d'argon croissantes (P_{Ar} allant de 0,006 à 0,15mbar), et recuites après dépôt pendant deux heures sous air à 800°C (recuit lent).

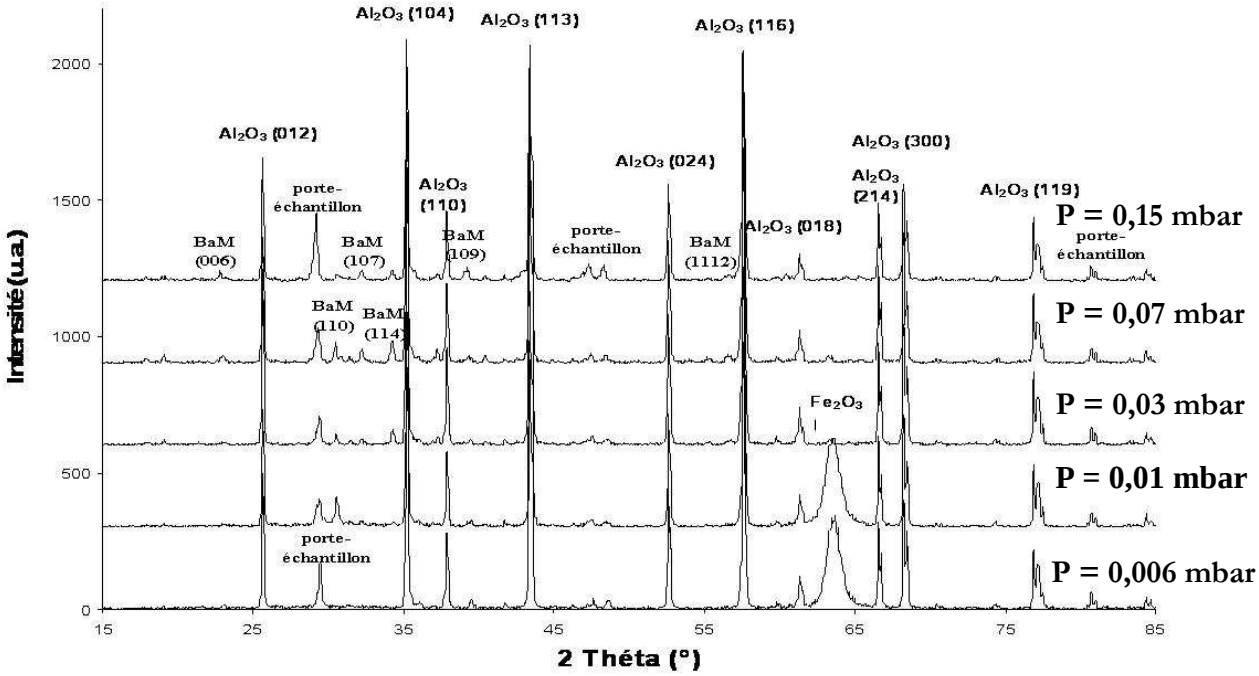


Figure 9 : Superposition de diffractogrammes de couches de BaM (épaisseurs ≈ 1µm) élaborées à pression d'argon croissante (P cible =100 W, D Ar = 50 sccm).

Pour des pressions d'argon inférieures à 0,03mbar, cette figure montre que les phases Al_2O_3 et Fe_2O_3 sont majoritairement présentes. Le pic référencé Fe_2O_3 est relativement large et peut correspondre à la phase β"- Fe_2O_3 (JCPDS 40-1139, plan (223)), mais aussi aux phases Hématite du Fe_2O_3, plan (300) (JCPDS 33-0664), Maghémite-C et Q du Fe_2O_3 (respectivement JCPDS 39-1346 et 25-1402) ou encore au plan (220) du BaM (JCPDS 39-14533). Au-delà de cette pression, la phase hexagonale $BaFe_{12}O_{19}$ apparaît, et la phase Fe_2O_3 disparaît [Dehlinger, 2006a]. Notons que les signaux du substrat restent plus importants que ceux de la couche magnétique, du fait de la faible épaisseur des échantillons ainsi caractérisés (épaisseur ≈ 1µm). A partir et au-delà d'une pression d'argon de 0,03mbar, nous sommes en présence d'une couche de BaM polycristalline orientée aléatoirement. Les couches de BaM utilisées pour la fabrication de nos dispositifs sont par conséquent élaborées à P_{Ar} = 0,03mbar. En effet, en plus de permettre l'obtention de la phase magnétique, cette pression constitue également un bon compromis entre vitesse de dépôt ($V_{dépôt} \approx 0{,}7 \mu m.h^{-1}$) que l'on veut élevée,

adhérence et bon état de surface post-recuit, et phase $BaFe_{12}O_{19}$ souhaitée pour des dépôts réalisés à température ambiante (Figure 10).

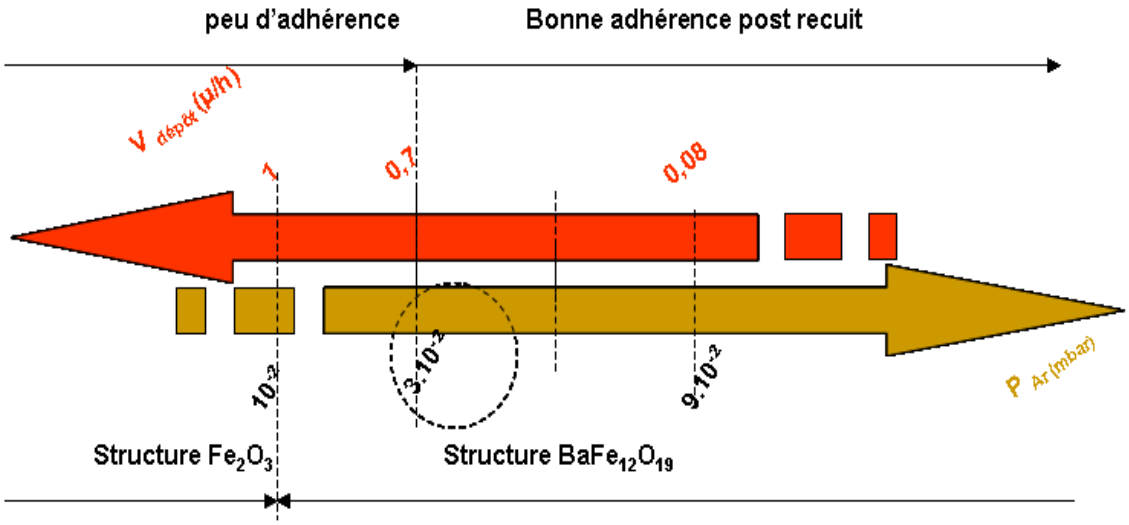


Figure 10 : Evolution des principales propriétés du dépôt (adhérence, structure) en fonction de P Ar et V dépôt, pour un dépôt réalisé à T ambiante

L'étude physico-chimique des couches minces en surface a été réalisée par RBS en fonction des paramètres d'élaboration des couches. Pour les dépôts réalisés sur substrat alumine et sans traitement thermique post-dépôt, les rapports Fe/Ba et O/Ba (respectivement 11,3 et 18) sont légèrement inférieurs à ceux de la référence (Fe/Ba = 12 ; O/Ba = 19) mais ces mesures ne nous permettent pas de conclure à une sous-stœchiométrie des couches minces d'hexaferrite de baryum car les éléments (baryum, fer et oxygène) ont été mesurés avec une incertitude de 5% pour le baryum et le fer et de 10% pour l'oxygène.

Après traitement thermique, la composition des couches minces de BaM (Fe/Ba = 12 ; O/Ba = 19) se rapproche de la stœchiométrie de la cible.

L'analyse physico-chimique des couches minces en profondeur a été réalisée par SIMS. Chaque constituant du BaM (baryum, fer et oxygène), présente une concentration qui est constante en profondeur de la couche mince (Figure 11).

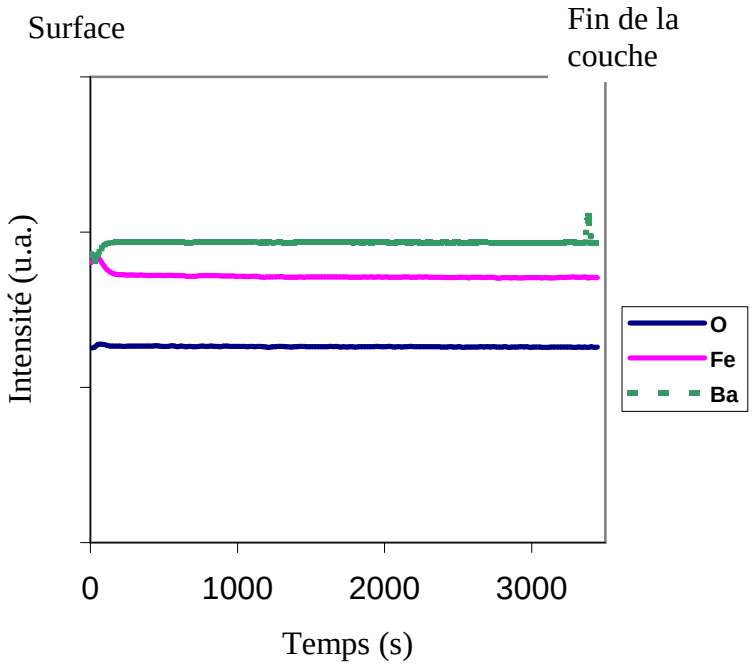


Figure 11 : Analyse SIMS sur une couche mince de BaM après traitement thermique à 800°C

L'étude menée sur la taille des grains montre une évolution concernant la nature du traitement thermique, la taille des grains est environ 15% plus faibles pour les recuits rapides que pour les recuits lents.

Globalement, selon les paramètres de dépôts la taille des grains est comprise entre 30 et 40nm.

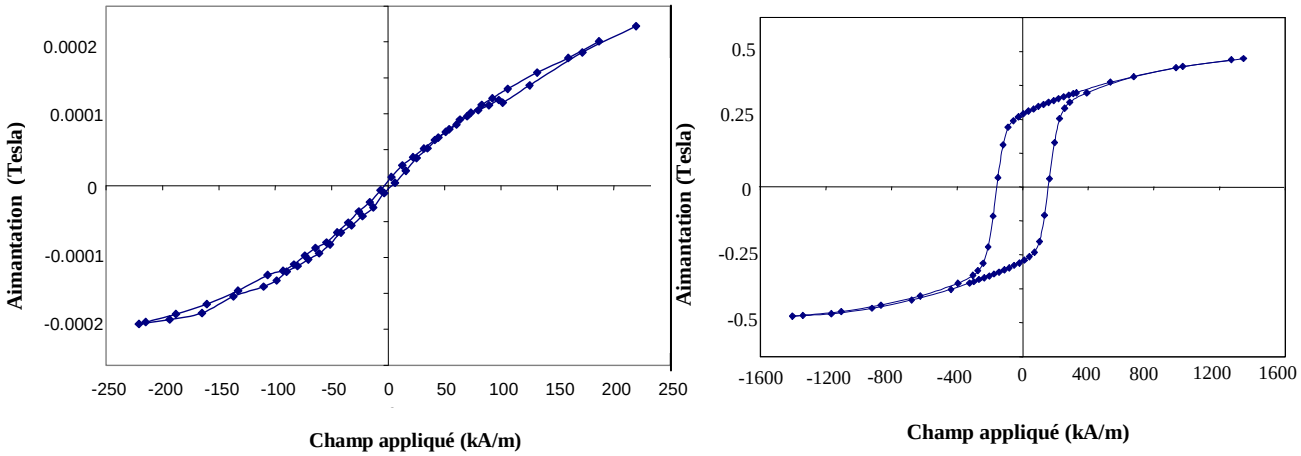
4.4 Caractérisation magnétique BF

Les propriétés magnétostatiques des couches de BaM sont caractérisées au moyen d'un VSM. Il est ainsi possible de déterminer, en fonction du champ appliqué et de la température, les propriétés magnétostatiques des couches minces de BaM nécessaires à la fabrication des circulateurs.

4.4.1 Influences des paramètres d'élaboration sur les cycles d'hystérésis

Cette étude a été réalisée lors de la thèse de S. Capraro [Capraro, 2004a]. Un traitement thermique a été effectué sur les couches où l'on a fait varier la température de palier entre 600 et 800°C. Lorsque la température est de 600°C, la couche mince ne présente pas de propriétés magnétiques, le signal délivré étant inférieur à 0, 2mT (Figure 12). Ce résultat est en accord avec les résultats obtenus précédemment avec l'analyse

cristallographique (paragraphe 4.3). Par contre pour les recuits à 800°C, le cycle est un cycle typique d'un matériau dur.



(a) : 600°C (b) : 800°C

Figure 12 : Analyse magnétique en fonction de la température de recuit sur une couche mince d'hexaferrite de baryum

Les courbes d'hystérésis mesurées par VSM montrent des propriétés similaires entre les deux types de recuit utilisés (RTA et CTA). Le champ coercitif, l'aimantation à saturation et l'aimantation rémanente sont plus importants lorsque l'on réalise un recuit rapide (RTA) (valeurs 10% supérieures) [Capraro, 2003]. D'après Zhuang, le champ coercitif est plus important lorsque la taille des grains est faible et dès que l'on augmente la taille de grains, le champ coercitif diminue [Zhuang, 2000]. Pour l'aimantation à saturation et l'aimantation rémanente, ces valeurs dépendent directement du matériau, de sa texture et de sa porosité [Sankaranarayanan, 2000], [Stablein, 1982].

Concernant la puissance cathodique, si celle-ci est faible (50W), le champ coercitif est plus important que pour une puissance plus élevée (100W). Cela peut s'expliquer, comme précédemment, par le fait que les grains formés à 100W sont plus gros car l'énergie des atomes incidents ou adatomes est plus importante et par conséquent le champ coercitif est plus faible [Zhuang, 2000]. Pour les aimantations à saturation et rémanente, leurs valeurs sont identiques dans la limite de la résolution de la méthode de caractérisation. On peut ainsi considérer que la puissance cathodique ne modifie pas de façon significative la structure et la porosité du matériau. Malheureusement, cette puissance faible impose des vitesses de dépôts beaucoup plus lentes.

4.4.2 Evolution en température

L'évolution de l'aimantation à saturation (μ_0.Ms) et l'aimantation à la rémanence (μ_0.Mr) de couches de BaM élaborées pour la fabrication de circulateurs, a été étudiée de 15 à 300°K (Figure 13) [Dehlinger, 2006b].

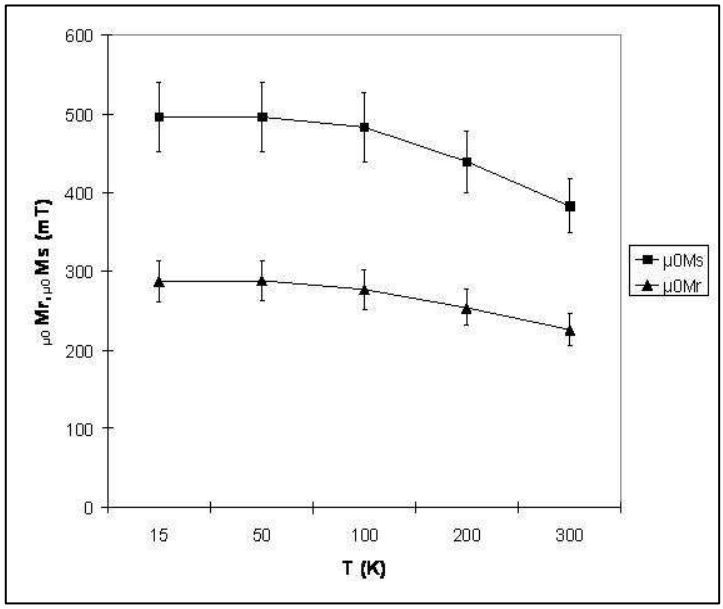


Figure 13 : Evolution de l'aimantation à saturation et à la rémanence en fonction de la température pour une couche de BaM (P Ar = 0,03mbar, P cible = 100W, D Ar = 50sccm).

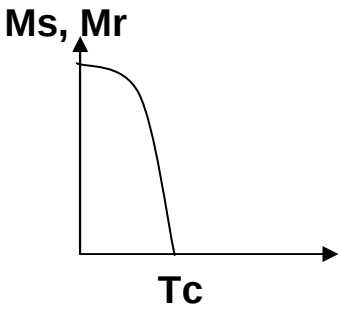


Figure 14 : Variation thermique de l'aimantation d'un matériau ferrimagnétique

Une comparaison entre les figures (Figure 13 et

Figure 14) nous permet de constater que l'évolution de l'aimantation de la couche de BaM est représentative du comportement des matériaux ferrimagnétiques : celle-ci décroît jusqu'à la température de curie du matériau (Tc), qui est de 740°K pour l'hexaferrite de baryum. A température ambiante, les propriétés magnétostatiques des couches de BaM utilisées pour nos dispositifs sont proches de celles du matériau massif : l'aimantation à la rémanence est d'environ 220mT (contre 250mT pour le massif), et l'aimantation à saturation de 360mT (contre 480mT pour le massif).

4.4.3 Influence de la pression d'argon

L'influence de la pression d'élaboration des couches d'hexaferrite de baryum sur les propriétés magnétostatiques a également été évaluée expérimentalement. Pour ce faire, des couches fabriquées dans la gamme de pression d'argon 0,03-0,2mbar ont été caractérisées par VSM (Figure 15).

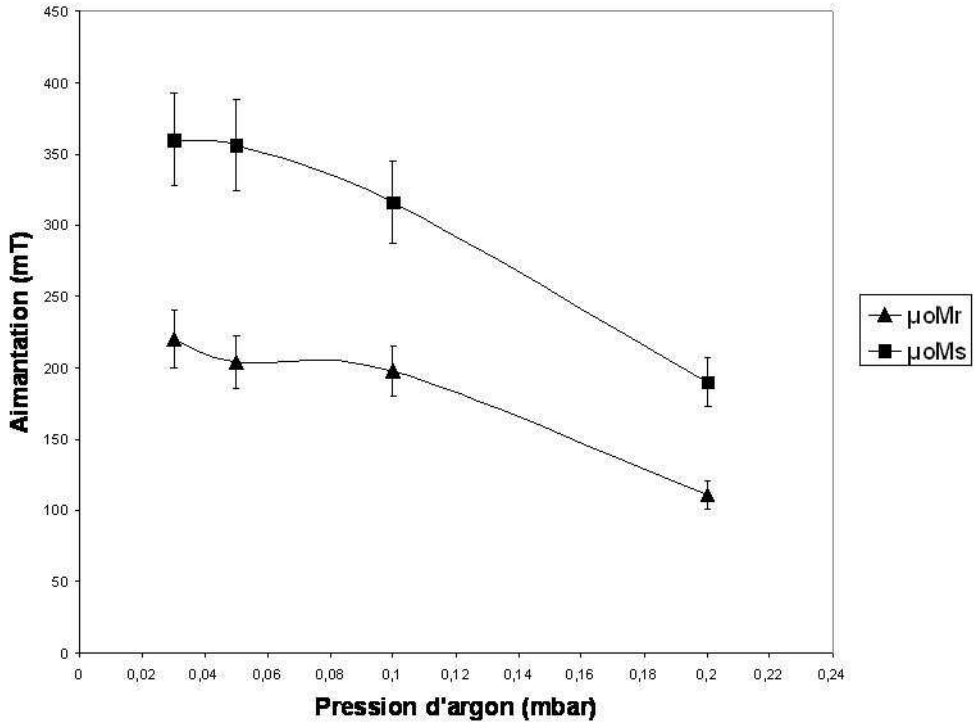


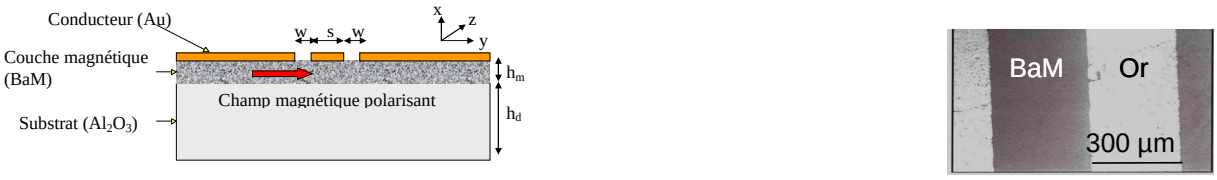
Figure 15 : Evolution de l'aimantation de couches de BaM (P cible = 50W, D Ar = 50sccm) en fonction de la pression d'argon

La figure ci-dessus (Figure 15) illustre une décroissance des propriétés magnétostatiques des couches de BaM en fonction de la pression d'élaboration [Liu, 2006]. De 0,03 à 0,2mbar, l'aimantation chute de 220 à 110mT pour μ_0.Mr, et de 360 à 190mT pour μ_0.Ms. Ce phénomène pourrait être justifié par le fait que plus la pression d'argon est faible dans l'enceinte de dépôt, plus l'énergie des atomes pulvérisés sur le substrat est importante (augmentation du libre parcours moyen des espèces), ce qui conduirait à une élévation de la densité des couches ainsi élaborées, et donc à une augmentation des moments magnétiques.

Une nouvelle fois, en plus d'une vitesse de dépôt élevée ($0{,}7\mu m.h^{-1}$), la pression d'argon de 0,03mbar choisie pour élaborer les couches de BaM servant à la fabrication des circulateurs semble optimale, puisque conduisant aux meilleures propriétés magnétostatiques mesurées.

4.5 Caractérisation magnétique hyperfréquence

La réalisation d'isolateurs coplanaires comprenant un guide d'onde coplanaire et la présence de ferrite permet la caractérisation des propriétés hyperfréquences du matériau. Selon la topographie la plus simple, les lignes coplanaires métalliques sont déposées sur la couche magnétique (Figure 16).



(a) *(b)*

Figure 16 : (a) Schéma de la coupe transversale d'un isolateur coplanaire (lignes conductrices déposées sur la couche magnétique), (b) Micrographie optique vue du dessus

Le composant est alors composé du substrat, de la couche de ferrite ($0{,}4\,\mu m < t < 15\,\mu m$) et d'une couche d'or déposée et structurée au-dessus de la couche de ferrite par lift-off et qui constitue le guide d'onde. La technologie de lift-off présente l'avantage de s'affranchir d'un agent de gravure. La largeur centrale du ruban central (s) et la largeur des fentes (w) sont variables selon les échantillons. L'épaisseur de la couche mince conductrice d'or ou de cuivre est comprise entre 0,7 et 2µm.

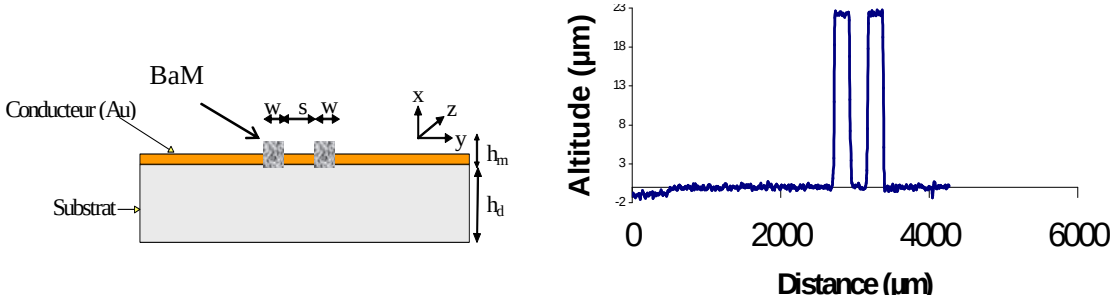
4.5.1 Etude du procédé de gravure

Le procédé de gravure du ferrite a été mis au point avec succès puis testé sur des isolateurs coplanaires. L'utilisation de cette technologie pour les circulateurs pourrait, par la suite, s'avérer utile mais jusqu'à présent, il n'a pas été jugé nécessaire de la mettre en œuvre.

La géométrie de composant non réciproque (Figure 17a) consiste à conserver le matériau magnétique uniquement entre les fentes des lignes coplanaires ce qui sur le plan physique devait présenter les avantages suivants :

- augmentation de l'effet non réciproque due à l'augmentation de l'interaction entre les lignes de champ et le matériau magnétique situé entre les fentes.
- réduction des pertes d'insertion due à la réduction des pertes dans le matériau magnétique.

Afin de réaliser cette géométrie de composant, le BaM a été gravé par voie chimique à l'INL préalablement à la réalisation des lignes coplanaires. Un profil de gravure du ferrite mesuré au profilomètre mécanique selon une coupe transversale est montré Figure 17b.



(a) *(b)*

Figure 17 : (a) Schéma de la coupe transversale du composant avec les lignes conductrices déposées sur le substrat (b) Profil de la couche magnétique après gravure chimique.

Les composants de type isolateurs coplanaires réalisés selon cette filière se sont avérés plus opérationnels et ils ont été caractérisés en hyperfréquences. Il a été montré que les pertes d'insertion étaient alors effectivement réduites et qu'un effet non réciproque était atteint pour une épaisseur de ferrite plus faible que pour la géométrie de la Figure 16.

Ce procédé de gravure est donc à présent susceptible d'être intégré à la filière de fabrication des circulateurs s'il s'avère que cette étape présente un intérêt en vue de parvenir à de meilleures performances.

4.5.2 Caractérisation hyperfréquence des lignes coplanaires

Ce composant a pour objectif de transmettre les ondes électromagnétiques dans un sens, et de les atténuer dans l'autre. Au moyen d'un analyseur vectoriel de réseau couplé à un testeur sous pointes, on mesure les paramètres S_{21} (pertes d'insertions, sens passant), et S_{12} (isolation, sens bloquant) entre 20 et 60GHz. L'effet non réciproque du matériau, est évalué comme étant la différence entre S_{12} et S_{21}. La Figure 18 présente l'évolution en fréquence de ces deux paramètres.

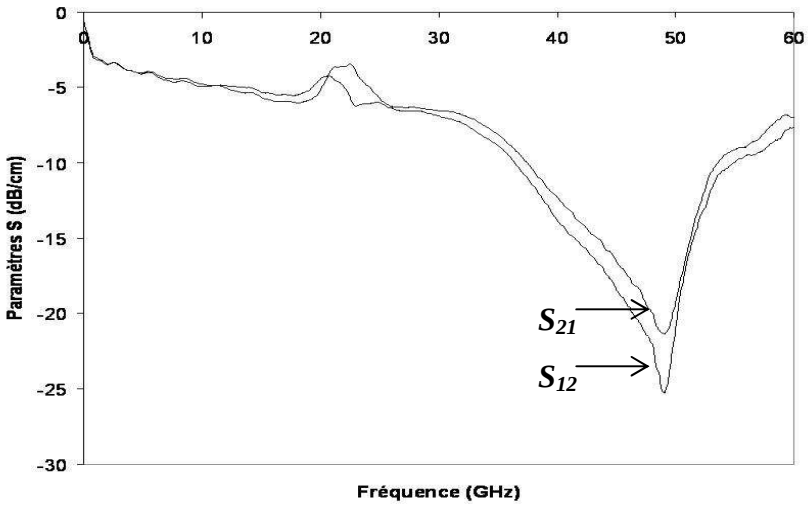


Figure 18 : Caractérisation hyperfréquence d'une ligne coplanaire (s=250µm, w = 100µm) à 10µm de ferrite

Un effet non réciproque de 5dB à 50GHz est mis en évidence sur cette figure, pour un dispositif avec une couche de ferrite à la rémanence (sans champ appliqué) : le matériau ainsi élaboré présente bien les propriétés magnétiques hyperfréquences attendues [Capraro, 2004].

A partir de ces résultats, les courbes de la susceptibilité et du terme extra-diagonal en fonction de la fréquence sont présentées sur la Figure 19 (couches de BaM déposées sur alumine et aimantées). La résonance naturelle du BaM centrée à environ 45GHz est clairement visible. Le modèle de Polder ne peut être utilisé car dans son état d'aimantation (rémanente), le BaM est loin d'être saturé au sens de l'aimantation et présente d'autre part un champ d'anisotropie important dont il n'a pas été tenu compte dans le modèle. Cependant, ce résultat montre bien la possibilité d'observer les propriétés de ces matériaux déposés en couche mince sur une large bande de fréquences grâce au système de caractérisation développé au laboratoire. La géométrie de l'isolateur n'est pas optimisée.

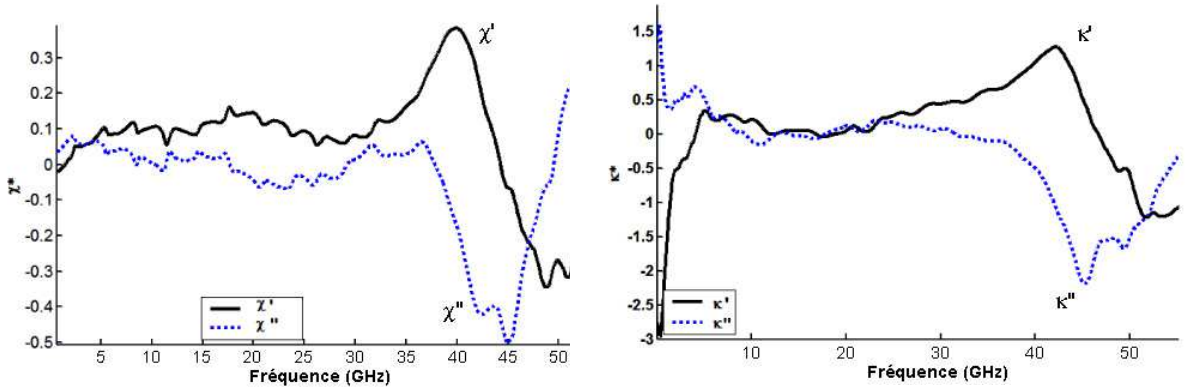


Figure 19 : Résultats de caractérisation de la susceptibilité magnétique et du terme extra-diagonal du tenseur de perméabilité d'une couche mince de BaM

4.6 Bilan

L'influence des conditions d'élaboration de couches minces d'oxyde ferrimagnétique sur leurs propriétés structurales et magnétostatiques a été étudiée. Les couches (e ~ 10 -15µm) sont constituées de $BaFe_{12}O_{19}$ ou BaM, et sont déposées par pulvérisation cathodique RF à température ambiante sur des substrats d'alumine. Nous avons montré que, à partir d'une pression d'argon de 0,03mbar, les couches étaient constituées uniquement de la phase hexagonale $BaFe_{12}O_{19}$, qu'elles étaient polycristallines et présentaient un bon état de surface en terme d'adhérence. L'étude des propriétés magnétostatiques des couches de ferrite en fonction de leur pression d'élaboration a également révélé que pour P_{Ar} =0,03mbar, l'aimantation à saturation et l'aimantation à la rémanence du matériau atteignent respectivement 360mT et 220mT, qui sont les valeurs maximales obtenues dans notre gamme

de pression d'élaboration. Les mesures expérimentales montrent en effet que l'aimantation à saturation et l'aimantation à la rémanence mesurées décroissent lorsque la pression du plasma augmente. Il est à noter qu'en plus de permettre l'obtention de la phase magnétique, cette pression d'argon de 0,03mbar constitue également un bon compromis entre vitesse de dépôt ($0{,}7\mu m.h^{-1}$), adhérence et état de surface post-recuit. Les propriétés magnétiques hyperfréquences du matériau ont également été évaluées grâce à des isolateurs coplanaires : le BaM présente bien les propriétés de non-réciprocité attendues à 50GHz.

5 SYNTHESE DES RESULTATS YIG

Les couches minces de YIG sont déposées par pulvérisation cathodique RF puis un traitement thermique post-dépôt est réalisé. L'influence des paramètres d'élaboration sur les propriétés des couches minces de $Y_3Fe_5O_{12}$ a été étudiée lors d'une thèse au laboratoire DIOM [Boudiar, 2004a, Boudiar, 2004b]. La distance cible-substrat, la puissance cathodique la pression d'argon et le traitement thermique post-dépôt peuvent influencer la qualité et les propriétés des couches minces de YIG. Une distance de 4,6cm entre la cible et le substrat est un bon compromis entre l'homogénéité en épaisseur de la couche et la vitesse de dépôt. Les films de YIG sont déposés sur des substrats d'alumine, de quartz ou de GGG (Gadolinium Gallium Garnet ou grenat de gadolinium et de gallium). Selon les applications visées un certain nombre de spécificités doivent être prises en compte : indice optique et conditions de transparence pour les applications optiques, permittivité élevée pour les applications micro-ondes. Pour les applications hyperfréquences le choix s'est porté sur des substrats d'alumine.

Les couches minces obtenues après dépôt sont amorphes et nécessitent un traitement thermique pour cristalliser dans la phase souhaitée. Après optimisation de cette étape de l'élaboration, le choix s'est porté sur un recuit lent (CTA) de 740°C pendant 2 heures. En effet les traitements thermiques rapides (RTA) engendrent des contraintes trop importantes qui fragilisent énormément le film jusqu'à un décollement partiel ou complet.

5.1 Caractérisation mécanique

A partir de la mesure de l'épaisseur et de la durée du dépôt, nous en déduisons la vitesse de dépôt. Cette vitesse peut varier de 0,2 à 0,8µm.h^{-1} selon la puissance de pulvérisation (20 à 100W). Elle était proportionnelle à la puissance de la cathode et inversement proportionnelle à la pression d'argon. Il est apparu aussi que la température de dépôt a peu d'influence sur la vitesse de dépôt.

Cette technique de dépôt permet d'obtenir des films minces avec une rugosité faible, elle est comprise entre 5 et 8nm, alors que la rugosité des substrats est comprise entre 4 et 6nm.

Concernant les contraintes dans le film, l'étude est en cours. On peut noter que des contraintes apparaissent et un décollement de la couche est visible dans les cas défavorables (épaisseur > 8µm). Il est nécessaire que le substrat supporte sans déformation la température imposée par le recuit thermique, son coefficient de dilation thermique et son paramètre de

maille doivent être proches de ceux du YIG pour éviter de développer des contraintes lors des recuits. Les substrats de GGG et d'alumine sont les plus adéquats du point de vue de l'adhérence et ceci jusqu'à 8µm.

5.2 Caractérisation morphologique

L'état de surface des couches est satisfaisant pour des dépôts sur alumine ou sur d'autres substrats (quartz, GGG) dont le coefficient de dilatation thermique est proche (excepté pour le quartz) de celui de la couche de YIG déposée ($10.10^{-6}K^{-1}$). Cet état est satisfaisant jusqu'à des épaisseurs de couches de l'ordre de 200nm pour le quartz et 8µm pour l'alumine. Au-delà de 8µm, les couches présentent des craquelures (Figure 20) et peuvent adhérer aux substrats, mais ceci n'est pas reproductible. L'adhérence se trouve ainsi fortement diminuée et la réalisation des prototypes se trouve compromise. Pour des épaisseurs inférieures, les couches présentent une bonne adhérence sur l'ensemble du substrat mais des fissures peuvent être présentes.

Les traitements thermiques rapides (RTA) ont été écartés, car les couches se décollent systématiquement avec l'utilisation de ce traitement thermique.

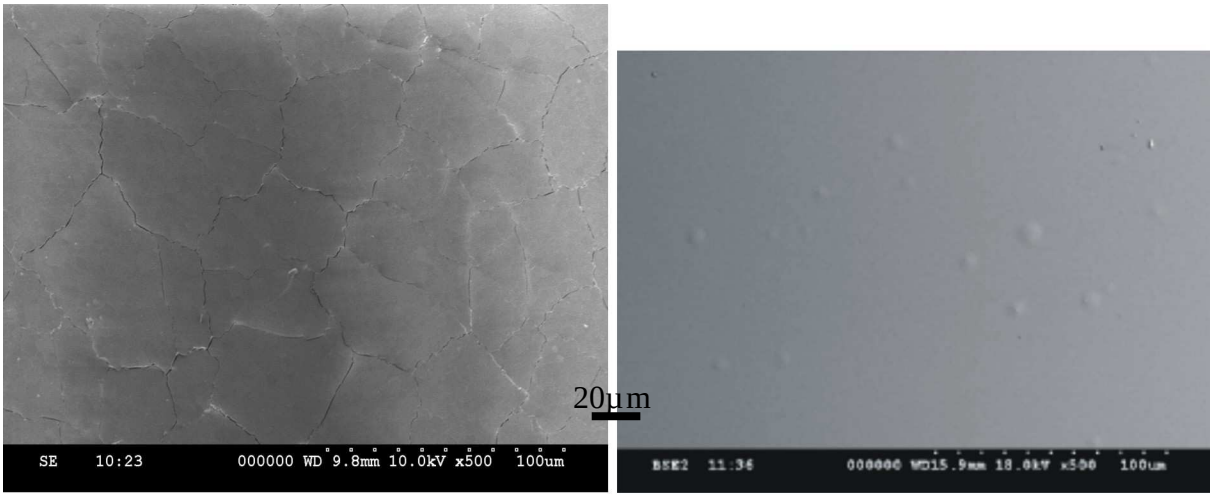


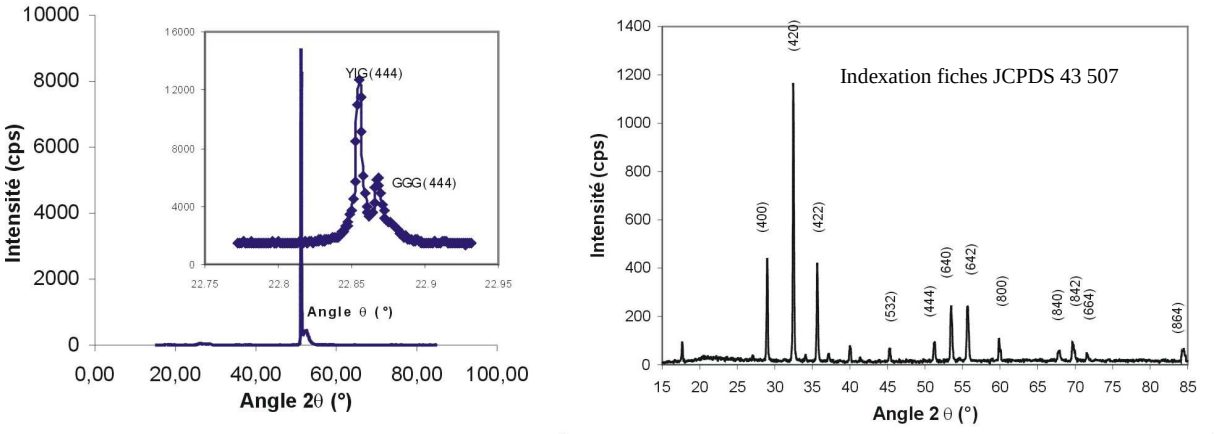
Figure 20 : Microscopie électronique à balayage d'une couche d'environ 1µm de YIG recuite à 740°C pendant 2 heures, déposée sur un substrat de quartz (a) ou un substrat de GGG (b).

5.3 Caractérisation physico-chimique

Concernant la caractérisation physico-chimique, pour des puissances et des pressions d'argon importantes, les couches sont denses et proches de la stœchiométrie déterminée par

RBS (dans la limite de résolution de cette technique), pour une même distance cible-substrat. La composition des couches ne varie pas significativement avec le recuit thermique.

Des spectres de diffraction des rayons X réalisés sur des couches de YIG recuites sont présentés Figure 21b. Les pics de diffraction sont indexés selon les fiches JCPDS 43 507 du YIG cubique face centrée. Sur le quartz et l'alumine, les spectres sont caractéristiques d'une structure polycristalline, formée de cristaux orientés aléatoirement. Pour les substrats de GGG, qui possède un paramètre de maille très proche de celui du YIG, une couche monocristalline est présente [Boudiar 2004b] et l'orientation (444) du YIG est quasiment confondue avec le pic de diffraction (444) du substrat (Figure 21a).



(a) (b)

Figure 21 : Spectre de diffraction des rayons X d'une couche de YIG recuite à 740 °C sur un substrat de GGG (a) et de quartz ou alumine (spectres identiques) (b).

La taille des cristallites est d'environ 80nm.

La composition des dépôts de YIG a été analysée par spectroscopie d'ions rétrodiffusés (RBS). Les éléments (yttrium, fer et oxygène), ont été mesurés avec une incertitude de 5% pour l'yttrium et le fer et de 10% pour l'oxygène. Les analyses ont été réalisées sur substrat de quartz et GGG qui donnent des résultats semblables. L'évolution de la stœchiométrie a été analysée en fonction de la puissance cathodique et de la pression d'argon [Boudiar, 2004b]. Les différents rapports Y/Fe, Fe/O et Y/O augmentent faiblement avec la puissance cathodique par contre l'augmentation est plus significative avec la pression d'argon (Tableau 1). Plus le rendement de pulvérisation est important (puissance cathodique et pression d'argon élevées) et plus les couches minces sont stœchiométriques et denses. Pour une puissance de 100W et une pression d'argon de $2{,}6 \times 10^{-2}$mbar, la stœchiométrie des couches minces de YIG est quasiment égale à la stœchiométrie attendue. Cette composition des films est reproductible.

Puissance cathodique (W)	Pression d'argon (mbar)	Y/Fe	Fe/O	Y/O
25	2,6E-02	0,52 ± 0,04	0,40 ± 0,05	0,21 ± 0,03
100	2,6E-02	0,60 ± 0,04	0,42 ± 0,05	0,25 ± 0,03
100	7,6E-03	0,45 ± 0,03	0,46 ± 0,05	0,21 ± 0,03
	Cible de $Y_3Fe_5O_{12}$	0,600	0,417	0,250

Tableau 1 : Rapports stoechiométriques en fonction de la puissance cathodique et de la pression d'argon de couches minces de YIG.

La composition d'un dépôt amorphe et stœchiométrique réalisé par pulvérisation cathodique RF a été analysée après un traitement thermique CTA pour différentes températures comprises entre 700°C et 900°C, la durée du recuit étant identique (2h) et le traitement étant réalisé sous air. Aucune variation significative de la composition des couches n'est remarquée. Les couches restent stœchiométriques après traitement thermique quelle que soit la température dans la limite de résolution de la technique.

5.4 Caractérisations magnétiques BF

Des couches minces de YIG élaborées avec une puissance de 100W et une pression d'argon de 4.10^{-3}mbar, ont été caractérisées par VSM. Le cycle d'hystérésis observé est caractéristique d'un matériau doux, champ coercitif faible (Figure 22). Selon les paramètres de dépôt, les propriétés magnétostatiques donnent une aimantation à saturation proche de 150mT, et un champ coercitif de l'ordre de 1,5kA.m^{-1}. Ces valeurs sont proches de celles du YIG massif (μ_0.Ms = 172mT) [Ibrahim 2000].

L'aimantation à saturation augmente d'une part avec la puissance cathodique RF et d'autre part avec la pression d'argon, en raison de l'influence de ces deux paramètres sur la densité volumique des couches et donc sur la concentration d'éléments magnétiques présents dans le matériau.

Selon le champ extérieur appliqué lors de la mesure VSM, un effet d'anisotropie de forme est présent.

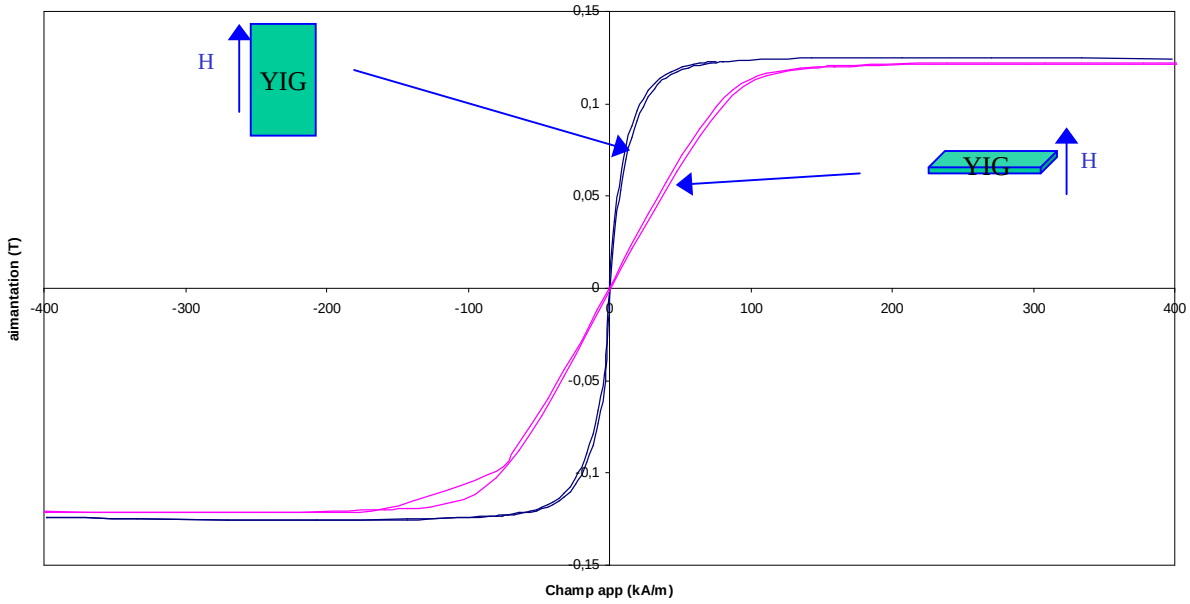


Figure 22 : Cycles d'hystérésis mesurés par VSM d'une couche de YIG sur alumineavec un champ appliqué perpendiculaire ou aparalle à la couche mince.

Les propriétés magnétiques sont également mises en évidence par les mesures sur un banc optique en configuration Kerr. Les cycles d'hystérésis obtenus ont la même allure que ceux obtenus par VSM (Figure 23).

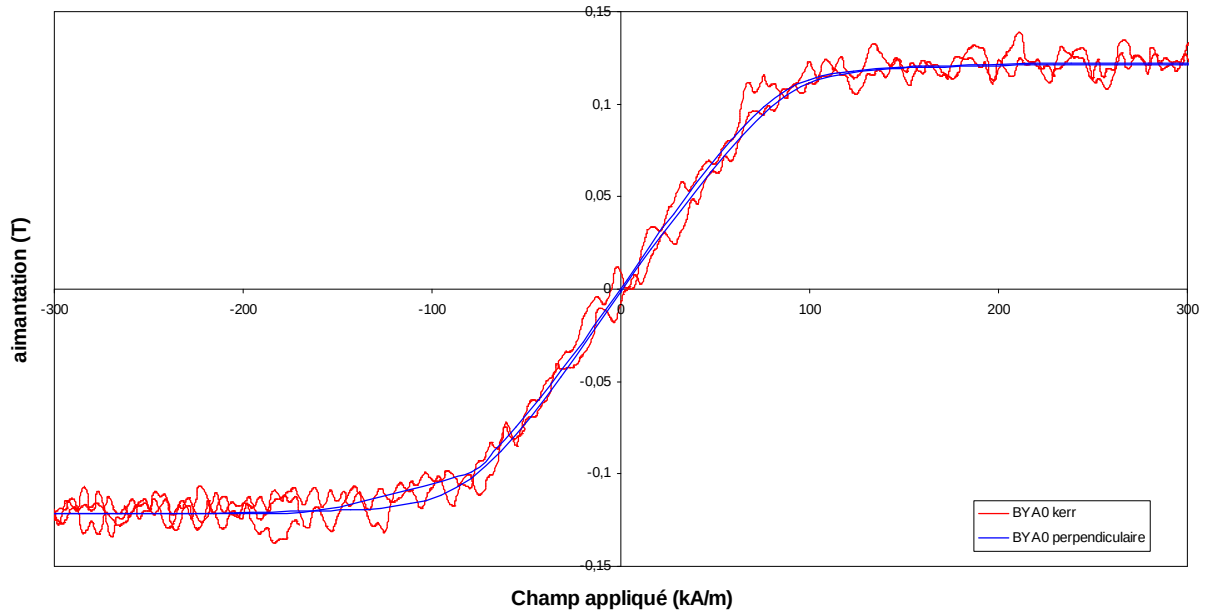


Figure 23 : Cycles d'hystérésis obtenus par VSM et par banc optique en configuration Kerr

5.5 Caractérisation magnétique hyperfréquence

Le principe repose sur des mesures dans le domaine des hyperfréquences d'une ligne coplanaire composée d'une couche mince de YIG lorsqu'un champ magnétique est appliqué. Ces mesures déterminent l'atténuation, la transmission et la réflexion. La longueur des cellules non réciproques réalisées à partir de couches de YIG (2,5µm d'épaisseur) est de 2,3cm. La largeur de la ligne coplanaire est de 300µm et le conducteur est de l'or [Capraro, 2004b]. Le YIG étant un matériau doux un champ magnétique transverse compris entre 0 et 280mT est appliqué. L'effet non réciproque est défini comme la différence entre les deux coefficients de transmissions S_{12} et S_{21} (respectivement coefficients de transmissions inverse et directe). Les résultats expérimentaux mettent en évidence que l'effet non-réciproque et la fréquence de résonance augmentent avec le champ appliqué (Figure 24).

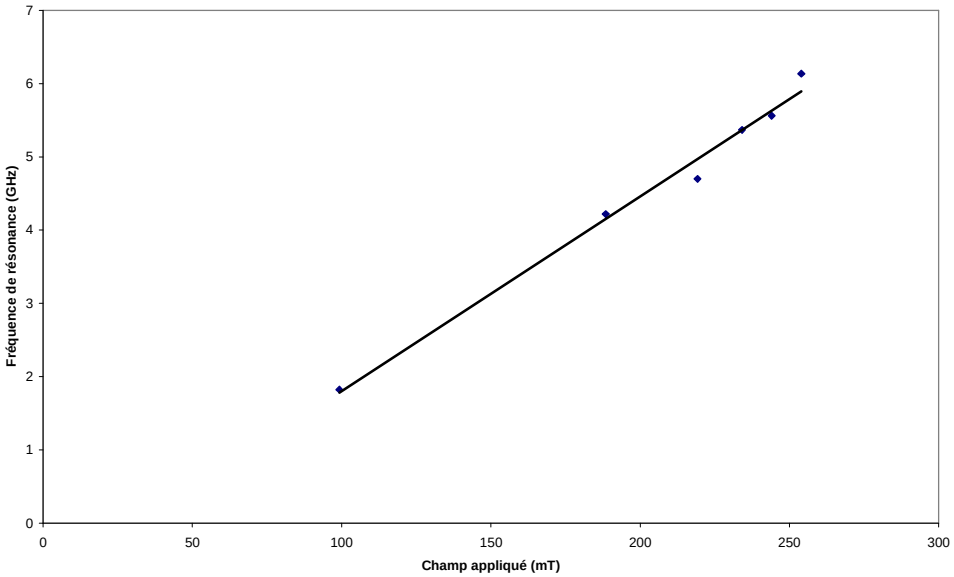


Figure 24: Fréquence de résonance en fonction du champ appliqué sur un échantillon de YIG de 2,5µm d'épaisseur

Compte tenu de la faible épaisseur de matériau magnétique les effets non réciproques sont peu importants mais restent mesurables (< 0,3dB pour 2,5µm d'épaisseur de YIG, et 2dB pour 12,3µm). L'objectif n'est pas la réalisation d'un isolateur à base de YIG, mais plutôt de déterminer la fréquence de résonance des couches développées au laboratoire.

A partir de ces mesures, la susceptibilité magnétique et le terme extra-diagonal du tenseur de perméabilité de la couche mince sont présentés sur les deux courbes suivantes (Figure 25). Ces résultats sont conformes aux prévisions théoriques à partir du matériau massif (méthode de Polder [Polder, 1949], valable uniquement pour un matériau saturé). Cette

méthode est donc potentiellement très intéressante ; cependant, elle n'est applicable que pour une aimantation dirigée selon "l'axe transverse" indiqué sur la Figure 5, c'est à dire ici l'axe y. Cette étude est aujourd'hui poursuivie et des essais pour différentes épaisseurs de matériau, ainsi que pour d'autres configurations, sont en cours.

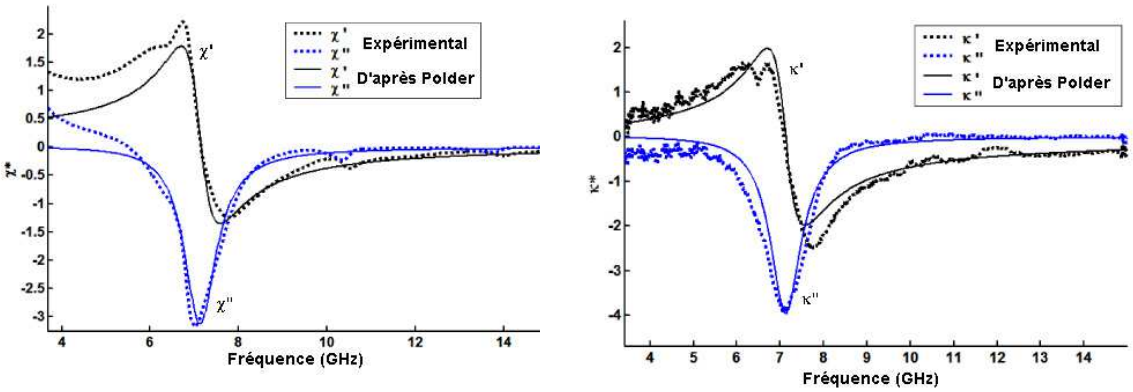


Figure 25 : Résultats de caractérisation de la susceptibilité magnétique et du terme extra-diagonal du tenseur de perméabilité d'une couche mince de ferrite (YIG) - Comparaison avec la théorie. Champ appliqué : 280mT

5.6 Bilan

La réalisation de couches minces de YIG a mis en évidence l'obtention de films magnétiques caractéristiques d'un matériau doux. La correspondance entre les couches minces et le matériau massif du point de vue statique et dynamique est significative (valeurs de Ms, fréquence de résonance, etc…). Par conséquent, la réalisation de circulateurs à base de YIG pourrait être possible et devrait donner de bons résultats. Malheureusement, un problème majeur est présent dans cette étude : l'adhérence des couches lorsque les épaisseurs sont trop importantes. Les films n'adhèrent pas de façon reproductible dès que les épaisseurs dépassent quelques µm. Ces épaisseurs sont exigées par la simulation pour avoir des performances suffisantes.

Le phénomène est lié aux contraintes intrinsèques dans la couche. Deux hypothèses pourraient être avancées : les contraintes sont liées au faible écart entre le coefficient de dilatation thermique du substrat et du film ou la nature cristalline étant "polycristalline", les joints de grains, sièges de nombreux défauts pourraient fragiliser la structure.

6 INTEGRATION D'OXYDE MAGNETIQUE DANS DES DISPOSITIFS NON-RECIPROQUES

Depuis quelques années et dans un avenir proche, l'intégration de composants passifs est et sera un élément décisif pour la réalisation de systèmes dans le domaine des télécommunications. La miniaturisation ou l'intégration de fonctionnalités qui ne peuvent pas être supportées par l'électronique classique, constitue ainsi un objectif majeur pour les générations futures de composants et systèmes. Le domaine des télécommunications qui envisagent des débits d'informations et des performances toujours plus élevés pour répondre aux nouveaux besoins des utilisateurs industriels et du grand public est le siège de nombreuses études. Une alternative à l'utilisation de certains composants actifs limités en fréquence semble être leur remplacement par des composants passifs intégrables pouvant remplir la même fonction mais à des fréquences plus élevées. L'objectif du laboratoire porte sur l'étude de la faisabilité de conception et la réalisation de composants radiofréquences (au delà du Gigahertz) passifs non réciproques intégrables sur des substrats utilisés en micro-électronique. Ces composants utilisent des matériaux magnétiques connus pour leurs propriétés en hyperfréquences. Les deux matériaux magnétiques déposés au laboratoire, sont utilisés dans plusieurs composants hyperfréquences. Ces différents composants sont basés sur le principe de la résonance ou sur les effets non réciproques induits par le matériau magnétique. Un état de l'art concernant les applications dans lesquelles les matériaux élaborés au DIOM ont été intégrés sera présenté. Les différentes étapes technologiques et la présentation des différents prototypes avec leurs premiers résultats seront données.

6.1 Les dispositifs non réciproques

6.1.1 Présentation générale

Comme nous l'avons vu au 1.1, les matériaux magnétiques ont d'une façon générale leur perméabilité complexe qui présente à la fréquence de gyrorésonance un pic de perte. Par rapport à cette caractéristique, les composants hyperfréquences fonctionneront dans différents domaine de fréquences (Figure 26).

Tous les dispositifs étudiés seront planaires afin d'être fabriqués à moindre coût en utilisant la photolithographie classique.

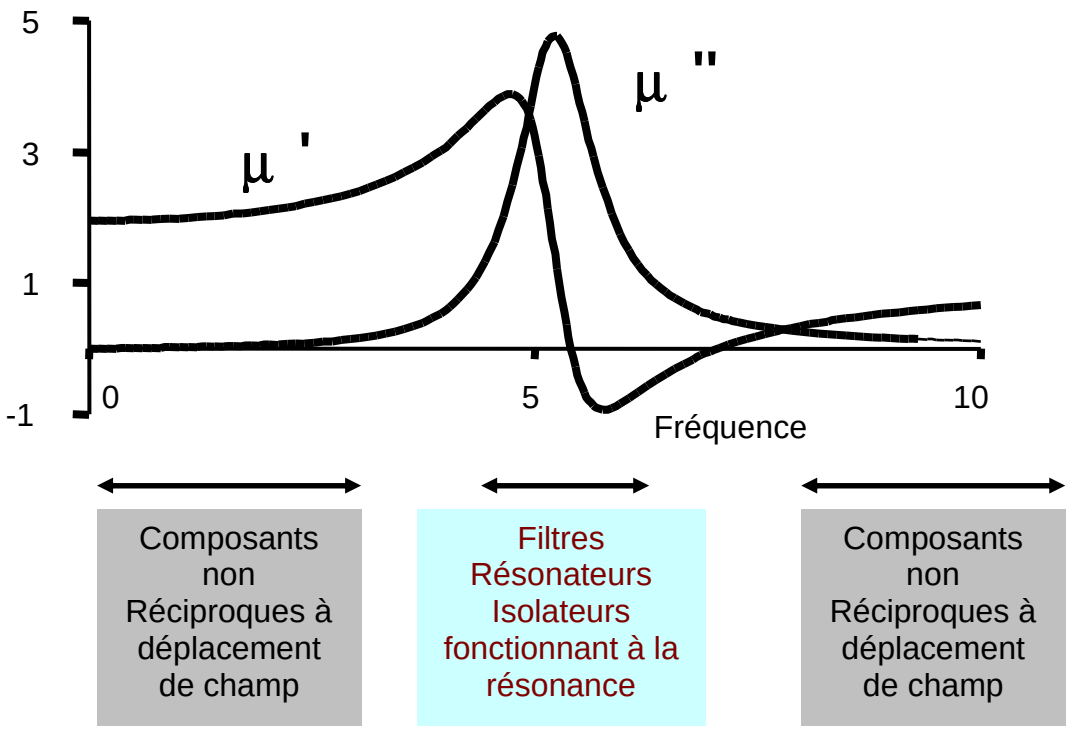


Figure 26 : Domaine de fonctionnement des composants par rapport à la perméabilité réelle et imaginaired'un matériau magnétique (données arbitraires)

6.1.2 Isolateurs

Dans le domaine des télécommunications, un composant très utilisé est l'isolateur. Sa principale application est le découplage entre les générateurs et les récepteurs (amplificateurs, filtres). Pour les amplificateurs en série, chaque amplificateur peut modifier de façon brutale l'impédance d'entrée de l'autre amplificateur selon la fréquence de travail (Figure 27). Ainsi l'insertion d'un isolateur permet d'éviter ce problème en adaptant l'impédance entre les différents éléments [Dow, 1989, Strohm, 1995, Riaziat, 1987]. Un isolateur permet aussi de rendre indépendants différents émetteurs [Lee, 1992] ou encore d'éliminer le découplage entre le générateur et le récepteur (retours de puissance).

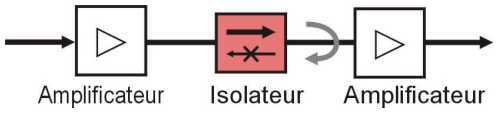


Figure 27 : Utilisation de l'isolateur

Il existe différentes conceptions d'isolateurs : l'isolateur guide d'ondes à résonance, l'isolateur triplaque à résonance, l'isolateur microruban à déplacement de champs ou encore l'isolateur coplanaire à résonance

- L'isolateur guide d'ondes à résonance : une lame de ferrite (et non une couche mince) est placée dans un guide d'ondes rectangulaire qui permet de transporter des signaux hyperfréquences sans pertes par rayonnement.
- L'isolateur triplaque à résonance : Deux barreaux de ferrites aimantés sont disposés à l'endroit où l'ellipticité est maximale. Ceci permet d'obtenir un effet non réciproque du dispositif [Thourel, 1969].
- L'isolateur microruban à déplacement de champs : Une ligne microruban à substrat ferrite (épaisseur importante) aimanté, dont le conducteur supérieur est particulièrement large, est chargée d'un absorbant sur l'un des cotés [Hines, 1971].
- **L'isolateur coplanaire à résonance :** Ce composant a pour particularité d'utiliser un substrat diélectrique sur lequel une ligne coplanaire est placée. Par conséquent seule un faible volume de matériau magnétique est nécessaire [Figure 28]. Ce dispositif est relativement simple à mettre en œuvre et des études de faisabilité ont été réalisées par Wen [Wen, 1969] dans lesquelles les pertes d'insertion et l'isolation étaient respectivement inférieures à 2dB et égale à 37dB à 6GHz.

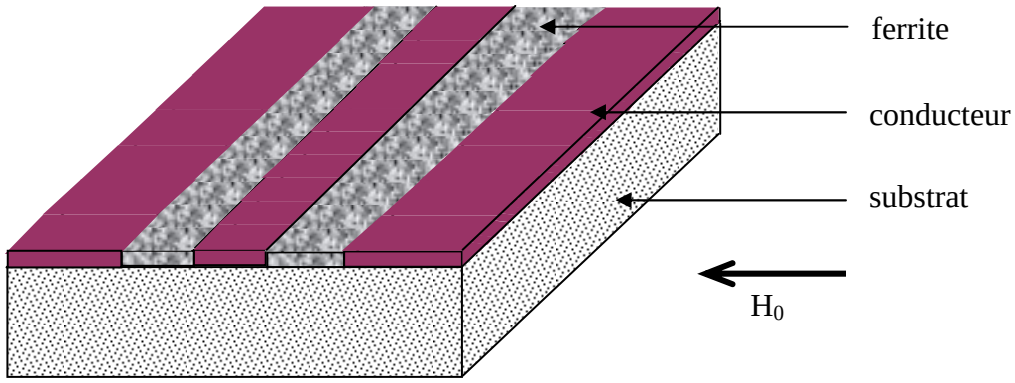


Figure 28 : Isolateur coplanaire à résonance

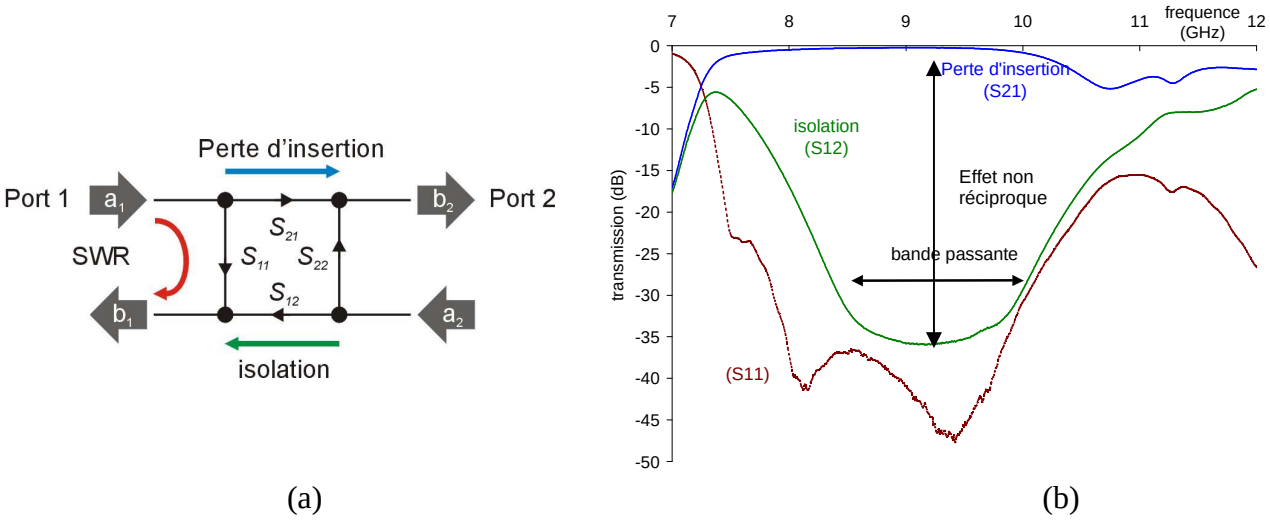
Ces différents dispositifs possèdent toutes des pertes d'insertion très faibles (inférieures à 2dB) et une isolation de l'ordre de 20dB. Par contre seule la dernière structure présente l'avantage de permettre une intégration simple dans une technologie planaire avec une quantité de matériau magnétique faible.

Le principe d'un isolateur coplanaire a été repris par B. Bayard [Bayard, 2004]. Pour un isolateur parfait toute l'énergie est transmise du port 1 au port 2 (Figure 29a), alors que

dans le sens inverse (port 2 vers port 1), le signal est très atténué. Les paramètres S correspondants à cette fonction sont exprimés d'après la matrice suivante :

$$\begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 \\ 1 & 0 \end{pmatrix}$$

A la résonance, l'effet non réciproque est maximal. L'isolateur doit prendre en compte différents paramètres comme les pertes d'insertion, l'isolation et la bande passante. Un exemple est donné (Figure 29b).



(a) (b)

Figure 29 : Caractéristiques d'un isolateur

Pour cette structure, deux choix ont été élaborés : une couche mince de ferrite recouvrant tout le substrat. La ligne coplanaire est alors placée sur le ferrite (Figure 30a). La seconde possibilité est de placé du ferrite seulement dans les fentes de la ligne (Figure 30b).



(a) *(b)*

Figure 30 : Lignes coplanaires (vue transverse)

Les isolateurs étudiés utiliseront soit du BaM, soit du YIG. Cependant les structures coplanaires avec un matériau magnétique fonctionnant à la résonance n'ont pas permis l'obtention de performances suffisantes pour une exploitation industrielle.

6.1.3 Circulateurs à ferrite

Dans le domaine des télécommunications et plus particulièrement dans les circuits d'antenne, le circulateur remplit la fonction de séparation des signaux émission et réception

(Figure 31). Le circulateur permet de faciliter le cheminement des signaux de l'émetteur vers l'antenne et de l'antenne vers le récepteur.

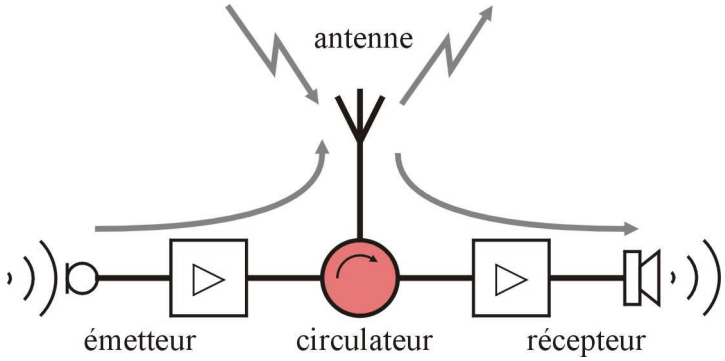


Figure 31 : Utilisation d'un circulateur

De nombreuses structures de circulateur à résonances à trois ports ont été étudiées, les plus courantes sont :

- Le circulateur triplaque : il est constitué de deux plans de masse, de deux disques circulaires de ferrite et d'un conducteur central présentant trois ports d'accès, espacés de 120° les uns des autres [Pardavi-Horvath, 2000]. Un champ de polarisation, H_0, est appliqué dans le sens vertical, souvent par des aimants permanents.
- Le circulateur microruban : c'est une structure dérivée du circulateur triplaque afin de pouvoir insérer ce composant dans des circuits microrubans. La forme du conducteur central peut être circulaire [Letron, 1969; Harrison, 1971] ou triangulaire [Yung, 2001].
- Le circulateur coplanaire : un disque de ferrite est situé au centre de trois lignes d'accès orientées à 120° qui partent d'un conducteur circulaire central et sont entourées par trois plans de masse latéraux [Ogasawara, 1971, Koshiji, 1986]. Ce circulateur à jonction Y peut être réalisé à partir d'une technologie coplanaire car il est adapté aux circuits intégrés micro-ondes, son principal avantage étant que le conducteur et les plans de masse soient au même niveau.

Dans ces trois cas, l'inconvénient commun est la présence d'un disque de ferrite dont l'épaisseur est de l'ordre de la centaine de microns. Ceci est un frein à l'intégration de ce composant. Afin de réaliser l'intégration de ce composant le choix s'est porté naturellement sur le circulateur coplanaire. En effet cette structure, de technologie planaire, ne nécessite que

trois matériaux : un substrat, une couche conductrice suivant le design donné et un disque de ferrite. Un exemple de structure étudiée au laboratoire est donnée (Figure 32). Selon la fréquence demandée, les circulateurs étudiés utiliseront soit du BaM (50GHz), soit du YIG (10GHz).

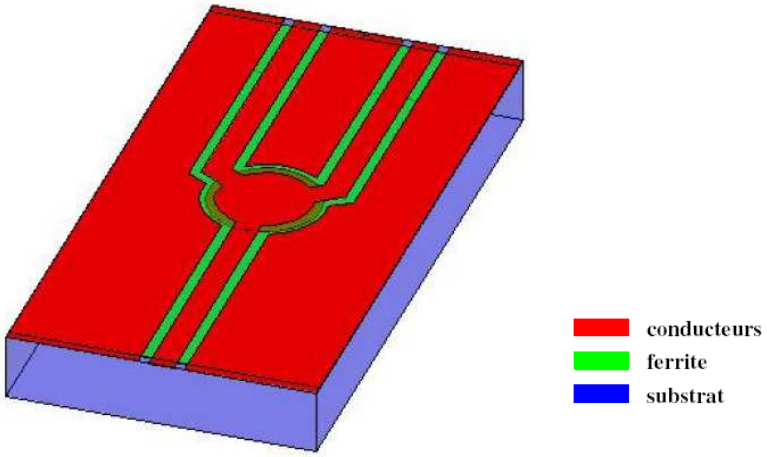


Figure 32 : Structure du circulateur coplanaire avec accès coudés

6.1.4 Micro-Inductances

Actuellement, l'évolution des inductances intégrées est très limitée. Hors dans un téléphone portable (Dual Band) environ 300 composants passifs discrets sont présents. Ce nombre est croissant et les dimensions des inductances sont importantes (au minimum 0,5×0,25 mm²). Leur intégration permettrait de réduire les tailles mais aussi de s'affranchir de problèmes liés au montage et aux effets parasites dus aux connections électriques. L'inductance est un composant passif de grandes dimensions et malgré les efforts pour réduire ses dimensions extérieures ces dernières restent imposantes. De plus l'augmentation de la fréquence de découpage des convertisseurs pouvant atteindre 100MHz (voir 1GHz) relance les recherches technologiques pour la réalisation d'inductance de faible valeur (quelques centaines de nH). La conception, et la réalisation d'inductance de lissage pour des applications en électronique de puissance devient ainsi concevable et constitue un enjeu scientifique et technologique évident.

Différentes structures d'inductances sont proposées mais toutes sont basées sur des enroulements dans le plan ou perpendiculairement à celui ci de spires conductrices. Un saut technologique consisterait à utiliser un matériau magnétique proche du conducteur. Le facteur de qualité du composant devrait être amélioré et les dimensions diminuées.

Pour cette structure, différents choix ont été réalisés pour les simulations : une couche mince de ferrite recouvrant tout le substrat. Le conducteur sous une forme de spirale est alors

placée sur le ferrite ou avec des structures dérivées (Figure 33). Le ferrite utilisé est le YIG. En effet ce dernier, a une perméabilité (μ_r) de l'ordre de 35 et il permet d'envisager la réalisation d'inductance fonctionnant à 100MHz (limite haute de son spectre).

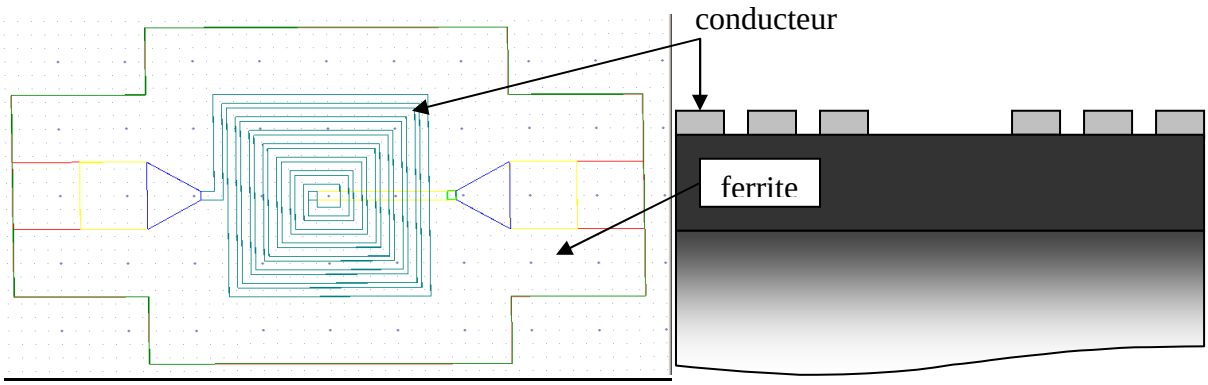


Figure 33 : Inductance forme spirale vue de dessus et vue en coupe

6.1.5 Micro-résonateurs

Les micro-résonateurs en structure planaire sont des composants de type résonateur pour lesquels les facteurs de qualité sont élevés et supérieurs à ceux obtenus avec des composants LC. Dans le domaine des hyperfréquences, ces composants existent depuis longtemps sous forme de composants discrets (résonateur à YIG constitués de deux bobines imbriquées autour d'un « noyau de YIG », lequel est polarisé par un aimant permanent), mais aucune structure planaire et intégrable n'existe.

Une structure planaire (Figure 34), fonctionnant sur le même principe que les micro-résonateurs discrets avec un aimant permanent qui produisant un champ de quelques centaines d'Oersted dans le plan de la bobine peut-être imaginé. Ces micro-résonateurs de type magnétostatique présentent certains avantages :

- la fréquence de fonctionnement de cette structure ne dépend que du matériau magnétique utilisé et de sa polarisation.
- les champs étant confinés en surface, les dimensions du composant dépendent principalement du pas du conducteur ce qui autorise des faibles dimensions. Pour les fréquences de fonctionnement envisagées le grenat de fer et d'yttrium (YIG) est le matériau magnétique le plus adapté.

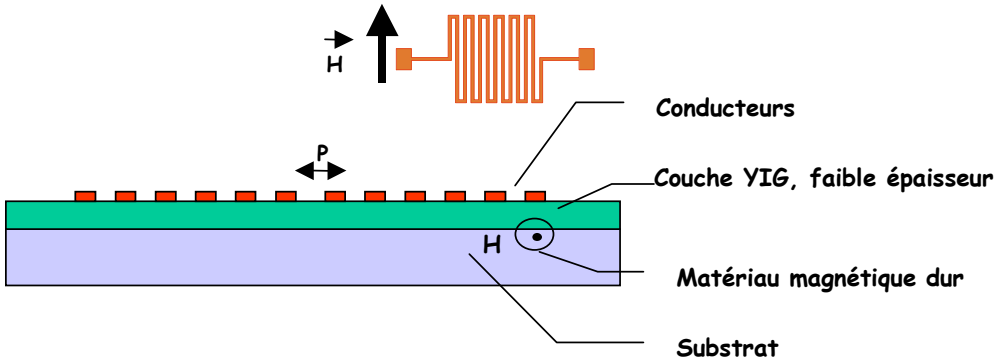


Figure 34 : Micro-résonateur à YIG

La structure de ce composant est très proche de celle d'une inductance, en revanche son fonctionnement est très différent. Le phénomène d'interaction entre une onde radiofréquence et un matériau présentant un phénomène de résonance gyromagnétique peut être exploité pour la réalisation de résonateurs [Thourel, 1969].

6.2 Dimensionnement des composants

Avant la réalisation des composants, une étude théorique par simulations est nécessaire afin de se rapprocher des qualités requises pour le dispositif. Chaque structure doit être optimisée pour obtenir une géométrie adéquate et permettre une compréhension des phénomènes physiques du composant. Les simulations ont été effectuées avec le logiciel Ansoft HFSS par différents doctorants et stagiaires : E. Bènevent [Bènevent, 2005] et O. Zahwe pour les circulateurs, E. Gamet [Gamet, 2005], A Kriga et D. Allasem pour les micro-inductances, S. Merouane pour les micro-résonateurs et T. Rouiller [Rouiller, 2006] pour les isolateurs. Le dimensionnement des composants coplanaires réalisé au laboratoire DIOM, peut-être établi de manière analytique, et l'optimisation des performances est obtenue grâce à des modélisations numériques effectuées avec le logiciel Ansoft HFSS

Pour réaliser les composants type circulateurs et isolateurs, avec des performances acceptables, on cherchera à minimiser l'atténuation dans le sens passant (pertes d'insertion) et maximiser celle-ci dans le sens inverse (isolation). L'isolation est directement liée à l'anisotropie du matériau (présence du terme tensoriel κ) et à son aimantation à saturation. Les pertes peuvent être réduites en optimisant l'adaptation d'impédance entre les lignes d'accès et la jonction à la fréquence de travail. Il faut pour cela modéliser la structure en introduisant les valeurs du tenseur de perméabilité du matériau aimanté. Pour les composants de type micro-résonateur et micro-inductance, seules l'atténuation et la fréquence de

fonctionnement présentent un intérêt pour le premier et la valeur de l'inductance et du facteur de qualité pour le second.

6.3 Technologie de réalisation des composants

La réalisation de démonstrateurs quels qu'il soit, nécessite des couches conductrices. Deux conducteurs sont disponibles l'or à l'INL et le cuivre au DIOM. La résistivité de l'or est de $22.10^{-9}\Omega$.m, ce matériau présente l'avantage de ne pas s'oxyder au contraire de cuivre dont la résistivité est de $17.10^{-9}\Omega$.m à 25°C. Avant de réaliser des démonstrateurs avec comme conducteur de l'or. Des prototypes utilisant le cuivre, dépôt disponible au laboratoire ont été réalisés. Différentes études sur les dépôts de cuivre et sur les étapes de photolithogravure ont été réalisées. Les films minces de cuivre sont élaborés par pulvérisation cathodique RF.

Pour l'élaboration des couches de cuivre, l'étude des différents paramètres de dépôts (Puissance cathodique, Pression d'argon, distance cible/substrat) a permis d'optimiser les couches. Pour des distances cible/substrat faibles, la vitesse de dépôt est plus élevée mais l'homogénéité en épaisseur et l'adhérence sont bien trop faibles pour que l'on puisse obtenir des dépôts corrects. Par contre, si cette distance est trop grande, la durée du dépôt sera élevée. Un compromis a été trouvé, en se plaçant à 6,75cm, on obtient une vitesse moyenne de dépôt tout à fait convenable (environ $8\mu m.h^{-1}$), pour une couche de bonne qualité, homogène en épaisseur et adhérente.

De même la puissance cathodique a été fixée à 300W. La pression d'argon ne joue qu'un rôle mineur sur les dépôts, vis à vis des paramètres observés.

Enfin la résistivité électrique des couches minces de cuivre a été étudiée en fonction de l'épaisseur (Figure 35). A partir de 2 µm les couches de cuivre élaborées sont très proches de la résistivité du cuivre massif.

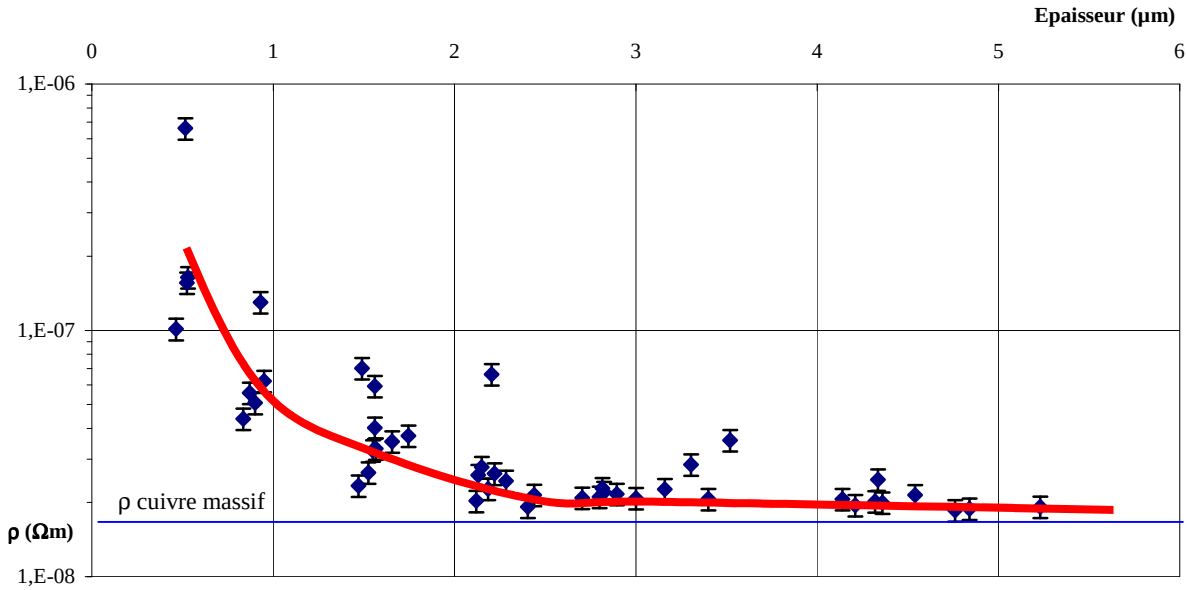


Figure 35 : Evolution de la résistivité en fonction de l'épaisseur des couches minces

La Figure 36 présente les différentes étapes technologiques, identiques pour les différents composants conduisant à la fabrication d'un circulateur à couche mince d'oxyde magnétique. Précisons que les étapes de dépôt de résine, de dépôt de conducteur par évaporation, et de lift off ou de gravure de conducteur sont réalisées en salle blanche à l'INL ou au LaHC.

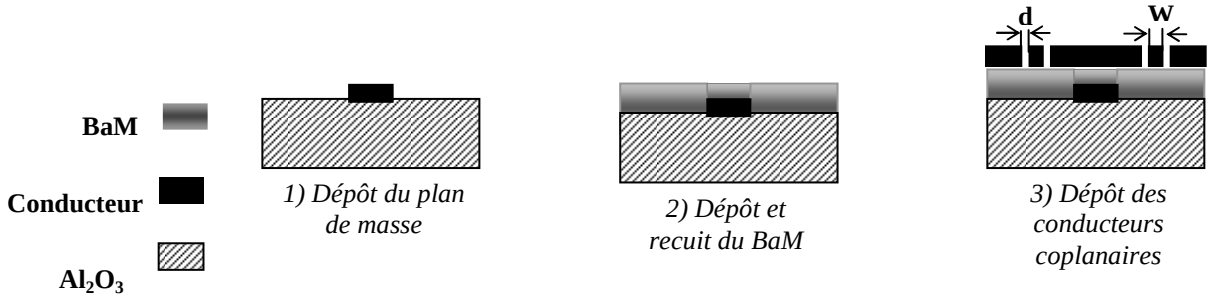


Figure 36 : Exemple des étapes technologiques de fabrication d'un circulateur

Pour les isolateurs, les micro-inductances et les micro-résonateurs le plan de masse sous la couche de matériau magnétique n'est pas nécessaire. Un exemple de réalisation est donné (Figure 37).

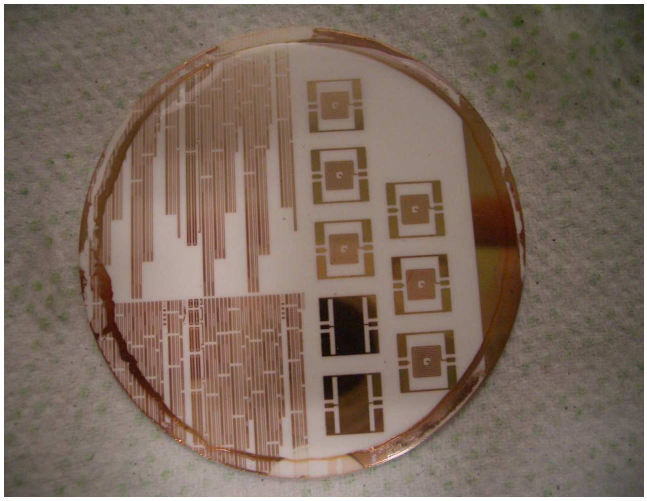


Figure 37 : Wafer de 2 pouces avec différents motifs de dispositifs.

6.4 Isolateurs fabriqués

6.4.1 Dimensionnement

Une partie de la modélisation a été réalisée avec une méthode TLM (Transmission Line Matrix), méthode temporelle, développée par le laboratoire IMEP de Grenoble. Cette technique prend en compte la géométrie du composant et les caractéristiques du matériau, dans ce cas le BaM.

Ainsi la configuration des lignes coplanaires déposées sur le substrat (Figure 30b) permet d'obtenir des pertes d'insertion plus faibles et des effets non réciproques plus importants comparativement à la configuration des lignes coplanaires déposées sur la couche magnétique (Figure 30a).

L'état du matériau (saturation ou non) intervient de façon très importante : si le matériau est saturé, le composant répond au cahier des charges (faibles pertes d'insertion et effets non réciproques importants), ce qui est loin d'être le cas dans l'état contraire (non saturé).

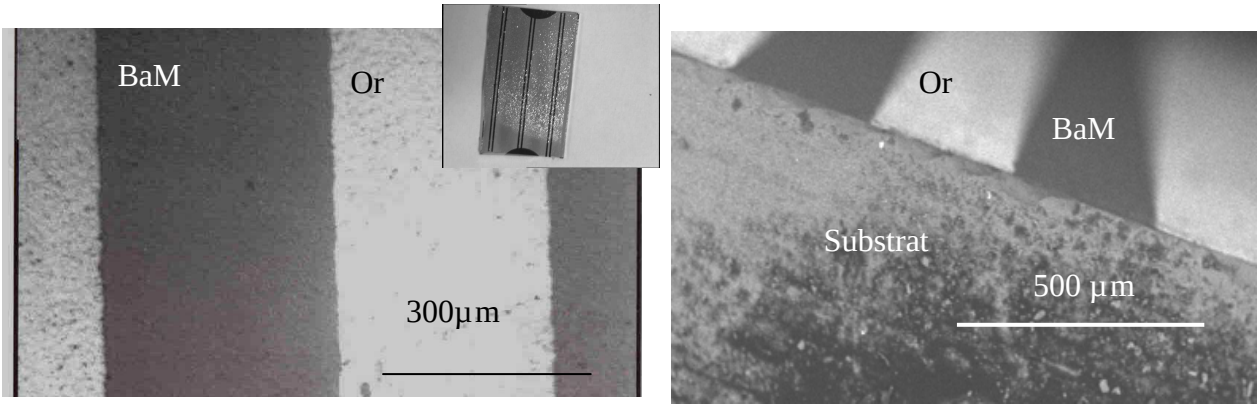
L'effet non réciproque et les pertes d'insertion sont directement liés à l'épaisseur de la couche magnétique et du dépôt conducteur, il est ainsi plus intéressant d'avoir des couches épaisses. Mais nous sommes confrontés alors à un double problème : temps de dépôts longs, faible tenue mécanique des couches.

On constate également que plus les épaisseurs des couches magnétiques et conductrices deviennent importantes, plus l'effet non réciproque augmente et les pertes d'insertion diminuent. Ceci est valable lorsque l'on se place dans la configuration des lignes

coplanaires sur le substrat. Dans l'autre structure, les pertes d'insertion augmentent avec l'épaisseur de la couche magnétique.

Il a été également noté que la permittivité du substrat influe sur les effets non réciproques de l'isolateur. Il est à noter que lors des simulations le matériau était considéré à la saturation, ce qui n'est pas le cas en expérimental.

La structure étudiée (Figure 38) est constituée d'un substrat d'alumine de 635µm d'épaisseur recouvert d'une couche magnétique de BaM dont l'épaisseur est comprise entre 1 et 36 µm. Une couche conductrice d'or permet la mise en place du ruban signal ainsi que des plans de masse. Les fentes et la largeur centrale du conducteur sont égales à 300µm. L'épaisseur de la couche d'or est de 0,6µm.



(a) (b)

Figure 38 : Image MEB d'un prototype isolateur coplanaire suivant la configuration des lignes conductrices sur la couche magnétique. (a) vue de dessus, (b) coupe transverse

Naturellement ces remarques sur les isolateurs à base de BaM sont aussi valables pour ceux à base de YIG.

6.4.2 Caractérisation hyperfréquence des isolateurs

6.4.2.1 Isolateurs à base de BaM

Lors de la thèse de S. Capraro [Capraro, 2004a], l'isolateur a été traité avec différentes configurations. La différence (en dB) des deux mesures des deux coefficients de transmission S_{21} et S_{12}, respectivement sens direct et sens inverse de l'isolateur coplanaire représente l'effet non réciproque. En prenant en compte la longueur de la ligne on obtient un effet en $dB.cm^{-1}$.

Il a été étudié l'influence du champ appliqué transversalement sur les prototypes. Ce champ fait varier l'effet non réciproque ainsi que la fréquence de résonance. Lorsque le

champ appliqué est 210kA.m^{-1}, l'effet non réciproque augmente de 25% et la fréquence de résonance de 10% par rapport à une mesure sans champ.

L'influence de l'épaisseur de couche de BaM à épaisseur d'or constante est importante vis à vis des propriétés de l'isolateur suivant la configuration des lignes conductrices déposées sur le substrat (Figure 39). Les pertes d'insertion et les effets non réciproques augmentent avec l'épaisseur de la couche magnétique. Cependant, les pertes d'insertion sont plus élevées et augmentent plus rapidement que les effets non réciproques. Dans la seconde configuration les pertes d'insertion et les effets non réciproques tendent vers une saturation. Dans les deux cas, les pertes d'insertion sont plus élevées que les effets non réciproques.

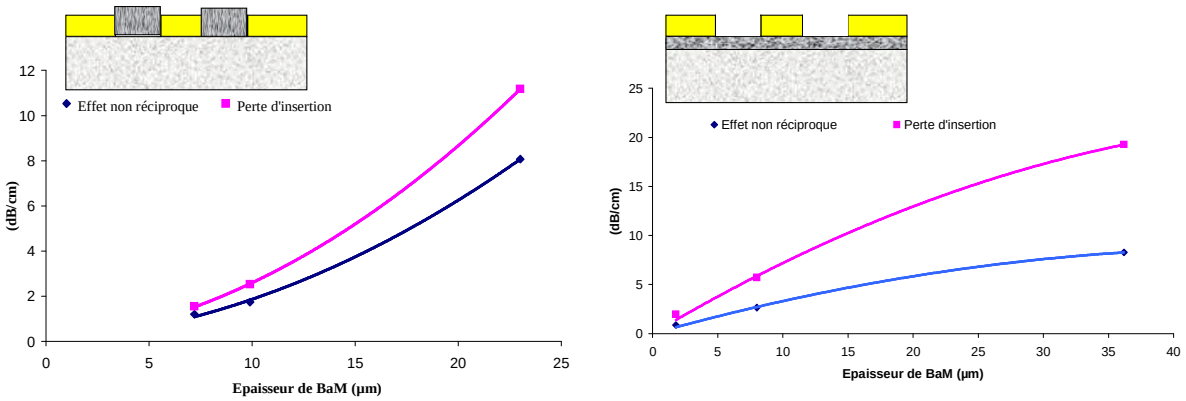


Figure 39 : Influence sur l'effet non réciproque et sur les pertes d'insertion de l'épaisseur de la couche magnétique suivant la structure des isolateurs

Ces résultats vont dans le même sens que les résultats issus de la simulation où les propriétés de l'isolateur s'amélioraient avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche magnétique et ceci pour les deux configurations.

Pour les deux structures, une étude de l'épaisseur du conducteur a été réalisée. Pour la configuration des lignes coplanaires déposées sur le substrat, on constate que l'épaisseur d'or augmente l'effet non réciproques et diminue les pertes d'insertion. En revanche pour la première configuration, lignes coplanaires déposées sur la couche magnétique, aucune variation des propriétés de l'isolateur n'est observable lorsque l'épaisseur de la couche conductrice est comprise entre 0,6 et 3,1µm.

De plus les pertes d'insertion sont plus faibles lorsque les lignes conductrices ont été déposées sur le substrat. Toutefois, suivant la configuration des lignes coplanaires déposées, les pertes d'insertion tendent à se saturer dans le cas des lignes sur BaM, alors que suivant la deuxième configuration, les pertes d'insertion continuent à augmenter de façon exponentielle (Figure 40).

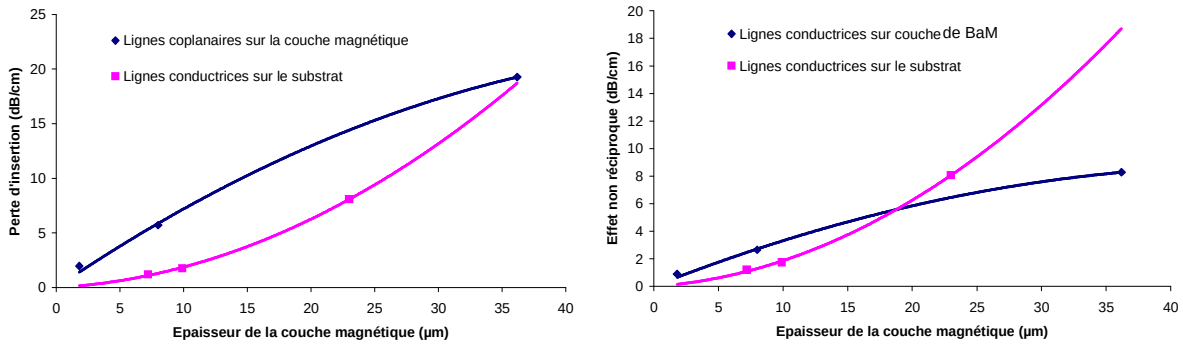


Figure 40: Influence de la structure de l'isolateur sur les pertes d'insertion et sur l'effet non réciproque du dispositif en fonction de l'épaisseur de la couche magnétique

Après cette étude sur la structure du démonstrateur, une étude sur l'évolution des paramètres de dépôts a été réalisée avec une structure constante (lignes déposées sur film magnétique). Concernant la méthode de recuit RTA ou CTA, les pertes d'insertion sont plus faibles lorsque la couche mince magnétique a été cristallisée par le traitement thermique RTA. La taille des grains a un rôle très important lors de la transmission du signal hyperfréquence [Pullar, 1998], la circulation de l'onde est bien meilleure lorsque la taille des grains est faible. Nous avions déjà noté que la taille des grains était plus faible lors d'un traitement RTA (paragraphe 4.3). Plus les grains sont petits et plus le matériau est isotrope.

Pour l'influence de la puissance cathodique, les pertes d'insertion et les effets non réciproques sont beaucoup plus faibles, lorsque les couches minces ont été élaborées par faible puissance cathodique (50W).

En règle générale, lorsque la pression d'argon est faible (4.10^{-3}mbar), les effets non réciproques et les pertes d'insertion sont plus importants que pour les couches élaborées sous une forte pression d'argon.

Cette étude n'a pas forcément été optimisée, le masque étant le même pour tous les échantillons, c'est-à-dire que la largeur des fentes et du conducteur central étaient égales à 300 µm. Dans certains cas, une désadaptation d'impédance impliquait un signal distordu, un masque par prototype aurait été nécessaire. Car l'impédance des démonstrateurs varie en fonction de l'épaisseur des couches magnétiques et conductrices.

6.4.2.2 Isolateurs à base de YIG

Des isolateurs à base de YIG ont aussi été réalisés. La configuration retenue était les lignes coplanaires déposées sur une couche mince magnétique. L'étude a été beaucoup plus restreinte mais de la même façon l'épaisseur de YIG influence les effets de l'isolateur. En

faisant varier le champ appliqué, l'effet non réciproque obtenu est de 2dB à une fréquence de 9GHz pour un champ magnétique de 220kA.m^{-1} pour une épaisseur de 12,3µm de YIG (Figure 41).

Des simulations ont été effectuées et ont été données à titre d'exemple dans le paragraphe 5.5. On obtient une bonne correspondance de la fréquence de résonance entre la valeur simulée et celle mesurée pour différentes valeurs de champ appliqué. La différence d'amplitude est due à une couche polycristalline alors que le modèle prévoit un matériau monocristallin. Cela se traduit également par une largeur de résonance différente.

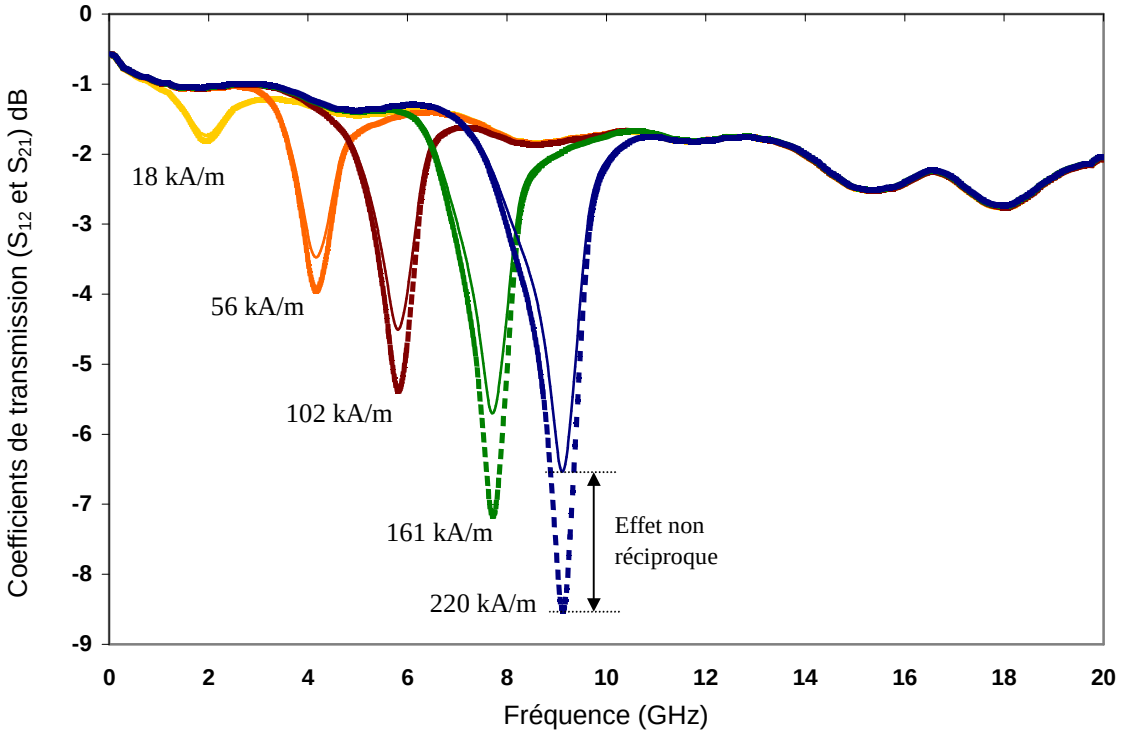


Figure 41 : Coefficients de transmission S_{12} et S_{21} en fonction de la fréquence pour différents champs appliqués

6.4.2.3 Bilan

Par cette réalisation de plusieurs démonstrateurs, nous avons mis en évidence la faisabilité d'un isolateur coplanaire passif à partir de couches minces magnétiques de BaM et de YIG, mais aussi leurs performances insuffisantes. Nous avons constaté que les résultats expérimentaux vont dans le même sens que les résultats de simulation. Par contre les simulations ont été effectuées avec un matériau parfait : du point de vue cristallographique et magnétique. Ceci explique que les pertes d'insertion et les effets non réciproques soient faibles.

Sans une grande optimisation de la structure, un effet non réciproque de 12,7dB.cm^{-1} et des pertes d'insertion de 12,1dB.cm^{-1} sont relevés lorsque le champ appliqué est égal à 300mT pour une couche de 36µm de BaM. De même pour le YIG, avec seulement quelques réalisations, un effet non réciproque de 2dB pour une ligne de 2,3cm a été relevé, à 9GHz pour un champ de 220kA.m^{-1}.

D'après ces résultats, nous avons montré la faisabilité d'un isolateur coplanaire intégré. Néanmoins, ces propriétés sont insuffisantes pour se diriger vers l'industrialisation car les pertes d'insertion devront être inférieures à 1dB et les effets non réciproques devront être de l'ordre de 30dB.cm^{-1}. Afin d'améliorer ces caractéristiques, un travail sur la modélisation pour augmenter le taux d'ellipticité du composant, les interactions matériau-conducteurs, devra être entrepris, le modèle de matériau utilisé ne correspondant pas complètement aux couches minces déposées.

6.5 Circulateurs fabriqués

6.5.1 Dimensionnement

La modélisation des circulateurs coplanaires à jonction Y a été effectuée dans le cadre de la thèse d'E. Bènevent [Bènevent, 2006]. Les deux premiers types de design (A et B) sont dimensionnés avec un matériau ferrite aux caractéristiques suivantes : μ_0.Ms = 480mT et champ interne du matériau magnétique Hi = 1,7T. Pour les prototypes (C), le matériau ferrite ayant servi au dimensionnement des circulateurs est défini avec des caractéristiques plus proches des caractéristiques des couches minces obtenues. En effet, les couches de BaM sont polycristallines avec des cristaux orientés aléatoirement. Par conséquent, les couches minces déposées, après avoir été aimanté au-delà de μ_0.Ms, se trouvent être à la rémanence mesurée par VSM (μ_0.Mr ~ 220mT mesurés dans le plan de la couche et 70mT pour une mesure réalisée perpendiculairement à la couche). Les principales caractéristiques des circulateurs coplanaires fabriqués sont données (Tableau 2). Le métal déposé est une multicouche chrome-or, d'épaisseur 0,5 à 2µm.

Période	**Plan de masse**	**Conducteur central**	**(W, d, d') (µm)**	**Dimensionnement**
A	Triangle équilatéral de côté 1320 µm	Triangle équilatéral de côté 1020 µm	(100, 100, 71)	BaM à saturation Hi = 1,7 T
B	Cercle de rayon 458 µm	Cercle de rayon 548 µm	(250, 100, 140)	BaM à saturation Hi = 1,7 T
C	Cercle de rayon 585 µm	Cercle de rayon 585 µm	(72, 40, 100)	BaM à la rémanence Hi = 0,3 T

Tableau 2 : Principales caractéristiques géométriques des circulateurs coplanaires fabriqués.

Les dimensions (W, d, d') sont précisées sur les figures (Figure 42, Figure 43 et Figure 44) présentant les masques de photolithographie associés aux trois différents types de circulateurs fabriqués.

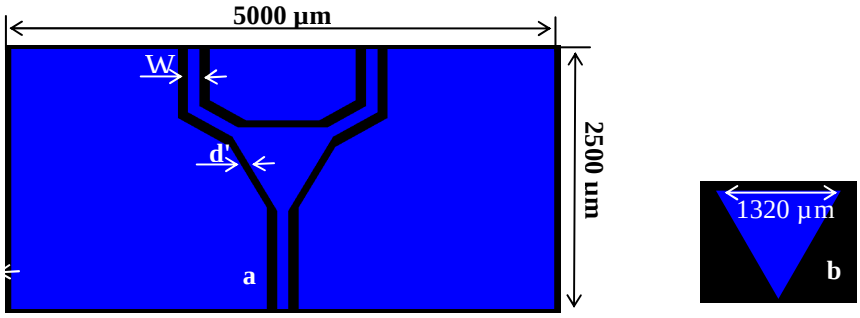


Figure 42 : Masque du circulateur (conducteur central (a) et plan de masse (b) ; BaM à saturation et Hi = 1,7T)

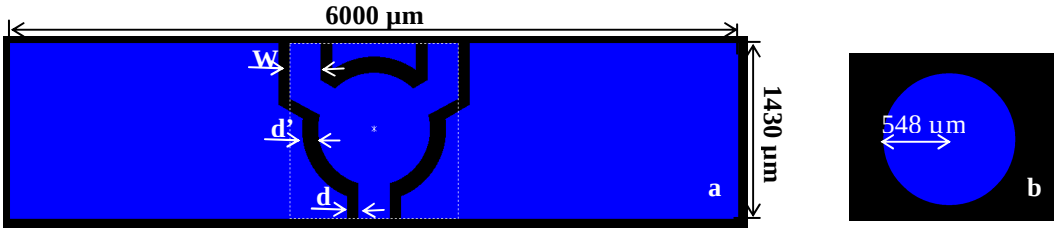


Figure 43 : Masque du circulateur (conducteur central (a) et plan de masse (b) ; BaM à saturation et Hi = 1,7T)

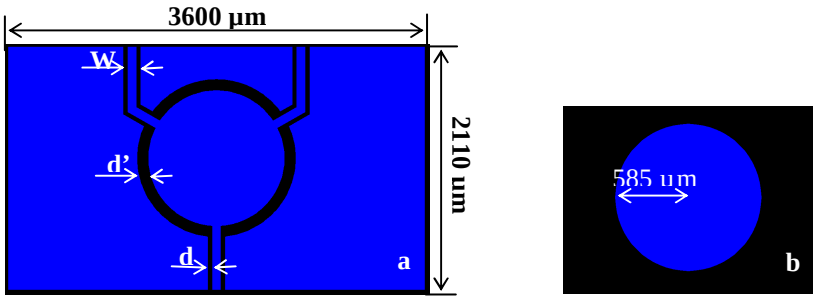


Figure 44 : Masque du circulateur (conducteur central (a) et plan de masse (b) ; BaM à la rémanence et Hi = 0,3T)

6.5.2 Caractérisation hyperfréquence des circulateurs

La caractérisation hyperfréquence de ces dispositifs est réalisée au moyen d'un analyseur vectoriel de réseau Anritsu, travaillant dans la gamme de fréquence 40MHz - 65GHz, avec un calibrage OSTL préliminaire. Les paramètres de transmission et de réflexion de ces dispositifs jusqu'à 50GHz sont ainsi mesurés.

Pour les dispositifs dimensionnés avec un matériau à saturation, afin de compenser les effets des champs démagnétisants, un champ magnétique externe est appliqué aux prototypes sous test grâce à un dispositif de polarisation permettant d'appliquer un champ perpendiculaire au composant pendant la mesure. Cependant, il est apparu que la variation de la valeur du champ magnétique externe entre 260mT et 430mT n'a pas d'incidence sur les performances des circulateurs, car celle-ci est insuffisante pour modifier le champ interne du matériau magnétique.

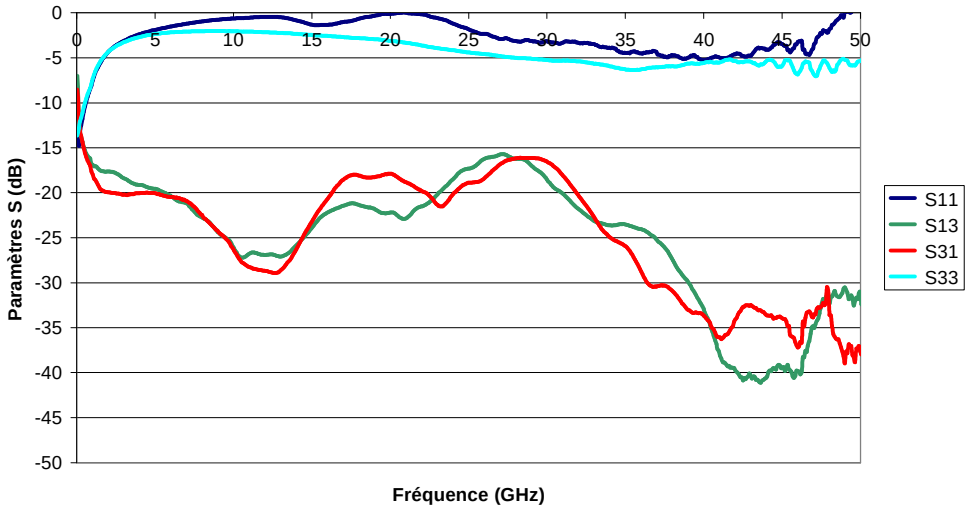


Figure 45 : Mesure de l'évolution des paramètres S en fréquence pour un circulateur dimensionné avec un BaM à μ_0.Mr et Hi = 1,7 T

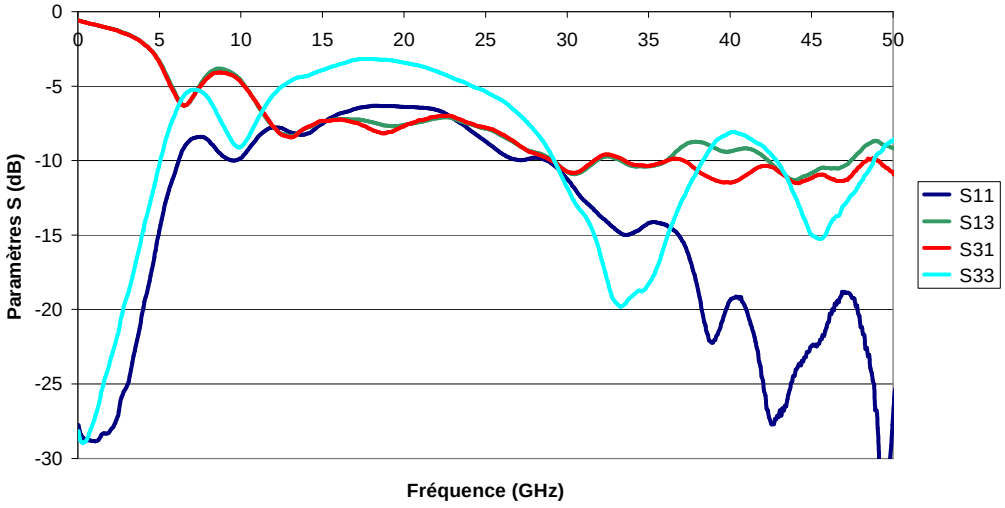


Figure 46 : Mesure de l'évolution des paramètres S en fréquence pour un circulateur dimensionné avec un BaM à μ_0.Mr et Hi = 1,7 T

Les figures (Figure 45, Figure 46 et Figure 47) présentent les paramètres S mesurés en fréquence pour les trois types de design des circulateurs, en analysant des prototypes contenant un matériau à la rémanence (sans champ appliqué pendant la mesure). Précisons également que toutes ces mesures ont été réalisées avec le troisième port du composant « en l'air » (circuit ouvert).

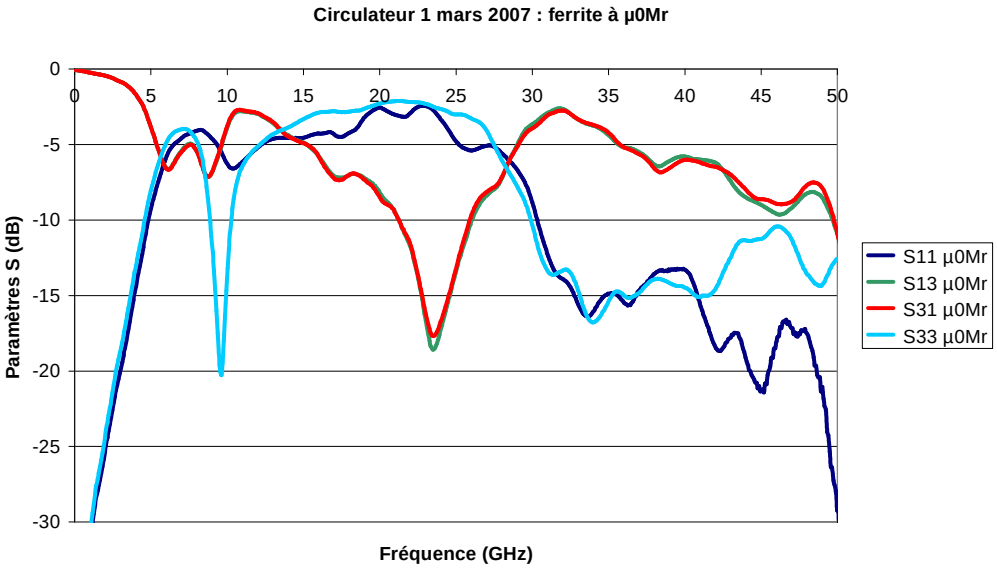


Figure 47 : Mesure de l'évolution des paramètres S en fréquence pour un circulateur dimensionné avec un BaM à μ_0.Mr et Hi = 0,3 T

Le premier type de design de circulateur dont la caractérisation est présentée en Figure 44 montre des paramètres de réflexion élevés (-5dB), alors que celle des paramètres de transmission atteint les -40dB. Une nette évolution des paramètres mesurés pour les circulateurs fabriqués avec un design circulaire est observée. Pour les composants (C), dimensionnés avec un matériau aux propriétés proches du BaM que nous fabriquons (Figure 46), le circulateur présente à 40GHz (fréquence théorique de fonctionnement) une réflexion de -15dB, avec des paramètres de transmission de l'ordre de -6dB, correspondant à des pertes d'insertion de -1,4dB. Pour ces trois types de circulateurs, l'effet de circulation est difficilement observable dans nos conditions de mesures.

Plusieurs phénomènes peuvent expliquer cette constatation :

Les deux premiers designs de circulateur ont été dimensionnés avec un matériau à saturation. Il s'agirait donc de compenser les champs démagnétisants dans la couche de ferrite par un champ perpendiculaire appliqué pendant la mesure beaucoup plus important (facteur ~

8) que celui appliquer actuellement. C'est pour contourner ce problème que le dimensionnement des circulateurs (C) a été réalisé à partir d'un matériau à la rémanence.

La caractérisation hyperfréquence est réalisée avec un troisième port « en l'air » : il conviendrait de le connecter avec une charge adaptée à 50Ω pour éviter les phénomènes de réflexion au niveau de ce port.

Des composants comportant une couche de 10 à 15µm d'oxyde magnétique ont ainsi été réalisés : la technologie de fabrication de ces dispositifs est bien maîtrisée dans cette gamme d'épaisseur d'oxyde.

La caractérisation hyperfréquence de circulateurs dimensionnés à partir d'un matériau à la rémanence possédant un champ interne Hi de 0,3T a été réalisée sans charge adaptée sur le troisième port, et montre une réflexion de l'ordre de -15dB, avec des paramètres de transmission de l'ordre de -6dB, correspondant à des pertes d'insertion de -1,4dB. Le phénomène de circulation est difficilement observable dans nos conditions de mesure. Il s'agira prochainement de faire le lien entre caractérisation et simulation, en effectuant la simulation du comportement d'un tel design avec un troisième port « en l'air ». Des standards (Thru, Line et Lignes coudées) fabriqués sur des substrats alumine et couche de ferrite (sur alumine) ont été caractérisés, afin d'évaluer précisément la contribution des accès coudés et du ferrite en termes de pertes. Des améliorations sont ainsi apportées aux structures.

6.6 Micro-inductances fabriquées

6.6.1 Dimensionnement

Avant de passer aux différentes étapes technologiques, une étude par simulation a été nécessaire. Dès le départ, la forme imposée a été la micro-inductance sous une forme spirale (Figure 33), la fréquence de travail étant inférieure à 2GHz.

Dans un premier temps seul le conducteur est présent. Les deux paramètres observés sont la valeur de l'inductance et le facteur de qualité. Ainsi, pour la constitution des spires, plus le matériau est conducteur et meilleur est le facteur de qualité. Notons que cette remarque est valable sur la plage de fréquence étudiée, en effet les effets de peau et de proximité sont encore faibles dans cette gamme. Par contre la valeur de l'inductance ne dépend pas du matériau conducteur. L'épaisseur du conducteur est un paramètre géométrique apporte une amélioration du facteur de qualité (à 2GHz) et une très légère baisse de l'inductance.

Concernant l'influence du nombre de spires : l'inductance augmente avec le nombre de spires. Le facteur de qualité (à 2GHz) lui reste à peu près constant. L'amélioration de Q est

limitée par le conflit entre l'augmentation du nombre de spires et l’augmentation de la résistivité de l’inductance avec la longueur du conducteur. Concernant l'augmentation de L, celle ci n'est pas linéaire car les spires n'ont pas la même taille.

Des simulations sur le rapprochement des spires, la largeur du conducteur pour des surfaces du composants équivalentes ont aussi été réalisés. Un effet de proximité est alors noté ce qui correspond à une augmentation de la résistivité et une diminution du facteur de qualité.

La plage de fréquences d’utilisation des inductances se situe entre 10MHz et 1GHz environ. Une couche mince magnétique est alors insérée dans ces dispositifs. Contrairement aux autres applications hyperfréquences décrites pour lesquelles le matériau magnétique est saturé (utilisation du phénomène de gyrorésonance), les inductances fonctionnent dans le domaine linéaire. Différentes configurations ont été testées, d'une configuration très simple (couche magnétique recouverte de spires conductrices) à des configurations plus complexes (spires conductrices prises en "sandwich dans des couches magnétiques). Naturellement, la présence de matériau magnétique améliore la valeur de l'inductance et le facteur de qualité. Il sera nécessaire de trouver un compromis entre les performances et les difficultés technologiques. Enfin la liaison entre une extrémité de l'inductance et le port de mesure est réalisé par un "bonding" (

Figure 48).

Une étude concernant l'épaisseur de la couche de ferrite a aussi été réalisée.

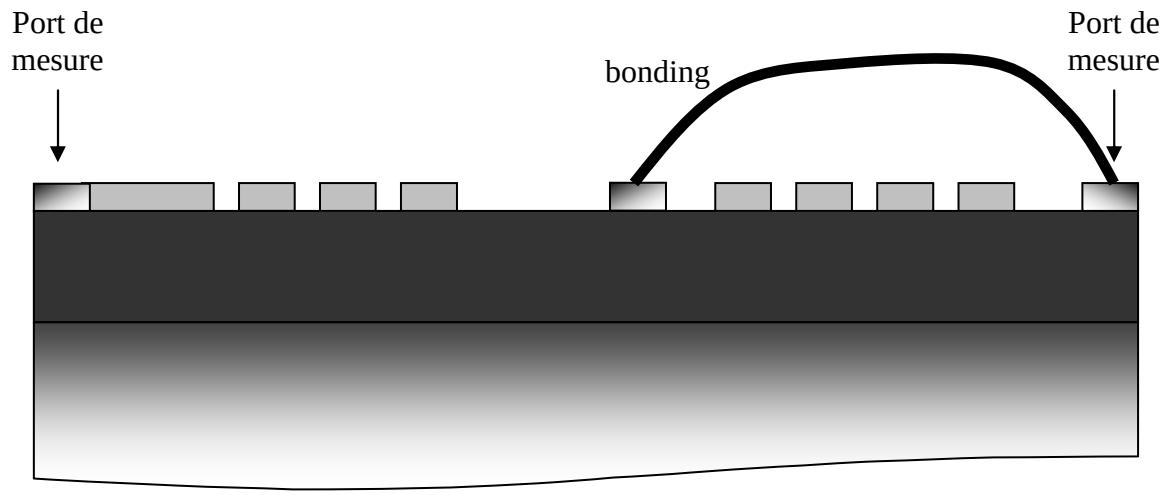


Figure 48 : Schéma d'une micro-inductance avec "bonding"

Les micro-inductances réalisées (Figure 49) sont ensuite caractérisées.

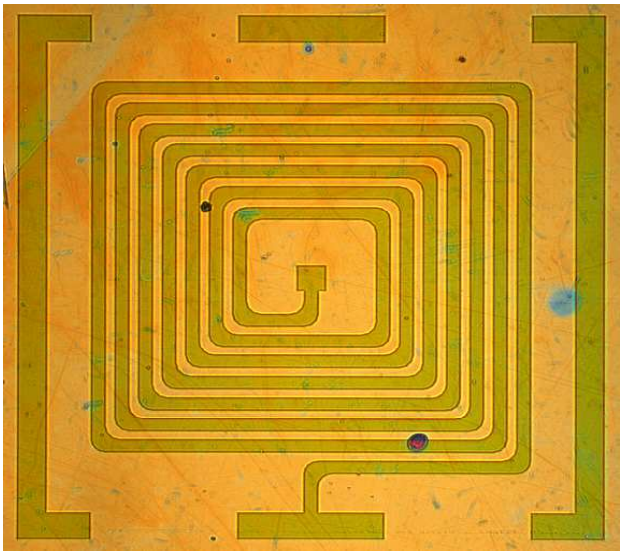


Figure 49 : Micrographie d'une micro-inductance

6.6.2 Caractérisation hyperfréquence des micro-inductances

A l'aide d'un analyseur de vectoriel de réseau et d'un testeur sous pointe, les premières caractérisations seront programmées pour le printemps 2008.

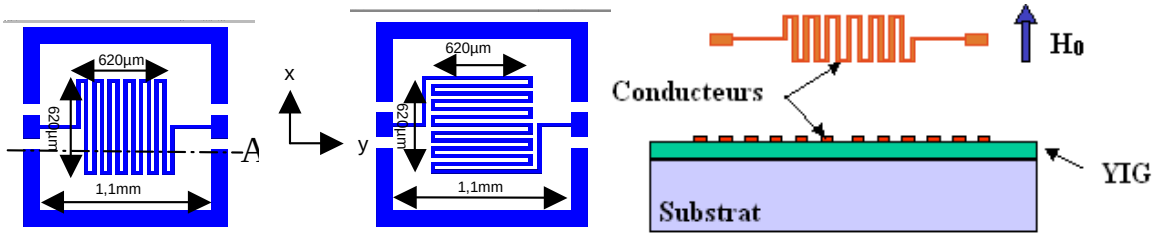
6.7 Micro-résonateurs fabriqués

6.7.1 Dimensionnement

Dans ce type de composant, la résonance de la perméabilité est à la base du fonctionnement physique, par conséquent c'est elle qui est exploitée. Les caractéristiques du matériau magnétique comme l'aimantation spontanée et la largeur de résonance magnétique sont donc très importantes. Par contre il a été remarqué un phénomène de résonance dimensionnelle couplée à la résonance magnétique liée au matériau.

Toujours dans un souci d'optimisation et de compréhension, des simulations ont montré la possibilité d'obtenir des performances acceptables pour la réalisation de micro-résonateur. Celles-ci sont de 20 dB d'atténuation pour un facteur de qualité de 1000 avec une épaisseur de couche magnétique réaliste (10 µm). Le matériau utilisé est dans ce cas du YIG.

Une grande partie des pertes est initiée par les conducteurs. Ainsi une section de conducteur, de forme rectangulaire, de l'ordre de $10\mu m^2$ est le meilleur compromis pour de bons résultats. La géométrie de micro-résonateurs développée (Figure 50) comporte 6 périodes de 100µm. La largeur des pistes de conducteur est de 20µm. Les plans de masse de largeur 100 µm sont distants de 240µm du serpentin,l'espace entre spires est de 30µm.



(a) (b)

Figure 50 : Géométrie des micro-résonateurs : (a) vue du dessus, (b) vue selon une coupe A.

Les micro-résonateurs ont été réalisés, avec comme conducteur de l'or sur des substrats d'alumine (Figure 51). Deux types de démonstrateurs ont été testés : une configuration longitudinale et une configuration transversale. Le champ appliqué est orienté selon les deux directions possibles.

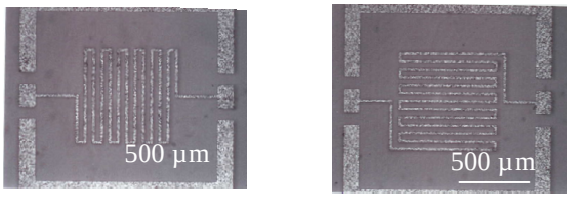


Figure 51 : Micrographie optique de micro-résonateurs.

6.7.2 Caractérisation hyperfréquence des micro-résonateurs

Ces dispositifs de type serpentin ont été caractérisés jusqu'à 10GHz (Figure 52). Lorsque le champ de polarisation est appliqué selon la direction x, l'atténuation est plus prononcée que lorsqu'il est appliqué selon y. De plus, l'atténuation est plus importante pour des épaisseurs de YIG plus importantes. Le serpentin "longitudinal" présente des caractéristiques plus intéressantes que la configuration "transversale". La fréquence d'absorption dépend du matériau et du champ de polarisation appliqué. La largeur du pic d'absorption est liée au facteur d'amortissement. Les valeurs des ΔH sont comprises entre 10 et 100 Oe et ne sont pas inhabituelles pour un matériau polycristallin, ce qui est le cas des couches déposées.

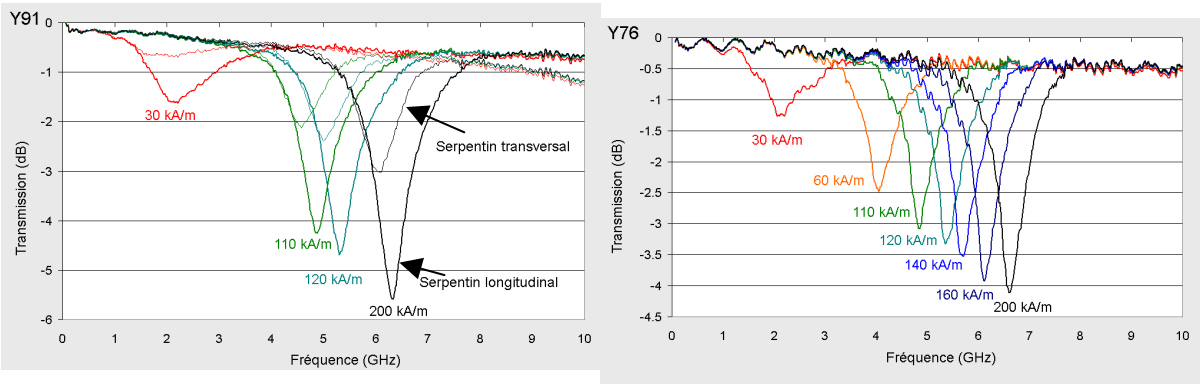


Figure 52 : Paramètre de transmission S_{21} en fonction de la fréquence (a) pour les 2 types de serpentins avec une épaisseur de YIG de 3.3µm, (b) avec un champ de polarisation variable en configuration MSSW (épaisseur YIG de 1.8µm)

La fonctionnalité de la géométrie de résonateurs choisie en forme de serpentin en termes de filtre réjecteur et d'agilité en fréquence est confirmée par les mesures expérimentales effectuées sur les premiers types de dispositifs. Afin d'améliorer quantitativement les performances, une seconde géométrie de résonateurs en forme de serpentins est actuellement en cours de développement pour laquelle certains paramètres géométriques sont modifiés : les plans de masse sont rapprochés du serpentin pour augmenter le guidage de l'onde et diminuer les pertes (30µm entre les plans et le du serpentin). Ce démonstrateur comprend 7 périodes de 320µm avec une largeur des pistes de conducteur de 10µm et 20µm. La longueur d'une spire est pour sa part réduite à 300µm.

6.8 Conclusion et perspectives

A partir des différentes simulations, le dimensionnement des composants coplanaires intégrés est réalisé. Chaque composant comporte une couche de ferrite qui selon les types sera du YIG ou du BaM. Les dispositifs suivent le même parcours d'étude : simulation pour optimiser les paramètres géométriques et comprendre les phénomènes physiques mis en jeu, dépôt de couches de matériau magnétique et dépôt de couches conductrices (pour ces deux étapes une ou plusieurs photolithographies sont nécessaires) et enfin la caractérisation des composants dans le domaine des hyperfréquences.

Pour chacun des composants, la faisabilité a été démontrée, par contre les performances ne sont pas toujours à la hauteur des simulations réalisées. Dans les simulations, les matériaux sont souvent modélisés avec les paramètres du matériau massif. Les propriétés en couches minces de ces matériaux peuvent être un peu différentes. Par exemple le ΔH des

couches minces de YIG est supérieur à celui obtenus pour du YIG massif. Les performances des dispositifs sont très sensibles aux paramètres géométriques et aux qualités intrinsèques du matériau. Les paramètres géométriques des démonstrateurs sont directement liés aux propriétés des couches (magnétique, cristallographique, géométrique), le moindre paramètre évoluant, comme l'épaisseur de la couche, entraîne une modification de la structure du dispositif.

Pour l'avancement de l'étude, il est par conséquent nécessaire de réaliser une "rétro-action" qui permet de réajuster les paramètres de la modélisation.

L'aspect "matériau" des couches minces est relativement bien maîtrisé. Mais des améliorations sont possibles, outre la tenue mécanique, la structure des films devrait augmenter de façon significative les performances des composants. Actuellement la structure est polycristalline, c'est à dire constituée de cristaux d'orientation aléatoire. Si les films étaient texturés ou avec une orientation préférentielle, les effets non réciproques seraient bien supérieurs à ceux mesurés, reste à obtenir ce type de structure…

La caractérisation dans la gamme 1-65GHz de couches minces est maintenant bien maîtrisée au laboratoire. Ce point est à souligner quant à la difficulté de mesurer des signaux faibles sur des structures de dimensions millimétriques, voir micrométriques.

7 CONCLUSION SUR LES DEPÔTS MAGNETIQUES

La recherche sur la réalisation de composants passifs dans le domaine des hyperfréquences, comme les circulateurs, isolateurs, micro-inductances et micro-résonateurs impose une réduction de taille de ces composants. L'obtention de dispositifs passe par le dépôt de couches minces de matériaux magnétiques de type ferrite. Deux ferrites sont étudiés : le Grenat de Fer et d'Yttrium (YIG) et l'Hexaferrite de Baryum (BaM). L'étude pour le premier est moins avancée que pour le second. Ces matériaux sont déposés par pulvérisation cathodique RF. Le travail en collaboration avec différents laboratoires de la région Rhône-Alpes s'est décomposé en trois phases :

- Une phase de simulation : optimisation des paramètres géométriques du circulateur,
- Une phase d'élaboration et d'études de couches minces magnétiques,
- Et une phase de réalisation de démonstrateurs.

Un composant ne peut-être réalisé sans une grande maîtrise de l'élaboration des couches minces. Celles-ci doivent être adhérentes, homogènes, reproductibles et avoir un bon état de surface. Les films minces doivent présenter des propriétés magnétiques quasiment identiques à celles du matériau massif correspondant. Afin de vérifier ce dernier point, les couches minces doivent être cristallisées dans une structure correspondante au matériau massif magnétique.

Pour les deux matériaux élaborés ces différentes exigences sur les qualités mécaniques, structurelles et magnétiques sont obtenues pour des épaisseurs de quelques µm (8µm pour le YIG et 10-15µm pour le BaM). Par contre au-delà de ces épaisseurs la tenue mécanique est beaucoup plus aléatoire, même si les propriétés magnétiques et structurelles ne changent pas.

Les dispositifs non réciproques visés ont leurs effets qui augmentent avec l'épaisseur du film magnétique déposé et avec l'optimisation des caractéristiques géométriques du circulateur. Actuellement, ce problème de tenue mécanique ralentit l'avancée du projet.

De nouvelles études sur une machine acquise récemment devraient permettre trois nouvelles voies d'investigation : le traitement thermique pendant le dépôt, la pulvérisation réactive (avec de l'oxygène) et le décapage avant le dépôt. Ces paramètres d'élaboration devraient permettre l'amélioration des propriétés des couches. Le premier est un apport

d’énergie pendant le dépôt qui augmente l’énergie des adatomes et par conséquent leur mobilité. L’arrangement cristallin pourrait être amélioré pour obtenir une orientation préférentielle. Par contre, actuellement nous ne savons pas si cet apport énergétique aura des conséquences significatives pour des épaisseurs importantes.

Le second paramètre est l'apport de l'oxygène pendant le dépôt. Bien que les couches déposées soient proches de la stœchiométrie, l'apport en faible quantité d'oxygène peut améliorer la qualité des couches en évitant d'avoir des joints de grains sous stœchiométriques.

Le troisième paramètre est le décapage (ou etching) du substrat. L’objectif est de nettoyer de façon mécanique le substrat et de créer quelques défauts afin d’augmenter l’adhérence de la couche.

Les premiers résultats obtenus montrent la faisabilité de l’obtention de couches magnétiques d’épaisseur comprises entre 1 et quelques microns, de la réalisation de dispositifs RF et de leur caractérisation RF. Par contre, l’amélioration des propriétés mécaniques des couches magnétiques (adhérence), des caractéristiques structurales des films, des paramètres géométriques des composants (optimisation en fonction de propriétés magnétiques réelles des couches minces) et des conditions de caractérisations (charge adaptée à 50Ω) constitue la suite logique de ce travail.

Enfin je terminerai en précisant que peu de laboratoires français se sont lancés dans le domaine de couches magnétiques de quelques micromètres d'épaisseur.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Le dépôt de couches minces m'a permis de développer de nombreuses compétences transversales : d'un point de vue "techniques d'élaboration" (sol-gel, évaporation, pulvérisations DC et RF) ou du point de vue "techniques de caractérisation" (structurale, morphologique, mécanique, électrique, optique ou encore hyperfréquence). Pour les couches minces d'oxyde d'étain, d'hexaferrite de baryum et de grenat de fer et d'yttrium, notre expérience initiale était très limitée, et nous avons du mettre au point les protocoles d'élaboration. Les résultats pour ces trois matériaux sont positifs. Les propriétés de ces matériaux sont proches des cahiers des charges fixés au début des différents projets. Ces études très centrées sur l'élaboration de matériaux pour l'électronique et l'optique m'ont permis aussi de sortir de l'aspect "matériau" pour un aspect beaucoup plus applicatif : les composants.

La réalisation et la caractérisation de composants magnétiques pour l'optique ou les hyperfréquences sont les activités principales du laboratoire. Un enjeu technologique important pour les différents composants passifs développés au laboratoire concerne leur intégration. Dans le cas des composants passifs non réciproques, une des difficultés est la

polarisation magnétique continue de la couche de ferrite. Les matériaux présentant une grande anisotropie magnétocristalline permettraient de s'affranchir de polarisation extérieure. L'Hexaferrite de Baryum est justement un candidat pour s'affranchir du champ polarisant. Ce matériau orienté a une fréquence de résonance gyromagnétique très élevée. L'enjeu est donc d'être capable d'orienter les cristallites pendant l'élaboration.

Les différentes études sur les prototypes à base de couches minces magnétiques ont montré une certaine faisabilité. Naturellement l'amélioration des caractéristiques des démonstrateurs est l'objectif majeur de ces prochaines années. **Cette amélioration ne pourra avoir lieu qu'à partir du moment où l'élaboration du matériau sera bien maîtrisée. Les possibilités d'amélioration sont multiples selon si on conserve comme technique de dépôt la pulvérisation RF ou si on s'oriente vers une autre technique d'élaboration. Naturellement, d'autres matériaux peuvent être étudiés.**

- ✓ **Pulvérisation RF**

En poursuivant le travail déjà réalisé, l'objectif premier est donc d'améliorer les qualités des couches minces de YIG déposées. Cette remarque est valable aussi pour le BaM. **Des épaisseurs plus importantes sont nécessaires** pour certains composants (micro-inductances, circulateurs etc…), tout en gardant des qualités mécanique intéressantes. Actuellement une voie est à l'étude : déposer le matériau sur des substrats ayant une rugosité plus importante. Les premiers résultats montrent que les couches de YIG sont plus adhérentes sur des substrats d'alumine de rugosité de 30 à 100nm, au lieu des 4 à 6nm du substrat initial.

La nature cristalline du matériau magnétique a une influence directe sur la largeur du pic d'atténuation dans le domaine des hyperfréquences. Afin de réduire cette largeur, il est nécessaire de s'approcher d'une structure monocristalline. Pour le YIG, cet objectif est habituellement atteint par l'utilisation d'un substrat particulier (GGG) qui ne présente malheureusement pas beaucoup d'intérêt en micro-ondes. Dans le cas de substrats tels que l'alumine ou le silicium, ce sont les paramètres de dépôt et les conditions de recuit thermique qui peuvent apporter une amélioration des résultats. Les mêmes remarques peuvent être posées concernant les contraintes dans les couches.

Pour le BaM, l'objectif clairement définit est d'obtenir une orientation préférentielle des couches minces avec l'axe 'c' perpendiculaire à la surface du film pour les composants fonctionnant à la résonance (circulateur) ou parallèle à la surface pour les composants non réciproques (ligne coplanaire). Cette structure cristallographique "texturée" n'est actuellement pas obtenue.

Pour l'amélioration des deux matériaux élaborés au DIOM, différentes pistes communes sont en cours d'études comme l'élaboration de la couche sous apport thermique pendant le dépôt. Un **chauffage in-situ** du substrat devrait permettre d'obtenir une meilleure orientation cristallographique, car l'énergie thermique influence directement la mobilité des atomes. Ainsi un meilleur arrangement cristallographique [Thornton, 1974] et une orientation des grains suivant les axes (00*l*) sont possibles. D'après Morisako [Morisako, 1999], une température minimum de 525°C, permettrait d'obtenir une cristallisation partielle des couches sans utiliser un traitement thermique post dépôt. Des essais ont été réalisés jusqu'à 500°C, mais à cette température, les couches d'hexaferrite de baryum ne sont pas cristallisées [Capraro, 2004a], par contre, une diminution de la vitesse de dépôt a été notée. Un traitement thermique pouvant atteindre 600°C (800°C au niveau de la plaque chauffante) est maintenant disponible dans une des machines du laboratoire. Les premiers résultats devraient arriver rapidement.

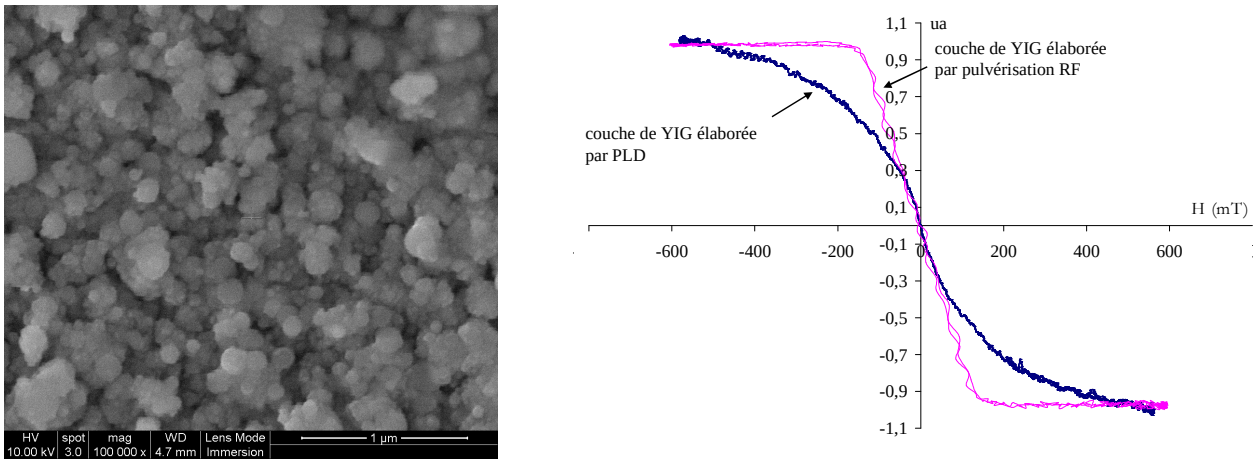
Une autre évolution technique est disponible depuis peu au laboratoire : la pulvérisation RF réactive. Pendant le dépôt, de l'**oxygène** est introduit et devrait permettre l'amélioration des couches. La stœchiométrie des couches de BaM s'améliore après traitement thermique sous air. De même la stœchiométrie du YIG est à la limite de la résolution de la technique de caractérisation. On peut ainsi espérer que si l'apport d'oxygène est réalisé pendant le dépôt, les couches auraient moins de contraintes intrinsèques et donc leur tenue mécanique seraient accrues.

- ✓ **Autres techniques de dépôts**

La stratégie du DIOM : simulation, élaboration et caractérisations de composants utilisant des matériaux magnétiques, sera conservée encore quelques années. Cet objectif s'applique dans le domaine des hyperfréquences et de la magnéto-optique. Etant concerné et impliqué directement dans l'étape « élaboration », il est évident que je ne peux me cantonner au dépôt de couches minces par pulvérisation RF. Différentes techniques sont envisageables comme la PLD (Pulsed Laser Deposition) ou les différentes techniques classées dans les voies "humides" (Sol-Gel).

Une des voies possibles pour améliorer la cristallisation et la tenue mécanique des couches minces magnétiques est de se tourner vers une autre technique d'élaboration. Les travaux publiés par le groupe « procédés laser ultrabref » du Laboratoire Hubert Curien sur la période 2002-2006 [Benchikh, 2005, Loir, 2004] démontrent que le procédé **PLD** femtoseconde présente plusieurs avantages majeurs pour synthétiser des couches minces

fonctionnelles de composition complexe : procédé n'induisant aucune élévation significative de la température du substrat au cours de dépôt, compositions des couches généralement proches des compositions des cibles ablatées, possibilité d'ajuster les compositions « à la carte » par co-ablation multicible. Une collaboration a commencé et a permis d'obtenir un projet BQR de l'Université Jean Monnet, un projet "CIBLE" a été déposé auprès de la région Rhône-Alpes cette année. Cette collaboration continue et est actuellement en pleine expansion avec d'autres laboratoires Rhône-Alpins. Les premiers essais portent sur des couches de YIG. Les premiers résultats sont encourageants : les dépôts réalisés sont adhérents et homogènes (Figure 53a). Sans aucun traitement thermique post-dépôt, deux échantillons obtenus à des fluences faibles (2,8J.cm^{-2}), avec une pression partielle d'O_2 très faible (<10^{-6}mbar) et avec des températures in-situ de 500 et 750°C présentent un signal magnétique lorsque ces échantillons ont été analysés par la méthode "configuration Kerr" (Figure 53b). Le cycle est caractéristique d'un matériau "doux". Par contre, il reste encore à améliorer la qualité de ces couches, car comme le montre la Figure 53b le cycle d'hystérésis obtenu sur des films élaborés par PLD ne présente pas encore un cycle typique de YIG [Chatelon, 2008].



(a) *(b)*

Figure 53 : (a) Image MEB de couche mince de YIG déposée par PLD (b) Cycle d'hystérésis obtenu par effet Kerr pour des couches de YIG élaborées par PLD et par pulvérisation RF

Afin d'élargir les compétences du laboratoire, l'introduction de nanoparticules dans des matrices inertes fait déjà l'objet de prochaines études. Dans les **techniques humides, le sol-gel** est une des voies possibles, mais toutes les méthodes chimiques peuvent apporter une solution supplémentaire. Par exemple, des nanoparticules de ferrite de cobalt peuvent ainsi

être incorporées dans une matrice sol-gel de silice. L'idée serait de déposer ces particules sous champ afin d'obtenir une orientation cristalline préférentielle. Ce matériau possède une anisotropie magnétocristalline importante. Selon la taille et l'orientation des grains, les cycles d'hystérésis obtenus sous configuration Kerr sont plus ou moins larges (augmentation du champ coercitif avec les tailles de grains plus petites) ou "redressés" (lié à l'orientation) [Choueikani 2008].

Le laboratoire a organisé en septembre 2007 une université Européenne d'été et obtenu un programme PIM2007 intitulé 'Nanomatériaux magnétiques et applications pour l'optique'. Un programme [ESF, 2008] sur les matériaux fonctionnels pour l'optique et les hyperfréquences à base de nanoparticules magnétiques a été présenté en 2008. L'objectif est le développement de composants et dispositifs de télécommunications nouvelle génération. De multiples collaborations internationales (Hongrie, Allemagne, Israël etc...) se sont mises en place dernièrement afin de développer ces objectifs.

Les développements futurs des nanomatériaux magnétiques et de leurs applications dans le domaine de l'optique et des télécommunications est un objectif clé. Dans le domaine des nanotechnologies, les nanoparticules magnétiques jouent et joueront dans les prochaines années un rôle important. Ainsi, on peut trouver ou espérer avoir des nanoparticules magnétiques dans des liquides, des matrices sol-gel ou encore des polymères. Ces derniers sont nommés 'matériaux dopés par des nanoparticules' magnétiques et peuvent se retrouver sous forme de couches minces ou de monolithes. L'intérêt est triple : obtention de couches épaisses (jusqu'à 200µm), procédé 'à froid' et texturation des nanoparticules magnétiques.

Afin d'obtenir un effet de forme important (longueur/diamètre), des nanotubes ou nanofils dans des couches minces constituées d'une matrice inerte du point de vue magnétique pourrait accueillir des particules magnétiques. Les dimensions de ces nanotubes imposeraient de fortes propriétés magnétiques [Darques, 2008].

Cette présentation de nouveaux axes de recherche ne veut pas dire que je vais me lancer dans de nouvelles techniques d'élaboration de matériaux, mais plutôt de jouer l'interface entre des laboratoires spécialistes de ces techniques et les collègues spécialistes de caractérisations optiques ou micro-ondes. Ce rôle est fondé sur mes compétences acquises au cours de ces années : sol-gel, pulvérisation, matériaux magnétiques, et technologie des composants (photolithographie, etc...).

- ✓ **Autres matériaux**

D’autres voies sont à l’étude au laboratoire. Rappelons que l’objectif est de miniaturiser des composants existants en réalisant des couches minces en lieu et place de matériaux massifs. Les investigations peuvent se poursuivre sur d'autres types de ferrite à structure hexagonale tels que le BaM substitué avec des ions Al^{3+}, Ga^{3+} ou Cr^{3+} (en remplacement des ions Fe^{3+}) ou encore des ferrites de Strontium substitué ou non. Ces matériaux présentent une anisotropie magnétocristalline supérieure au BaM élaboré au laboratoire. L'aimantation à saturation est également plus importante pour ces matériaux. La difficulté du développement de ces nouveaux ferrites, pour le laboratoire, est le risque de passer un temps très important dans une étude typiquement "développement matériaux".

Pour terminer, les exigences des différents composants, qu'ils soient dans le domaine de la magnéto-optique ou des hyperfréquences sont bien précisées.

Les composants visés dans le domaine **magnéto-optique** sont basés sur les composants d'optique intégrée non-réciproques, comme les isolateurs ou les circulateurs. Actuellement des composants sont réalisés avec du YIG massif, mais le passage à l’optoélectronique ou aux circuits intégrés pour la photonique n’est pas possible pour des couches minces de YIG en raison de fissures présentes. Dans ce domaine les épaisseurs nécessaires ne sont pas importantes. Par contre la matrice qui accueillera les nanoparticules ne devra pas avoir de fissures, avoir un minimum de contraintes, de biréfringences et d'absorption à la longueur d’onde de travail (633 à 1500nm).

Les composants du domaine des **hyperfréquences** sont toujours centrés sur les circulateurs, isolateurs, micro-inductances et micro-résonateurs. Des points exigés sont communs aux différentes applications :

- La réalisation de matériaux composites comportant des nanoparticules favoriseront des monodomaines magnétiques : moment magnétique orienté dans le même sens.
- La concentration des particules doit être le plus élevée possible (>10%).

- Il est à noter que le facteur de perte doit être le plus faible possible, par conséquent le rôle de la matrice doit être quasi inexistant, la matrice peut-être diélectrique.
- Le matériau sera recouvert par des couches conductrices, il est par conséquent nécessaire d'une bonne compatibilité entre le matériau et ses nanoparticules, et la couche conductrice.
- Les dépôts seront réalisés sur substrats d'alumine, substrat compatible avec les hyperfréquences.
- Selon les fréquences de travail des nanoparticules de YIG ou de BaM peuvent être utilisées. D'autres matériaux utilisables dans le domaine des hyperfréquences pourront être incorporés.
- Pour les micro-inductances et les circulateurs les épaisseurs peuvent atteindre 200µm. Pour les micro-résonateurs, des épaisseurs plus faibles sont suffisantes (environ 10µm).
- Absence de conductivité électrique de la matrice.

Je soulignerais que pour la majorité des applications, le point le plus important est l'orientation des moments magnétiques dans le film magnétique. Rappelons que dans le cas de matériaux texturés, les effets non réciproques seront plus importants. Si la taille des nanoparticules peut-être contrôlée, la sélectivité à la résonance s'en trouvera améliorée : le ΔH (facteur d'amortissement) étant plus faible pour de grosses particules.

Ces nouvelles voies de recherche, ne peuvent se faire seul et les choix finaux ne se feront qu'après une grande concertation avec les différents collègues du laboratoire. N'oublions pas que ce travail est le fruit d'une collaboration d'une équipe …

REFERENCES DE LA SYNTHESE

[Adam, 1995] J.D. Adam, H. Buhay, M.R. Daniel, M.C. Driver, G.W. Eldridge, M.H. Hanes, R.L. Messham, *Monolithic integration of an X-band circulator with GaAs MMICs*, IEEE MTT-S Digest, 1995, pp. 97-98.

[Agius, 1990] B. Agius, M. Froment, “Surfaces interfaces et films minces, observation et analyse”, Bordas, Paris, 1990

[Bayard, 2000] B. Bayard, Thèse de doctorat, Université Jean Monnet, Saint Etienne, “Contribution au développement de composants passifs magnétiques pour l’électronique hyperfréquence”, 2000

[Bayard, 2004] B. Bayard, B. Sauviac, D. Vincent, "Encyclopedia of RF and Microwave Engineering (vol 2): Ferrite Isolators", editeurs : Kai CHANG, edition : John Wiley & sons, pp. 1473-1486, 2005

[Benchikh, 2005] N. Benchikh, Thèse de doctorat Université de Saint-Etienne, 2005

[Bènevent, 2005] E. Bènevent, D. Vincent, B. Bayard, V. Larrey, A. Madelaine, Etude comparative du modèle analytique du circulateur stripline à jonction Y et de le simulation électromagnétique 3D sous Ansoft HFSS, JNM 2005.

[Bènevent, 2006] E. Bènevent, Contribution à l’étude et à la réalisation d’un circulateur hyperfréquence à couche magnétique dans la bande 40-50 GHz, Thèse de Doctorat, Université Jean Monnet de Saint-Etienne, 27 octobre 2006, 142p.

[Bertaut, 1956] F. Bertaut, F. Forrat. « structure des ferrites ferrimagnétiques des terres rares ». C.R. Acad. Sci, 242, p. 382-384, 1956.

[Blaise, 1990] G. Blaise, “Eléments de choix d’une méthode de microanalyse – Analyse de surfaces et de couches minces”, Techniques de l’ingénieur, vol. P5, Art. P3795, pp. 3-4, 1990

[Bosma, 1964] H. Bosma, On stripline Y-circulation at UHF, IEEE Microwave Theory Tech., MTT-12 (1964), 61-72.

[Boudiar 2004a] T. Boudiar, S. Capraro, T. Rouiller, M. F. Blanc- Mignon, B. Payet- Gervy, M. Le Berre, J. J. Rousseau, YIG thin films for magneto-optical and microwave applications, Physica Status Solidi (c) 1, 3347-3351 (2004).

[Boudiar 2004b] T. Boudiar, "Elaboration de couches minces YIG par pulvérisation cathodique RF pour des applications dans les domaines optique et hyperfréquence.", Thèse de Doctorat, Université Jean Monnet de Saint-Etienne, 22 octobre, 2004

[Cahn, 1994] R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer, “Characterization of materials, Part II”, Materials Science and technology, vol. 23, Weinheim: VCH Verlagsgesellschaft, 1994

[Capraro, 2003] S. Capraro, J.P. Chatelon, H. Joisten, M. Le Berre, B. Bayard, D. Barbier, J.J. Rousseau, “Magnetic properties of sputtered barium ferrite thick films”, J. Appl. Phys., vol.93, pp. 9898-9901, 2003

[Capraro, 2004a] S. Capraro, Thèse de doctorat, Université Jean Monnet, Saint-Etienne, "Contribution au développement d’un isolateur coplanaire passif en couche mince magnétique", 2004

[Capraro, 2004b] S. Capraro, T. Boudiar, T. Rouiller, J.P. Chatelon, B. Bayard, M. Le Berre, B. Payet-Gervy, M.F. Blanc-Mignon and J.J. Rousseau, "Exploration of thin YIG film-based coplanar isolator", Microwave and Optical Technology Letters, vol. 42, N° 6, pp. 470-471, 2004.

[Capraro, 2004c] S. Capraro, J.P. Chatelon, M. Le Berre, H. Joisten, T. Rouiller, B. Bayard, D. Barbier, J.J. Rousseau, Barium ferrite thick films for microwave applications, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 272–276 (2004) e1805–e1806.

[Chatelon, 2008] J.P. Chatelon, D. Jamon, F. Garrelie, A.S. Loir, C. Donnet, C. Guerret-Piecourt, S. Valette, M. Le Berre, "Dépôt de couches minces de YIG par ablation laser femtoseconde", 10èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux (JCMM 2008) Limoges, 2 au 4 avril 2008.

[Chevrier, 1990] F. Chevrier, M. Artinian, H. Le Gall. IEEE Trans.Magn, Vol 26, n°5, p. 1474-1476, 1990.

[Choi, 1998] D.Y. Choi, S.J. Chung. J. Crystal Growth, 191, p. 754-759, 1998.

[Choueikani 2008] F. Choueikani 2008], Thèse de Doctorat, Université Jean Monnet de Saint-Etienne, 28 mai 2008

[Clerjon, 1999] S. Clerjon, B. Bayard, D. Vincent, and G. Noyel. X-band characterization of anisotropic magnetic materials: application to ferrofluids. IEEE Transactions on Magnetism, 35(1), pp.568-572, January 1999.

[Courtois, 1975] L. Courtois, M. DeVecchis. IEEE Trans. Microwave Theory Tech,23, p. 511, 1975.

[Darques, 2008] M. Darques, J. De La Torr Medina, L. Piraux, J. Spiegel et I. Huynen, "Nanofils ferromagnétiques pour des dispositifs micro-onde", 10èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux (JCMM 2008) Limoges, 2 au 4 avril 2008.

[Dehlinger, 2006a] A-S Dehlinger, M. Le Berre, V. Larrey, D. Givord, E. Bènevent, D. Vincent, J-P Chatelon, J-J Rousseau, Développement de circulateurs à base de couches minces d'oxyde magnétique ($BaFe_{12}O_{19}$) pour applications HF, Matériaux 2006, Dijon, 13-17 novembre 2006.

[Dehlinger, 2006b] A-S Dehlinger, M. Le Berre, V. Larrey, E. Bènevent, D. Vincent, D. Givord, J.J. Rousseau, Towards the integration of barium ferrite sputtered films for coplanar isolators and circulators in the millimeter wave range, MRS Fall meeting 2006, Boston, 27 November-1st December 2006.

[Dow, 1989] G.S. Dow, T.N. Ton, K. Nakano, "Q-Band coplanar waveguide amplifier", IEEE MTT-S Int. Microwave Symp. Dig., vol. 2, pp. 809-812, 1989

[ESF, 2008] Programme ESF (European Science Foundation) : "Magsoma" Magneto-responsive soft matter – Tuninproperties to applications, déposé en 2008 par J.J. Rousseau, F. Royer et D. Jamon

[Gamet, 2005] E. Gamet, J.P. Chatelon, T. Rouiller, B. Bayard, G. Noyel and J.J. Rousseau, "Simulation of the contribution of magnetic films on planar inductors characteristics", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 288 (2005) 121-129

[Geller, 1957] S. Geller, M.A. Gilleo. « The crystal structure and ferrimagnetism of yttrium iron garnet, Y3Fe2(FeO4)3 ». J. Phys. Chem. Solids, Vol. 3, p. 30-36, 1957.

[Glass, 1974] H.L. Glass, M.T. Elliot. J. Crystal Growth 27, p. 253, 1974.

[Guennou, 2007] A. Guennou, Thèse de doctorat, Université de Bretagne Occidentale, Brest, "Etude magnétostatique et électromagnétique de circulateurs miniatures pour les modules actifs émission/réception des systèmes de télécommunications.", 2007

[Harrison, 1971] G.R. Harrison, G.H. Robinson, B.R. Savage, D.R. Taft, “Ferimagnetic parts for microwave integrated circuits”, IEEE Trans. Microwave Theory Tech., vol. 19, pp. 577-588, 1971

[Higuchi, 2001] S. Higuchi, K. Ueda, F. Yahiro, Y. Nakata, H. Uetsuhara, T. Okada, M. Maeda. IEEE Trans.Magn, Vol 37, n°4, p. 2451-2453, 2001.

[Hines, 1971] M.E. Hines, “Reciprocal and nonreciprocal modes of propagation in ferrite stripline and microstrip devices”, IEEE Trans. MTT, vol. 19, pp. 442-451, 1971

[How, 1998] H. How, S.A. Oliver, S.W. McKnight, P.M. Zavracky, N.E. McGruer, C. Vittoria, R. Schmidt, Theory and experiment of thin-film junction circulator, IEEE Trans. Microwave Theory Tech., Vol. 46, N°11, Nov. 1998, pp. 1645-1653.

[Huang, 1995] F. Huang, J.J. Wolfgang, T.M. Le, D.N. Lambeth, D.D. Stancil, “Oxygen pressure dependance of laser deposited barium ferrite on LCC(111)”, IEEE Trans. Magn., vol. 31, pp. 3826-3828, 1995

[Ibrahim 2000] N. B. Ibrahim, C. Edwards, S. B. Palmer, Pulsed laser ablation deposition of yttrium iron garnet and cerium-substituted YIG films, J. Magn. Magn. Mater. 220, 183-187, 2000.

[Jang, 2001] P.W. Jang, J.Y. Kim. IEEE Trans.Magn. Vol 37, n°4, p. 2438-2440, 2001.

[Joy, 1992] D.C. Joy, “Chap.3 : Scanning Electron Microscopy in Materials Science and Technology – A Comprehensive treatment”, Ed. By R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer, vol. 2A, Weinheim, New York, Basel, Cambridge, VCH, 1992

[Kamansanan, 1991] M. N. Kamansanan, S. Chandra, P. C. Joshi, and A. Mansingh, “Structural and optical properties of sol-gel processed BaTiO3 ferroelectric thin films,” Appl. Phys. Lett., vol. 59, pp. 3547-3549, 1991

[Klug, 1954] H.G. Klug, “X-ray diffraction procedures”, New-York: John: Wiley and Sons, 1954

[Landolt, 1978] Landolt-Börnstein. « Numerical data and functional relationships in science and garnets technology », v.12 « Magnetic and other properties of oxides and related compounds and perovskites », K.-H. Hellwege (ed.), Springer-Verlag Berlin, p. 500, 1978.

[Lee, 1992] R.Q. Lee, R.N. Simons, “Coplanar waveguide aperture-coupled microstrip patch antenna”, IEEE Microwave Guided Wave Lett., vol. 2, pp. 138-139, 1992

[Letron, 1969] Y. Letron, J. Guidevaux, “Utilisation des ferrites et grenats en microélectronique hyperfréquence”, Microelectronics and reliability, vol. 8, pp. 319-324, 1969

[Liu, 2006] W.F. Liu, S. Suzuki, D.S. Li, K. Machida, Magnetic properties of Fe–Pt thick-film magnets prepared by RF sputtering, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 302 (2006) 201–205.

[Loir, 2004] A.S. Loir, Thèse de doctorat Université de Saint-Etienne, 2004

[Matsumoto, 2001] M. Matsumoto, A. Morisako, S. Takei, “Characteristics of Ba-ferrite thin films for magnetic disk media application”, J. Alloys and Compounds, vol. 326, pp. 215-220, 2001

[Mezin, 2003] N.I. Mezin, A.N. Ulyanov, V.A. Abramov, N.Yu. Starostyuk, B. Jiang, S.C. Yu. Physica B, 327, p. 218-220, 2003.

[Mikami, 1983] M. Mikami, Y. Ohta. J. Crystal Growth, V 63, Issue 2, p. 299-303, 1983.

[Morisako, 1997] A. Morisako, X. Liu, M. Matsumoto, M. Naoe, “The effect of underlayer for Ba-ferrite sputtered films on c-axis orientation”, J. Appl; Phys., vol; 81, pp. 4374-4376, 1997

[Morisako, 1999] A. Morisako, M. Matsumoto, M. Naoe, “Properties of c-axis oriented Ba-ferrite sputtered films”, J. Magn. Magn. Mater., vol. 193, pp. 110-113, 1999

[Moulard, 1997a] G. Moulard, G. Contoux, G. Gardet, G. Motyl, M. Courbon, Surf. Coat. Technol. 97 (1997) 206.

[Moulard, 1997b] G. Moulard, Thèse de doctorat, Université Jean Monnet, Saint-Etienne, "Développement d'une technique de mesure In-Situ de contraintes dans les couches minces : application à la mesure des contrainte intrinsèque et thermique"1997.

[Moulard, 1998] G. Moulard, G. Contoux, G. Gardet, G. Motyl, M. Courbon, J. Vac. Sci. Technol. A 16 (1998) 736.

[Nicolas, 1980] J. Nicolas, "Ferromagnetic materials", North-Holland, Amsterdam, 1980

[Olivier, 1997] S.A. Olivier, P.M. Zavracky, N.E. McGruer, R. Schmidt. "A monolithic single-crystal Yttrium Iron Garnet/ silicon X-Band circulators", IEEE Microwave and Guided Wave Letters, 7(8), p. 239-241, 1997.

[Oliver, 2001] S. A. Oliver, P. Shi, W. Hu, H. How, S. W. McKnight, N. E. McGruer, P. M. Zavracky, and C. Vittoria Integrated Self-Biased Hexaferrite Microstrip Circulators for Millimeter-Wavelength Applications, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, VOL. 49, NO. 2, February 2001

[Oshiro, 2005] K. Oshiro, H. Mikami, S. Fujii, T. Tanaka, H. Fujimori, M. Matsuura, S. Yamamoto, Fabrication of circulator with coplanar wave_guide structure, IEEE Trans. Magnetics, Vol. 41, N°10, Oct. 2005, pp. 3550-3552.

[Pardavi-Horvath, 2000] M. Pardavi-Horvath, "Microwave applications of soft ferrites", J. Magn. Magn. Mater., vol. 215-216, pp. 171-183, 2000

[Pankhurst, 1996] Q. A. Pankhurst, G. R. Thompson, V. K. Sankaranarayanan, and D. P. E. Dickson, "Effect of ultrafine particle size and crystallinity break down on the ordered magnetic state in barium ferrite," J. Magn. Magn. Mater., vol. 155, pp. 104-106, 1996

[Park, 2001] M.B. Park, N.H. Cho. J. Magn. Magn. Mater, 231, p. 253, 2001.

[Pauthenet, 1958] R. Pauthenet. Ann. Chim. Phys. 3, p. 424, 1958.

[Polder, 1949] Polder, D., On the theory of ferromagnetic resonance. Philos. Mag., 1949, 40, 99–115.

[Pullar, 1998] R.C. Pullar, S.G. Appleton, A.K. Bhattacharya, "The microwave properties of aligned hexagonal ferrite fibers", J. Materials Science Letters, vol. 17, pp. 973-975, 1998

[Riaziat, 1987] M. Riazat, S. Vandy, G. Zdasiuk, "Coplanar waveguides for MMICs", Microwave J., vol. 30, pp.125-131, 1987.

[Richardt, 1994] A. Richardt et A. M. Durand, "Le vide, les couches minces, les couches dures", éditions IN FINE, 1994

[Rodrigue, 1958] G.P. Rodrigue, W.P. Wolf. J. Appl. Phys., Vol. 29, n° 1, p. 105-108, 1958.

[Rouiller, 2006] T. Rouiller. Isolateur coplanaire 40-60 GHz à couche mince magnétique. Thèse de doctorat, laboratoire DIOM, Université de Saint-Etienne, 24 octobre 2006.

[Sankaranarayanan, 2000] V. K. Sankaranarayanan, R. P. Pant, and A. C. Rastogi, "Spray pyrolytic deposition of barium hexaferrite thin films for magnetic recording applications", J. Magn. Magn. Mater., vol. 220, pp 72-78, 2000

[Schotton, 1964] D.C. Shotton. Proc. Brit. Ceram. Soc., 2, p. 117-128, 1964.

[Schloemann, 1986] E. Schloemann, R.E. Blight. IEEE Trans. Microwave Theory Tech, 34 (12), p. 1394, 1986.

[Sclömann, 1956] E. Schlömann. IEEE Spec. Pub. Proc. Conf. Magnetism and Magnetic Materials, 91, p. 600, 1956.

[Semmache, 1994] B. Semmache, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, “Etude du dépôt et des propriétés physiques de couches minces de silicium polycristallin obtenu par RT-LPCVD”, 1994

[Shi, 2000] Ping Shi,' Hoton HOW," Xu Zuo,' Steven A. Oliver,"' Nicol E. McGrue; and Carmine Vittoria' 2000 IEEE MTr-S Digest, MMW MONOLITHIC Y-JUNCTION CIRCULATOR on SINGLE-CRYSTAL SC-DOPED BA-HEXAIFERRITE, p909-912

[Shi, 2001] P. Shi, H. How, Member, IEEE, X. Zuo, S. A. Oliver, Member, IEEE, N. E. McGruer, and C. Vittoria, Fellow, IEEE, Application of Single-Crystal Scandium Substituted Barium Hexaferrite for Monolithic Millimeter-Wavelength Circulators, IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, VOL. 37, NO. 6, NOVEMBER 2001 p3941-3946

[Song, 2002] H.K. Song, J.H. Oh, J.C. Lee and S.C. Choi. Phys. Stat. Sol. 189, 3, p. 829-832, 2002.

[Stablein, 1982] H. Stablein, “Ferromagnetic materials“, édition E.P. Wohlfarth, vol. 3, pp. 462-535, 1982

[Stoney, 1909] G.G. Stoney, “the tension of metallic films deposited by electrolysis”, Proc. Roy. Soc., vol. A82, pp. 172, 1909

[Strohm, 1995] K.M. Strohm, J.F. Luy, F. Schaffler, H. Jorke, H. Kibbel, C. Rheinfelder, R. Doerner, J. Gerdes, F.J. Schmuckle, W. Heinrich, “Coplanar Ka-Band SiGe-MMIC amplifier”, Electron. Lett., vol. 31, pp. 1353-1354, 1995

[Sui, 1993] X. Sui, M.H. Kryder, B.Y. Wong, D.E. Laughlin, “Microstructural origin of the perpendicular anisotropy in M-type barium hexaferrite thin films deposited by RF magnetron sputtering”, IEEE Trans. Magn., vol. 75, pp. 3751-3753, 1993

[Suzuki, 1998] E. Suzuki, Y. Hoshi, M. Naoe, “Mechanism of composition change i sputter deposition of barium ferrite films with sputtering gas pressure”, J. Appl. Phys., vol. 83, pp. 6250-6252, 1998

[Takaji, 2002] T. Takaji, M. Fujino, T. Fujii. J. Crystal Growth, 237-239, p. 725-729, 2002.

[Thornton, 1974] J.A. Thornton, “Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings”, J. Vac. Sci. Technol., vol. 11, pp. 666-670, 1974

[Thourel, 1969] L. Thourel, “Dispositifs à ferrites pour micro-ondes”, Paris: Masson, 1969.

[Vincent, 2005] D. Vincent, T. Rouiller, C. Simovsky, B. Bayard, and G. Noyel, A new broad-band method for magnetic thin-film characterization in the microwave range. IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, 53(4), pp. 1174-1180, April 2005.

[Wane, 2000] I. Wane, Thèse de doctorat, Université limoges, Limoges, “Etude, réalisation et caractérisation de couches de ferrites destinées à des dispositifs intégrés micro-ondes non réciproques”, 2000

[Yamakawa, 1996] K. Yamakawa, S. Trolier-Mckinstry, J.P. Dougherty, “Preparation of lead zirconate titanate thin films by reactive magnetron co-sputtering”, Materials letters, , vol. 28, pp.317-322, 1996

[Webb, 1995] D.C. Webb, Design and fabrication of low-cost ferrite circulators, 25th European Microwave, Conference, Bologna, Italy, Meeting 4-8 Sep. 1995, pp. 1191-1200.

[Wen, 1969] C.P. Wen, “Coplanar waveguide: A surface strip transmission line suitable for nonreciprocal gyromagnetic device applications”, IEEE Trans. MTT, vol. 17, pp. 1087-1090, 1969

[Yung, 2001] E.K.N. Yung, W.B. Dou, D.G. Zhang, R.S. Chen, “Microstrip circulator made of a magnetized ferrite sphere”, Micro. and Opt. Techn. Letters, vol. 28, pp. 130-131, 2001

[Zhuang, 2000] Z. Zhuang, B. Bian, M. Rao, R.M. White & D.E. Laughlin, “Effets of stoichiometry on the magnetic and structural properties of perpendicular barium ferrite thin film media”, IEEE Trans. Magn., vol. 36, pp. 2405-2407, 2000

[Zuo, 2003] Xu Zuo, Hoton How, Sivasubramanian Somu, and Carmine Vittoria, Fellow, Self-Biased Circulator/Isolator at Millimeter Wavelengths Using Magnetically Oriented Polycrystalline Strontium M-Type Hexaferrite, p3160-3162 IEEE Transactions on Magnetics, VOL. 39, NO. 5, September 2003