Conception et réalisation de micro-capteurs à magnéto-impédance pour le contrôle non destructif

Tao Peng

▶ **To cite this version:**

Tao Peng. Conception et réalisation de micro-capteurs à magnéto-impédance pour le contrôle non destructif. Instrumentations et Détecteurs [physics.ins-det]. Université Paris Sud - Paris XI, 2014. Français. NNT : 2014PA112407 . tel-01127227

HAL Id: tel-01127227

https://theses.hal.science/tel-01127227

Submitted on 7 Mar 2015

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.

Comprendre le monde,
construire l'avenir®

UNIVERSITE PARIS-SUD

ECOLE DOCTORALE : Science et Technologie de l'Information des Télécommunications et des Systèmes (STITS)

DISCIPLINE : *PHYSIQUE*

THESE DE DOCTORAT

Soutenue le 16 décembre 2014

Par

Tao PENG

Conception et réalisation de micro-capteurs à magnéto-impédance pour le contrôle non destructif

Directeur de thèse :	Francisco DE OLIVEIRA ALVES	Professeur (Université Paris-Sud)
Co-encadrant :	Johan MOULIN	Maître de Conférences (Université Paris-Sud)
Co-encadrant :	Yann LE BIHAN	Professeur (Université Paris-Sud)

Composition du jury :

Rapporteurs :	Jacek GIERALTOWSKI	Professeur (Université de Bretagne Occidentale)
	Gilbert REYNE	Directeur de recherche (G2Elab, Grenoble-INP)
Examinateurs :	Alain GIANI	Professeur (Université Montpellier 2)
	Frédéric MAZALEYRAT	Professeur (ENS-Cachan)
	Natalia SERGEEVA-CHOLLET	Ingénieur-chercheur (CEA-LIST)

Remerciements

Je tiens à remercier Monsieur André DE LUSTRAC, directeur de l'Institut d'Electronique Fondamentale et Monsieur Frédéric BOUILLAULT, directeur du Laboratoire de Génie Electrique de Paris, pour m'avoir accueilli au sein de leurs laboratoires ainsi que Monsieur Alain BOSSEBOEUF, responsable du département Microsystèmes et Nanobiotechnologies de l'IEF et Monsieur Claude MARCHAND, responsable du département MOdélisation et COntrôle des Systèmes ElectroMagnétique du LGEP, pour m'avoir accueilli dans leurs départements.

Je tiens à remercier Monsieur Jacek GIERALTOWSKI, Professeur à l'Université de Bretagne Occidentale et Monsieur Gilbert REYNE, Directeur de Recherche au G2Elab (Grenoble-INP), pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en acceptant d'en être les rapporteurs.

Je souhaite également remercier Madame Natalia SERGEEVA-CHOLLET, Ingénieur-chercheur au CEA-LIST, Monsieur Frédéric MAZALEYRAT, Professeur à l'ENS-Cachan et Monsieur Alain GIANI, Professeur à l'Université Montpellier 2, pour avoir accepté de participer à ce jury.

Je voudrais remercier tout particulièrement mon Directeur de thèse, Monsieur Francisco DE OLIVEIRA ALVES, Professeur à l'Université Paris-Sud, pour m'avoir dirigé et suivi tout au long de ces trois années de thèse ainsi que pour son soutien, sa disponibilité, son expérience et ses conseil, ce qui m'a permis de réaliser ma thèse dans les meilleures conditions.

Je remercie également très chaleureusement Monsieur Johan MOULIN, Maître de conférences à l'Université Paris-Sud et Monsieur Yann LE BIHAN, Professeur à l'Université Paris-Sud pour avoir co-encadré ce travail de thèse et répondre à mes questions avec patience et gentillesse afin que je comprenne au mieux les enjeux scientifique et que je fasse avancer mes travaux.

Mes sincères remerciements s'adressent à toutes les personnes des départements Microsystème et Nanobiotechnologies de l'IEF et MOCOSEM du LGEP pour leurs aides et leurs explications au cours de nos nombreux échanges. Je pense en particulier à Madame Marion WOYTASIK pour le micromoulage, Monsieur Fabien PARRAIN et Monsieur Emile

MARTINCIC pour le design de masque, Monsieur Eric BERTHELOT pour la caractérisation électrique et Monsieur Laurent SANTANDREA pour la simulation électromagnétique.

Merci à toutes les personnes de la Centrale de Technologie Universitaire, de m'avoir formé sur les bâtis de la salle blanche avec disponibilité et pour leurs soutiens techniques.

Je remercie tous les thésards de l'Institut d'Electronique Fondamentale et du Laboratoire de Génie Electrique de Paris pour la bonne ambiance de travail et les bons moments partagés.

Mes remerciements s'adressent enfin à ma maman, mon papa et ma femme, qui m'ont toujours épaulé dans ce projet et pour leurs soutiens dans les moments les plus difficiles.

Résumé

La capacité à détecter des micro-défauts ou des défauts profonds dans les pièces métalliques constitue un enjeu important pour l'industrie aéronautique ou nucléaire. La technique de contrôle non destructif (CND) par courants de Foucault est souvent utilisée pour cette application. Cette thèse s'inscrit dans le cadre d'une collaboration ayant pour but la réalisation et l'intégration de micro-capteurs de champ magnétique basés sur l'effet de magnéto-impédance (MI) à des systèmes de détection par CND. Ces micro-capteurs de structure multicouche (ferromagnétique/conducteur/ferromagnétique) ont été élaborés en salle blanche par dépôt de films minces. Un traitement thermique sous champ magnétique a ensuite permis d'optimiser les propriétés du matériau et d'induire des anisotropies dans le plan des couches ferromagnétiques. Une méthode basée sur une double démodulation d'amplitude du signal de mesure a été proposée pour la caractérisation dynamique des capteurs. Les paramètres importants tel que la géométrie, l'anisotropie et la fréquence d'excitation ont été étudiés afin d'optimiser les caractéristiques métrologiques des capteurs. Les résultats ont montré la nécessité de polariser les capteurs en champ. Nous avons donc étudié la possibilité de réaliser, grâce à une technique de micromoulage épais, un microsolénoïde 3D. Des travaux préliminaires sur l'intégration d'un capteur dans le microsolénoïde par transfert de film ont été effectués. Enfin, une étude théorique a été réalisée en tenant compte des résultats obtenus expérimentalement. Pour cela, le modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) a été implanté dans un code de calcul électromagnétique par éléments finis permettant de calculer l'impédance du capteur en fonction du champ magnétique appliqué.

Mots clés : contrôle non destructif, magnéto-impédance, microcapteur de champ, couches minces ferromagnétiques, matériau magnétique doux

Table de matières

Introduction 1

Chapitre 1: Etat de l'art de la technique de contrôle non destructif et des capteurs à effet de magnéto-impédance 5

1.1 Introduction 5

1.2 Contrôle non destructif par courants de Foucault 6

1.2.1 Le CND et techniques employées 6

1.2.2 Configuration de test CND par courants de Foucault 7

1.3 Capteurs magnétiques 9

1.4 Capteur basé sur l'effet de magnéto-impédance 11

1.4.1 Introduction à l'effet de magnéto-impédance 11

1.4.2 Structure d'un capteur à magnéto-impédance 14

1.5 Etude historique de la magnéto-impédance 16

1.6 Paramètres importants pour la magnéto-impédance 18

1.6.1 Influence du traitement thermique 18

1.6.2 Influence de l'anisotropie induite 19

1.6.3 Influence de la géométrie de la couche magnétique 19

1.6.4 Influence de la couche conductrice pour une structure tri-couche 20

1.6.5 Influence de magnétostriction 22

1.7 Conclusion 22

Chapitre 2: Développement technologique de micro-capteurs à magnéto-impédance par pulvérisation/lift-off 23

2.1 Introduction 23

2.2 Développement du dépôt par la pulvérisation cathodique 24

2.2.1 Principe de la pulvérisation cathodique 24

2.2.2 Optimisation des conditions du dépôt de Finemet 25

2.3 Pulvérisation cathodique et lift-off bicouche 28

2.4 Influence du traitement thermique 31

2.5 Procédé de fabrication par lift-off bicouche 34

2.6 Caractérisation dimensionnelle du micro-capteur 39

2.7 Conclusion 40

Chapitre 3: Caractérisation électrique des micro-capteurs à magnéto-impédance 41

3.1 Introduction 41

3.2 Mesure d'impédance en champ continu (mode DC) 43

3.2.1 Utilisation d'un circuit résonant 44

3.2.2 Méthode de mesure de l'impédance du capteur MI en champ magnétique continu 46

3.2.3 Influence du recuit et de la géométrie sur les performances des capteurs MI réalisés 49

3.3 Caractérisation du capteur MI en champ magnétique alternatif (mode AC) 51

3.3.1 Méthode de mesure en champ alternatif 51

3.3.2 Sensibilité du capteur en champ alternatif 53

3.3.3 Linéarité du capteur 54

3.3.4 Directivité du capteur 55

3.4 Caractérisation de la bande passante du capteur MI 57

3.5 Conclusion 60

Chapitre 4: Fabrication et intégration de microsolénoïdes 3D pour les capteurs à magnéto-impédance 61

4.1 Introduction 61

4.2 Procédé global d'un capteur MI bobiné 62

4.3 Travaux relatifs à la fabrication de microsolénoïdes 65

4.4 Conception et réalisation de microsolénoïdes 3D 68

4.4.1 Conception et dimensionnement du microsolénoïde 68

4.4.2 Elaboration d'un moule en résine épaisse 70

4.4.3 Croissance électrolytique de cuivre 73

4.4.4 Procédé de fabrication d'un microsolénoïde en 3D 75

4.5 Elaboration du capteur MI sur substrat à adhérence contrôlée 80

4.5.1 Couche fluorocarbonée 80

4.5.2 Influence de traitement thermique sur la couche fluorocarbonée 81

4.5.3 Influence de traitement par plasma sur la couche fluorocarbonée 82

4.5.4 Couche de carbone 83

4.6 Assemblage des substrats et libération 84

4.7 Conclusion 86

Chapitre 5: Elaboration et caractérisation de micro-capteurs MI réalisés par croissance électrolytique 87

5.1 Introduction 87

5.2 Micro-capteur MI basé de permalloy 88

5.3 Description technologique du procédé de fabrication 90

5.3.1 Croissance électrolytique de permalloy 90

5.3.2 Optimisation des conditions de croissance 91

5.3.3 Fabrication et caractérisation des capteurs 97

5.4 Caractérisation électrique 100

5.5 Etude théorique des capteurs 104

5.5.1 Description du modèle pour la simulation 104

5.5.2 Calcul de l'impédance du capteur en fonction de la perméabilité magnétique 106

5.5.3 Modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert pour calculer la perméabilité en fonction du champ magnétique 110

5.5.4 Comparaison entre l'expérimentation et la simulation 110

5.6 Conclusion 113

Conclusion et perspectives 115

Annexe I : Modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert pour calculer la perméabilité en fonction du champ magnétique [BENS 05] 121

Annexe II : Communications scientifiques 127

Bibliographies..... 129

Introduction

La fiabilité des structures, la sécurité des installations et la qualité des produits constituent des enjeux importants dans de nombreux secteurs industriels, par exemple l'aéronautique ou le nucléaire. La détection d'un composant défectueux ou susceptible de le devenir lors de sa fabrication ou pendant des inspections en service est cruciale. Les industries subissent aujourd'hui une forte pression pour renforcer la fiabilité et la sécurité de leurs produits, tout en améliorant leur rentabilité et productivité. Pour relever ce défi, la technique de contrôle non destructif (CND) qui regroupe des procédés aptes à fournir des informations sur la santé d'une pièce est indispensable. Parmi les techniques existantes, le contrôle par courants de Foucault (CF) occupe une place importante. Cette méthode consiste à exciter la pièce à inspecter avec un champ électromagnétique et à recueillir avec un capteur la réponse du milieu à cette excitation.

Le contrôle industriel nécessite aujourd'hui de détecter de défauts de plus en plus petits et de plus en plus profonds dans la matière, tout en diminuant le temps de contrôle afin d'améliorer la fiabilité des inspections. En CND par CF, la détection utilisée actuellement est majoritairement inductive sous forme d'un bobinage. Néanmoins cette technologie présente des limites de performance dans les basses fréquences d'excitation. Dans ce contexte et afin de repousser les limites actuelles du CND par CF, de nouvelles technologies de capteurs de champ magnétique sont investiguées pour être adaptées aux contraintes du CND. Ces technologies de type magnéto-résistance ou magnéto-impédance, issues de filières de fabrication collective, présentent une haute sensibilité et résolution spatiale et laissent envisager des perspectives intéressantes en termes de performances de détection et de réalisation multi-éléments. Avec ces technologies, des fissures plus petites et/ou situées dans des zones difficiles d'accès pour le contrôle pourront être détectées.

Le projet CANOE, financé par l'Agence Nationale pour la Recherche (programme PNano 2010-2014) s'inscrit dans ce contexte en proposant des avancées techniques permettant de fiabiliser les filières de fabrication des capteurs CF à base de nano-composants magnétiques. L'objectif du projet CANOE est de développer des technologies de capteurs magnétiques innovantes permettant de réaliser un système de contrôle par courants de Foucault plus performant que les systèmes actuels en termes de détection, de résolution, et de vitesse. Ce projet aboutit à la réalisation de démonstrateurs intégrant des magnéto-résistances à effet

géant (GMR) et des magnéto-impédances (MI). Il fédère huit partenaires:

- Le Laboratoire d'Intégration des Systèmes et des Technologies du CEA (CEA-LIST) assure la coordination du projet, la conception, l'intégration et l'évaluation des sondes.
- L'industriel THALES TRT et l'unité mixte CNRS/THALES développent les procédés technologiques liés à la réalisation des capteurs à base de magnéto-résistance à effet géant (GMR).
- Le Laboratoire de Génie Electrique de Paris (LGEP) et l'Institut d'Electronique Fondamentale (IEF) assurent la conception et réalisation de capteurs à base de magnéto-impédance (MI) en technologie intégrée.
- Les industriels AREVA et EADS IW apportent leur expertise métier et le contexte applicatif au projet, et évaluent les sondes sur des cas d'application industriels.
- La PME STATICE participe à l'intégration des sondes à courants des Foucault, et assure le transfert industriel des technologies développées.

Mes travaux s'insèrent dans le projet CANOE et se déroulent conjointement entre deux laboratoires (IEF et LGEP), dont les domaines d'expertise sont complémentaires. La thématique de la thèse est l'étude de l'effet de magnéto-impédance et le développement de micro-capteurs magnétiques pour la détection de défauts enterrés dans les matériaux métalliques en utilisant la technique du CND par CF. Il consiste à développer une filière technologique de réalisation de microsolénoïde 3D autour d'un capteur magnétique en utilisant le transfert du film par report, ce qui permet d'atteindre des propriétés inégalées pour les capteurs MI en couche mince. La présence de cet élément permet de polariser le capteur pour travailler autour d'un point de fonctionnement optimal (la réponse des capteurs MI n'est pas linéaire). Le principe de fonctionnement de ces capteurs est basé sur un phénomène électromagnétique, associant effet de peau et magnétisme. Ils sont constitués d'un matériau conducteur enrobé d'un matériau ferromagnétique. L'impédance électrique de l'ensemble, lorsqu'un courant traverse le conducteur, est particulièrement sensible au champ magnétique extérieur. L'organisation de ce mémoire est présentée comme suit :

- Le chapitre 1 présente la technique du CND par CF puis une étude bibliographique sur le capteur MI ainsi que les paramètres importants influençant son comportement.
- Le chapitre 2 décrit la technologie de fabrication de micro-capteurs MI à base de Finemet. Les capteurs de type de tri-couches sont réalisés par pulvérisation cathodique et structurés par lift-off bicouche.
- Le chapitre 3 est consacré à la caractérisation électrique en champ magnétique continu ou alternatif sur des capteurs réalisés en utilisant une méthode de démodulation

d'amplitude.

- Le chapitre 4 porte sur une étude préliminaire de la fabrication et de l'intégration d'un microsolénoïde placé autour d'un capteur MI. Le microsolénoïde est réalisé par croissance électrolytique de cuivre. L'intégration du capteur dans le microsolénoïde est assurée par une technique de transfert par report.
- Le chapitre 5 décrit la fabrication et la caractérisation électrique ainsi que la simulation de micro-capteurs MI à base de permalloy. Les capteurs de type de tri-couches sont réalisés par croissance électrolytique de permalloy et de cuivre. La simulation est effectuée par implantation du modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert dans un code de calcul électromagnétique par éléments finis donnant l'impédance du capteur en fonction du champ magnétique externe afin de se confronter aux résultats obtenus expérimentalement.

Chapitre 1

Etat de l'art de la technique de contrôle non destructif et des capteurs à effet de magnéto-impédance

1.1 Introduction

La capacité à détecter des petits défauts dans les matériaux métalliques en utilisant la technique de contrôle non destructif (CND) implique une haute résolution spatiale et une grande sensibilité des capteurs à employer. A cet effet, nous avons réalisé une étude et un développement de capteurs basés sur le phénomène physique de magnéto-impédance (MI) dédiés à cette application. Dans ce chapitre, nous présenterons tout d'abord les techniques de CND, notamment par courants de Foucault puis les différents types de capteur magnétique en comparant leurs caractéristiques techniques. Par la suite, nous décrivons le principe physique impliqué dans le fonctionnement de capteur MI. Un état de l'art sera présenté sur les recherches relatives à ce sujet effectuées en France et à l'international. Enfin nous analyserons les facteurs permettant d'optimiser l'effet de MI, c'est-à-dire, la géométrie des capteurs, le traitement thermique des couches magnétiques, l'anisotropie et les effets magnétostrictifs.

1.2 Contrôle non destructif par courants de Foucault

Les industries subissent aujourd'hui une forte pression pour renforcer la fiabilité et la sécurité des produits, tout en améliorant leur rentabilité et la productivité. Ainsi le contrôle non destructif (CND) est une nécessité dans tous les secteurs où la sécurité et la qualité des produits sont primordiales : aéronautique, nucléaire, construction automobile, domaine ferroviaire, installations de raffinerie…

1.2.1 Le CND et techniques employées

Le contrôle non destructif est un ensemble de techniques qui permettent de caractériser l'état d'une pièce ou d'un matériau sans les dégrader, les modifier ou les détruire pendant la production ou l'utilisation. Dans le cadre de cette étude, cela consiste à contrôler une pièce industrielle pour détecter la présence de défauts pouvant remettre en question la conformité de la pièce à la fonction qui lui est dévolue. Ces défauts peuvent être, par exemple, des fissures, des porosités, des inclusions ou de la fatigue mécanique etc. Il existe plusieurs techniques pour le CND (ultrasons, courants de Foucault, rayonnements ionisants etc.), le Tableau 1-1 présente une comparaison entre certaines techniques qui sont utilisées le plus fréquemment dans l'industrie.

Technique	Domaine d'application	Avantages	Inconvénients
Ultrasons	Majorité des matériaux	Grande sensibilité et contrôle rapide pour des épaisseurs importantes	Faible sensibilité à la détection de porosité
Courants de Foucault	Matériaux conducteurs	Automatisation, Rapide	Interprétation des signaux
Micro-ondes	Matériaux diélectriques	Automatisation	Interprétation des signaux
Rayonnements ionisants	Tous matériaux	Grande résolution, Cartographie	Coût, Sécurité
Ressuage	Tous produits à surface accessible	Simplicité	Uniquement défauts débouchants

TABLEAU 1-1: Comparaison entre différentes techniques de CND

Dans le cadre de cette étude, la technique du CND par courants de Foucault est utilisée pour inspecter les défauts en surface ou enterrés dans les pièces métalliques.

1.2.2 Configuration de test CND par courants de Foucault

La technique du CND par courants de Foucault implique l'induction de courants de Foucault dans le matériau conducteur à inspecter par l'application d'un champ magnétique alternatif et la mesure simultanée de la déformation du champ magnétique liée à la présence de défauts dans la pièce contrôlée. La profondeur d'analyse dépend de la fréquence des courants, par l'intermédiaire de l'épaisseur de peau dans la pièce à contrôler (de l'ordre de 100 kHz à 1 MHz pour les défauts surfaciques et de 100 Hz à 10 kHz pour les défauts enterrés). La Figure 1-1 représente la configuration classique du CND par courants de Foucault.

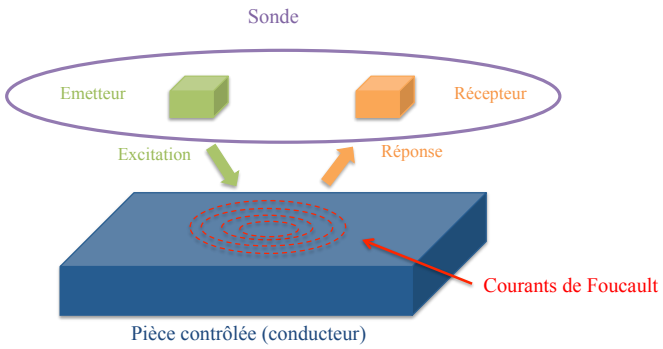


FIGURE 1-1 : Configuration de contrôle non destructif par courants de Foucault

Le principe des courants de Foucault nécessite l'emploi de deux fonctions : l'excitation (émetteur) et la réception (récepteur). L'ensemble de ces deux fonctions constitue la sonde. Elle peut être à fonction double (le même dispositif, généralement une seule bobine, réalise les deux fonctions) ou à fonctions séparées (deux dispositifs assurent séparément les deux fonctions). Pour la sonde à fonctions séparées, l'émetteur, typiquement une bobine, génère un champ électromagnétique pénétrant à l'intérieur de la pièce contrôlée en créant des courants induits (courants de Foucault) au sein de cette pièce à l'image des spires. Ils engendrent à leur tour un champ magnétique de réaction qui s'oppose au champ d'excitation. Ce champ présente une déformation en présence de défauts dans la pièce contrôlée, ce qui est détectée par le récepteur.

La technique de CND par courants de Foucault connaît aujourd'hui une profonde mutation pour répondre aux industries très demandeuses d'un accroissement des performances des contrôles. L'enjeu réside dans la détection de défauts de plus en plus petits (< 100 µm) et de

plus en plus profonds (enterrés sous plusieurs mm), tout en diminuant le temps de contrôle afin d'améliorer la rentabilité des inspections. Typiquement, des bobines sont utilisées pour la détection. Elles ne sont cependant pas adaptées à la détection de défauts profonds, car les fréquences d'inspection doivent être faibles (du fait de l'effet de peau) et le champ à détecter extrêmement faible (de 10 nT à 1 μT). Les bobines présentent des limites de performances du fait de la diminution de leur sensibilité avec la fréquence d'excitation et la taille du bobinage. Elles sont par ailleurs majoritairement mono-élément, ce qui impose des inspections coûteuses en temps liées au balayage de la surface de la pièce contrôlée. Par conséquent, de nouvelles technologies de capteurs innovants de champ magnétique (capteurs de magnétorésistance géante (GMR), à magnétorésistance tunnel (TMR) et à l'effet de magnéto-impédance (MI)) sont investiguées. Ces technologies, présentent une haute sensibilité et une grande résolution spatiale, et offrent des perspectives intéressantes en termes de performances en détection et de réalisation multiéléments grâce à la fabrication collective. Ces dispositifs permettront de repousser les limites actuelles du CND par courants de Foucault. Ainsi des fissures plus petites et/ou situées dans des zones difficiles d'accès pour le contrôle pourront être détectées.

1.3 Capteurs magnétiques

Le récepteur de la sonde à mesurer un champ magnétique alternatif le plus commun est des capteurs magnétiques. Une grande gamme de capteurs magnétiques est maintenant disponible sur le marché. Leurs applications sont très variables non seulement en fonction de leur coût mais dépendant aussi de leur sensibilité, résolution, plage de mesure … Nous présentons ici quelques exemples de capteurs magnétiques pour comparer leurs caractéristiques principales.

- **Capteur à effet Hall** : L'effet de Hall concerne l'apparition d'une différence de potentiel aux bornes d'un matériau conducteur ou semi-conducteur lorsqu'un courant traverse ce matériau et qu'un champ magnétique est appliqué perpendiculairement. Cette tension est proportionnelle au champ d'induction magnétique. A cet effet, le capteur à effet de Hall permet de détecter le champ magnétique en mesurant la tension créée dans le matériau [POPO 04].
- **Capteur inductif** : Le capteur inductif permet de détecter un champ magnétique par la mesure d'une différence de potentiel aux bornes d'un bobinage, générée par la variation de flux magnétique grâce au phénomène d'induction par la loi de Lenz-Faraday [PERE 01]. Il est largement utilisé, du fait de son faible coût et de la simplicité de mise en œuvre.
- **Capteur à magnétorésistance anisotrope (AMR)** : La magnétorésistance anisotrope est caractéristique d'un film ferromagnétique mono-domaine (à anisotropie uniaxiale) très mince (quelques dizaines de nm) déposé sur un matériau conducteur. Cela permet de détecter un champ magnétique orienté dans le plan grâce à la variation de la résistance du matériau avec l'angle entre l'aimantation et le champ appliqué [TUMA 01].
- **Capteur à magnétorésistance géante (GMR)** : La magnétorésistance géante a été découverte à la fin des années 80 par les deux récents prix Nobel A. Fert et P. Grünberg [BAIB 88, GRUN 86]. Elle est observée dans des structures multicouches constituées d'un matériau conducteur entre deux couches ferromagnétiques avec des aimantations antiparallèles, une couche piégée dont l'aimantation a une direction fixe et une couche libre dont l'aimantation peut fluctuer. Cet effet présente une forte variation de la résistance lorsque la configuration des deux aimantations est modifiée (les aimantations dans les deux couches ferromagnétiques s'alignent) par l'application d'un champ magnétique. Les capteurs à GMR sont largement utilisés dans le domaine de l'enregistrement magnétique (ex. tête de lecture de disque dur).
- **Capteur « fluxgate »** : Le capteur de type « fluxgate » est constitué d'un noyau

magnétique avec deux bobinages montés sur ce noyau [RIPK 03]. Le premier bobinage est alimenté par un courant alternatif permettant de saturer périodiquement le matériau. Lorsqu'un champ magnétique externe s'ajoute à ce champ d'excitation, la saturation d'aimantation n'est plus symétrique et la tension induite est déformée et mesurée par le deuxième bobinage.

- **SQUID** : Le SQUID (Superconducting Quantum Interference Device) est le capteur le plus sensible pour la mesure de champ magnétique mais les conditions d'utilisation sont sévères [KLEI 04]. Ce capteur utilise des composants supraconducteurs à température cryogénique (quelques K). Un SQUID est constitué de deux branches formant un anneau supraconducteur, comprenant chacune une mince barrière isolante (jonction Josephson). La tension mesurée aux bornes des branches est fonction du flux magnétique traversant l'anneau et qui doit être détecté.
- **GMI :** Le capteur à l'effet de magnéto-impédance géante (GMI) permet de mesurer des champs magnétiques faibles sur une large bande passante. Il a pour origine d'une variation de l'épaisseur de peau dans le matériau avec un champ magnétique appliqué tandis que le matériau est excité par un courant alternatif à haute fréquence, ce qui entraine une variation de l'impédance du capteur.

Le Tableau 1-2 représente une comparaison des caractéristiques principales entre certains capteurs magnétiques :

Capteur	Longueur (mm)	Plage de mesure (mT)	Bande passante (MHz)	Consommation (mW)
Effet Hall	0.01-0.1	$0.1\text{-}10^{5}$	1	10
GMR	0.01-0.1	$10^{-3}\text{-}10$	1	10
Fluxgate	10-20	$10^{-4}\text{-}10$	10^{-3}	1000
SQUID	10-20	$10^{-9}\text{-}0.1$	10^{-3}	-
MI	1-2	$10^{-6}\text{-}100$	1-5	5

Tableau. 1-2: Comparaison de caractéristiques principales de capteurs magnétiques [TANN 04, MOHR 97]

1.4 Capteur basé sur l'effet de magnéto-impédance

Depuis la découverte de l'effet de magnéto-impédance (MI) en 1994 par L.V. Panina et K. Mohri sur des fils de Co et FeCoSiB [PANI 94 1], les capteurs magnétiques basés sur cette propriété ont été largement étudiés. Ces capteurs présentent plusieurs avantages par rapport aux capteurs magnétiques conventionnels, en particulier leur bonne résolution spatiale, faible niveau de bruit et haute sensibilité. Ils trouvent des applications variées dans la détection de très faibles variations de champs magnétiques dans plusieurs domaines : automobile, aéronautique, nucléaire, médecine, électronique et informatique, environnement etc. Quelques exemples sont présentés ci-dessous :

- Le contrôle non destructif (CND) pour détecter des défauts dans des pièces métalliques [KIM 02, VACH 07]
- La détection et la manipulation de nanoparticules magnétiques pour les applications en médicine et en biologie [BLAN 09, KURL 09]
- La mesure de courant DC et AC (le courant traversant créé un champ magnétique autour du dispositif de détection) [VALE 97, MALA 05]
- La mesure de contrainte basée sur la variation de l'orientation des domaines et de l'anisotropie magnétique avec la contrainte appliquée [GARC 07]
- La lecture d'information dans les mémoires de stockage [KNOB 02]
- Le marquage et le contrôle d'objet par fixation d'un aimant permanent sur l'objet, et sa surveillance en contrôlant son mouvement [VALE 96]

1.4.1 Introduction à l'effet de magnéto-impédance

L'effet de magnéto-impédance (MI) est considéré comme un phénomène électromagnétique dans un matériau ferromagnétique. Il est basé sur la variation de l'épaisseur de peau dans le matériau avec un champ magnétique appliqué tandis que le matériau est excité par un courant alternatif à haute fréquence, ce qui entraine une variation de l'impédance du matériau. L'impédance du matériau est alors en fonction du champ appliqué et de la fréquence du courant qui le parcours, ce qui peut se modéliser par :

$$Z(\omega, H) = R(\omega, H) + j\omega L(\omega, H)$$

Avec Z : l'impédance du capteur, ω : la pulsation du courant injecté, H : le champ appliqué, R : la résistance et L : l'inductance.

Considérons le cas d'un matériau ferromagnétique (Figure 1-2) ayant subi un traitement thermique ou mécanique sous champ magnétique, lui procurant une anisotropie magnétique dans la direction transversale à la longueur du capteur. Celle-ci privilégie une structuration en domaines magnétiques transversaux, les flèches noires représentant l'orientation des spins. Ce matériau est parcouru par un courant alternatif I_{AC} et soumis à un champ magnétique longitudinal externe H_{ext}, tel que montré sur la figure ci-dessous. Le courant alternatif traversant permet de générer un champ magnétique alternatif autour du ruban. Ce champ transverse va interagir avec les moments dans le matériau magnétique.

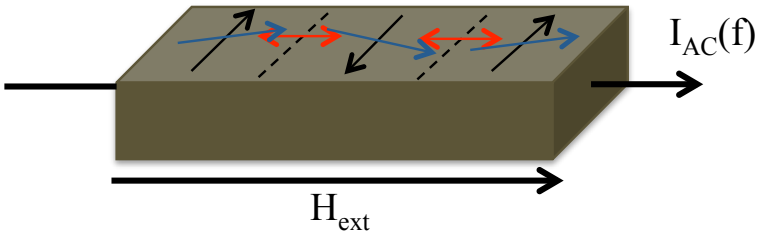


FIGURE 1-2 : Principe de la magnéto-impédance sur un ruban ferromagnétique

La variation de la magnéto-impédance est associée à l'effet de peau, qui caractérise la distribution de la densité du courant non uniforme dans le matériau. L'épaisseur de peau implique la section efficace de passage du courant dans le matériau :

$$\delta(H_{ext}) = \sqrt{\frac{2}{\sigma\omega\mu_t(H_{ext})}}$$

Avec δ : l'épaisseur de peau, σ : conductivité du matériau, ω : la pulsation du courant, μ_t : perméabilité magnétique transversale, fonction du champ externe H_{ext}.

En augmentant la fréquence, l'épaisseur de peau diminue, le courant aura une tendance à circuler de plus en plus à la surface du matériau. Dans le cas où l'épaisseur de peau est inférieure par rapport à la dimension du matériau (moitié d'épaisseur), les champs magnétique et électrique dans le matériau ne sont plus homogènes, par conséquent la section efficace de passage du courant sera réduite.

En présence d'un champ magnétique externe dans la direction longitudinale, l'aimantation des domaines de capteur aura tendance à se déplacer ou à s'orienter dans la direction de ce champ. Cela implique une rotation d'aimantation (flèches bleus) ou un déplacement de paroi (flèches rouges). Par conséquent, la perméabilité transversale du matériau sera modifiée, ce

qui va entrainer une variation de l'épaisseur de peau, et de l'impédance du capteur. Il faut noter qu'à une haute fréquence (supérieure à 10 MHz), les mouvements des parois des domaines deviennent fortement amorties par les courants de Foucault. Ainsi seule la rotation des moments contribue à la variation de la perméabilité transversale. Les caractéristiques des capteurs seront différentes à haute et basse fréquence. La Figure 1-3 représente les résultats obtenus expérimentalement et théoriquement par Panina et Mohri pour les différentes fréquences d'excitation sur le fil de FeCoSiB [PANI 96]. Ils montrent que la MI présente un pic seul à basse fréquence et pic double à haute fréquence d'excitation.

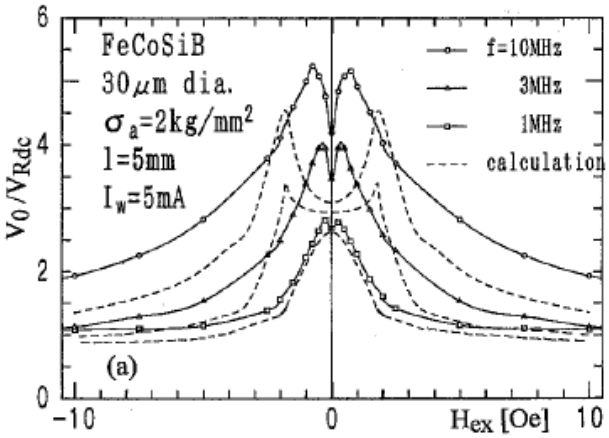


FIGURE 1-3 : Magnéto-impédance pour des fréquences d'excitation différentes [PANI 96]

La Figure 1-4 représente les réponses standard de MI avec un champ magnétique appliqué pour la structure de film seul et tri-couche [PANI 97, PANI 00]. Nous trouvons que l'impédance augmente rapidement avec le champ magnétique puis décroit, une fois le maximum d'impédance atteint, qui correspond environ au champ d'anisotropie dans le matériau qui provient de l'effet forme ainsi que de l'anisotropie induite par le procédé de fabrication. En dessous de cette valeur, le champ appliqué ne compense pas l'anisotropie magnétique transversale, l'aimantation quasi-libre réagit rapidement à l'oscillation du champ magnétique externe, ce qui donne une grande perméabilité transversale. Quand le champ externe est supérieur au champ d'anisotropie, l'aimantation magnétique effectue une rotation vers le champ fort et s'aligne dans l'axe longitudinal. Par conséquent la perméabilité transversale diminue donc la profondeur de peau augmente et l'impédance diminue jusqu'à la valeur de saturation.

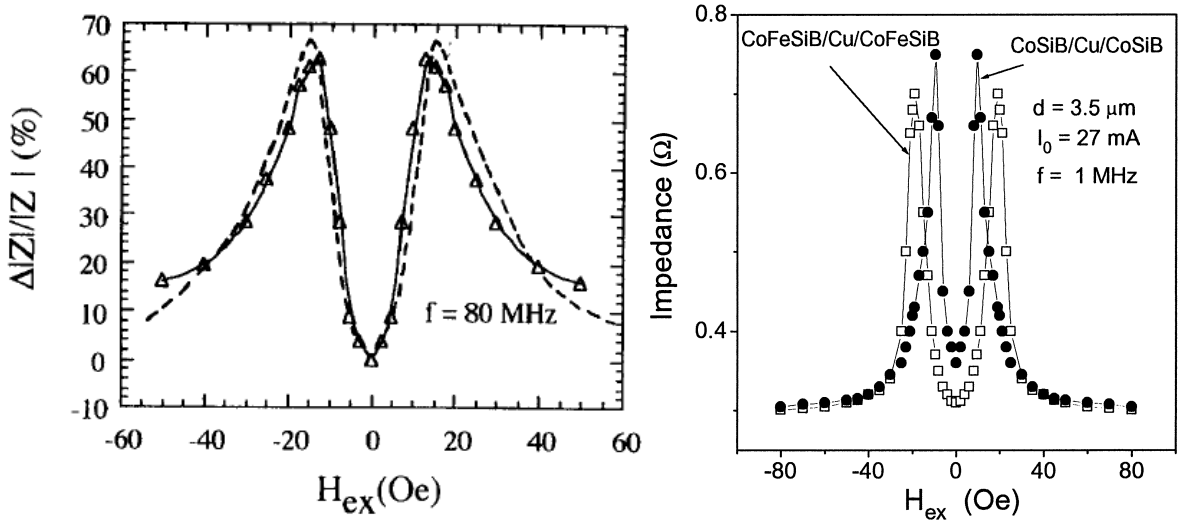
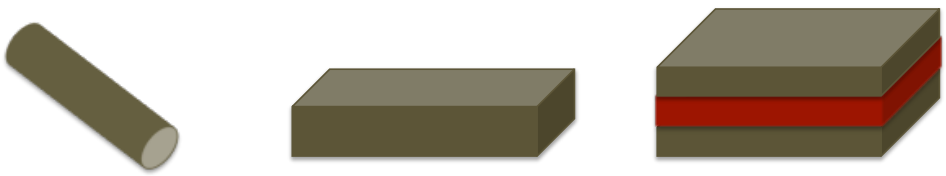


FIGURE 1-4: Evolution de l'impédance en fonction du champ magnétique appliqué [PANI 97, PANI 00]

1.4.2 Structure d'un capteur à magnéto-impédance

L'impédance du capteur est associée non seulement à la profondeur de peau mais aussi à la géométrie et à la dimension. La Figure 1-5 représente les trois formes principales des capteurs MI trouvées dans la littérature [PANI 97]. Ce sont le fil, le film et la structure tri-couche.



(a) Fil (b) Film (c) Tri-couche

FIGURE 1-5 : Différentes formes des capteurs MI

Les formes de fil et de ruban sont des structures homogènes. L'expression de leur impédance est donnée par :

Pour le fil [LAND 75]:

$$Z = R_{dc} \times \frac{ka}{2} \times \frac{J_0(ka)}{J_1(ka)}$$

Pour le ruban [KITT 46]:

$$Z = R_{dc} \times \frac{kd}{2} \times coth\left(\frac{kd}{2}\right)$$

où le coefficient complexe k est relié à la profondeur de peau δ : $k = \frac{1+j}{\delta}$

Avec R_{dc} la résistance à courant continu, a le rayon du fil, d l'épaisseur du ruban, J_0 et J_1 sont les fonctions de Bessel d'ordre zéro et d'ordre un.

Les études montrent que la forme filaire reste plus favorable pour la conception des capteurs à MI mais la forme de ruban est plus adaptable aux technologies de microélectronique.

Alors que le fil et le film sont traversés directement par le courant d'excitation, la structure multicouche est constituée de deux films ferromagnétiques séparés par une couche conductrice alimentée par la source de courant. Le champ magnétique est appliqué dans le sens de la longueur et la mesure d'impédance s'effectue à travers la tension mesurée aux bornes du conducteur. L'impédance de cette structure a été calculée par [PANI 00]:

$$Z = R_{dc} \times (\xi k_1 d_1 + k_2 d_2) \times \frac{coth(k_1 d_1) coth(k_2 d_2) + \xi}{coth(k_1 d_1) + \xi coth(k_2 d_2)}$$

$$\xi = \frac{\sigma_1 \delta_1}{\sigma_2 \delta_2} \qquad , \qquad k_i = \frac{1-j}{\delta_i} \qquad i = 1,2$$

Avec $2d_1$ et $2d_2$ les épaisseurs respectives des couches ferromagnétiques et de la couche conductrice. Cette formule n'est valable que pour une structure dans laquelle les couches ferromagnétiques ne se referment pas aux extrémités. Il ne marche que pour d_1 et d_2 << dimensions latérales (plaques infinies)

La structure multicouche exploite au mieux l'excitation magnétique donc diminue la fréquence optimale du courant d'excitation par rapport au film seul car la conductivité des matériaux conducteurs est de 10 à 100 fois plus élevée que celle des matériaux ferromagnétiques métalliques. Par conséquent la performance est meilleure par rapport à un ruban simple à gamme de fréquence équivalente [PANI 00].

1.5 Etude historique de la magnéto-impédance

Bien que le phénomène de magnéto-impédance ait été interprété en 1935 par Harrison [HARR 35], son étude systématique est relativement récente. Il y a vingtaine d'années que cet effet a suscité un intérêt particulier dans la communauté scientifique depuis sa découverte par L.V. Panina et K. Mohri en raison de la grande variation d'impédance mesurée sur des fils de Co et FeCoSiB [PANI 94 1]. Les auteurs ont également proposé un modèle physique permettant d'expliquer ce phénomène. Il y avait cependant une différence non négligeable entre les valeurs expérimentale et théorique. Désormais la recherche dans ce domaine est plutôt orientée vers le développement de modèles théoriques, l'optimisation de structures et l'élaboration de nouveaux matériaux.

Les meilleurs résultats ont été mesurés sur des microfils. Par exemple Pirota a présenté un microfil de CoFeSiB avec une variation d'impédance de 600% à 15 MHz [PIRO 00]. Velleuer a observé un effet de MI de 700%-800% dans des microfils de NiFeMo [VELL 07]. Les autres études sur les fils sont dans le même l'ordre de grandeur de variation [LISE 06 ; JIAN 08, KNOB 96, MISH 11, MISH 12]. Bien qu'un certain nombre de capteurs soient commercialisés [AICHI], l'utilisation de fils n'est pas favorable à leur intégration, en particulier pour la réalisation de matrices. La structure en forme de film est plus adaptée selon certaines études à la technologie de la microélectronique. La variation d'impédance des films seuls n'est pas très importante [GARC 99, PANI 97, YU 00]. En revanche les études sur la structure tri-couche ont obtenu des résultats plus encourageants [MAKH 00, PANI 00, XIAO 99]. Par exemple, Morikawa a obtenu une variation d'impédance de 125% sur des tri-couches FeCoSiB/Cu/FeCoSiB et de 145% sur CoSiB/Cu/CoSiB [MORI 97]. Xiao et al ont présenté des travaux sur un capteur réalisé à partir de films de FiCuNbSiB et de Cu, et une variation d'impédance de 80% a été obtenue [XIAO 00]. Panina et Mohri ont réalisé un capteur à base de NiFe/Cu/NiFe, qui donne une variation de 70% à 68 MHz avec un oscillateur Colpitts [PANI 00]. Plus récemment, de nouvelles structures ont été présentées, tels que des empilements de multicouches [KURL 14] et de tri-couches de forme méandrique [RIVE 03, ZHOU 08]. Des couches d'isolation ont également été utilisées entre les couches magnétiques et la piste conductrice [MORI 02], qui permettent d'améliorer l'effet de MI mais compliquent le procédé de fabrication.

En France, plusieurs laboratoires ont effectué des études sur l'utilisation de ruban amorphe ferromagnétiques pour la réalisation de capteur MI, par exemple à SATIE (ENS de Cachan) sur l'optimisation des traitements thermiques et le procédé de nanocristallisation [ALVE 05,

BENS 06, COIS 04]. La problématique du bruit pour le capteur MI était largement étudiée par l'équipe de Caen [DUFA 09, DUFA 11, MALA 13]. Les équipes du LMB (Brest) et du LPP (Polytechnique) ont également des activités reconnues dans ce domaine [FESS 04, GIER 04, NABI 09, TANN 04, MOUT 07, MOUT 13]. Il y a dix ans que les équipes de l'IEF (Orsay) et du LGEP (Gif-sur-Yvette) travaillent en collaboration pour développer des capteurs MI en couche mince pour l'application au CND [MOUL 09, MOUL 11 1, MOUL 11 2].

1.6 Paramètres importants pour la magnéto-impédance

Afin de maximiser l'effet de MI, plusieurs paramètres doivent être optimisés. Les paramètres les plus importants sont l'influence de traitement thermique, l'anisotropie dans le matériau magnétique, la géométrie du capteur et l'effet de la magnétostriction. Nous allons détailler leur influence.

1.6.1 Influence du traitement thermique

Un traitement thermique approprié permet d'améliorer les propriétés magnétiques du matériau (perméabilité magnétique, champ coercitif, champ de saturation). La coercivité des couches magnétiques est réduite par relaxation des contraintes internes induites lors du processus d'élaboration [ANTO 01, He 01, LEE 01].

Le traitement thermique intervient non seulement sur les caractéristiques magnétiques mais également sur la microstructure du matériau. Pour certains matériaux comme la famille du Finemet (FeCuNbSiB), une nanocristallisation (précipitation de nanocristaux FeSi dans une matrice amorphe) s'opère à partir d'une certaine température. Cette nanocristallisation mène à une anisotropie globale magnétostrictive quasi-nulle par compensation des effets magnéto-élastiques respectivement positif et négatif dans les grains et la matrice amorphe [YOSH 88, YOSH 10]. La Figure 1-6 représente la variation de MI dans des structures Finemet/Cuivre/Finemet à base de rubans en fonction de la température de traitement [PHAN 06].

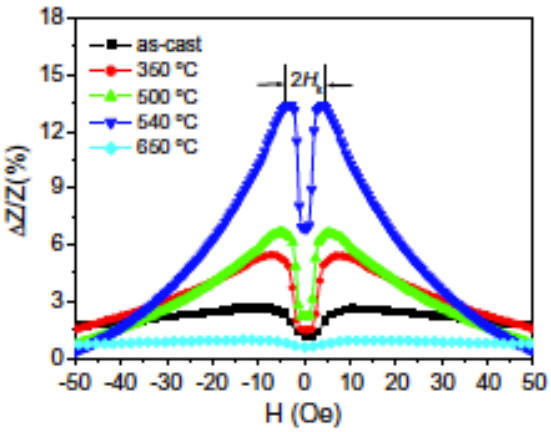
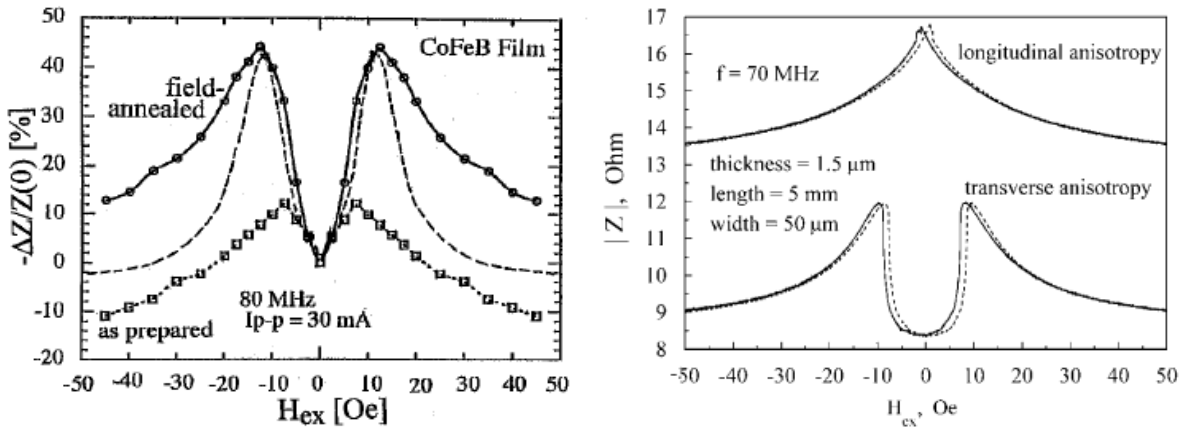


FIGURE 1-6 : Variation de l'impédance en fonction de la température de recuit dans le matériau Finemet [PHAN 06]

La diminution du champ d'anisotropie et l'augmentation de MI sont observées jusqu'à 540°C. Ce phénomène est lié à l'augmentation de la perméabilité magnétique et à la diminution du champ coercitif. Au-delà de cette température, la tendance s'inverse à cause de la modification de la microstructure du matériau, en particulier l'apparition de phases FeB. Ce résultat expérimental montre qu'une température optimale est nécessaire pour obtenir un effet MI élevé dans les structures à base d'alliages de Finemet.

1.6.2 Influence de l'anisotropie induite

L'application d'un champ magnétique ou d'une contrainte mécanique de traction pendant le traitement thermique permet d'induire une anisotropie dans le matériau ferromagnétique. Cette anisotropie induite permet de favoriser une configuration spécifique des domaines magnétiques (longitudinaux ou transversaux) au sein du matériau, ce qui permet d'améliorer l'effet MI (Figure 1-7 (a)) [PANI 96]. La MI présente un pic seul pour un traitement longitudinal et pic double pour un traitement transversal (Figure 1-7 (b)) [MAKH 04]. Dans le cadre de cette étude, il faut s'assurer que les domaines magnétiques sont transversaux, ce qui favorise la rotation des moments lorsque le champ magnétique externe est appliqué selon l'axe longitudinal.

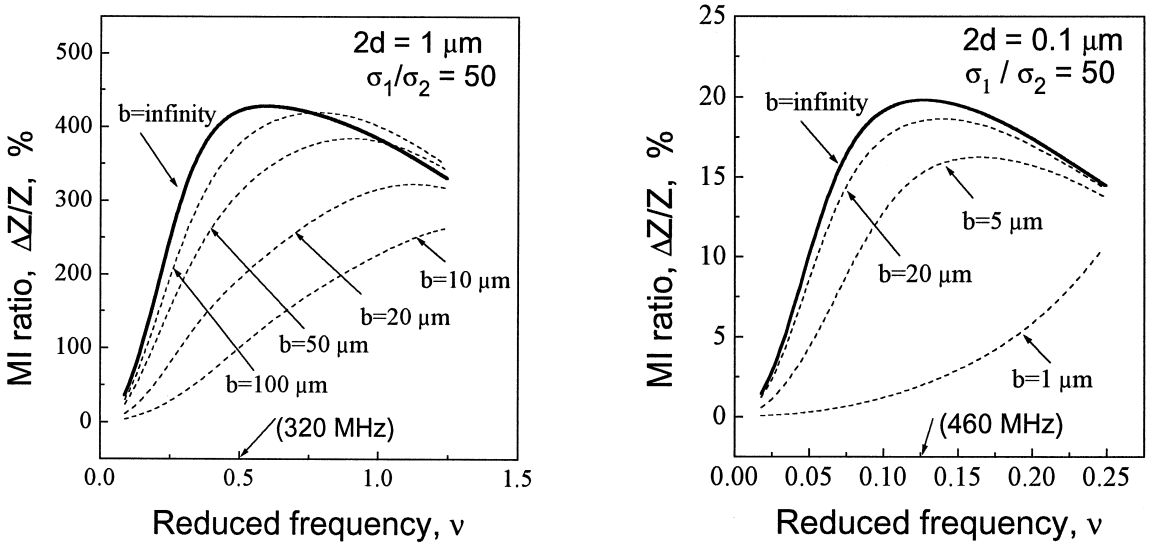


(a) [PANI 96] (b) [MAKH 04]

FIGURE 1-7 : Effet de l'anisotropie longitudinale et transversale appliquée lors du traitement thermique

1.6.3 Influence de la géométrie de la couche magnétique

Les paramètres géométriques tels que longueur, largeur et épaisseur du film magnétique interviennent sur l'effet de magnéto-impédance. Cette influence a été étudiée théoriquement par Makhnovskiy et Panina sur la structure tri-couche [MAKH 00]. La Figure 1-8 représente l'influence de largeur du film magnétique.



(a) (b)

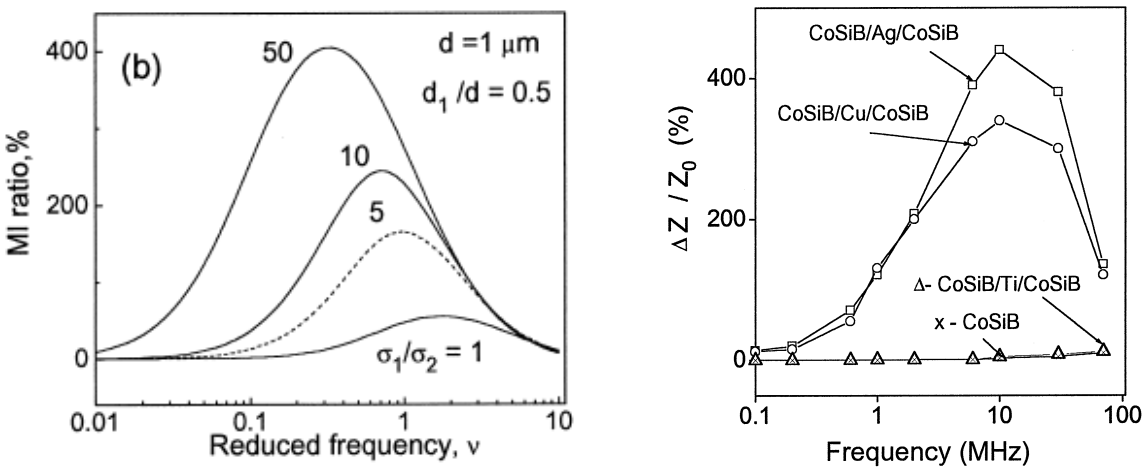
FIGURE 1-8 [MAKH 00]: (a) Influence de la largeur de la couche magnétique pour 2d=1 μm

(b) Influence de la largeur de la couche magnétique pour 2d=0.1 μm

Les indices 1 et 2 correspondent respectivement à la couche conductrice et à la couche magnétique. *b* est la largeur du film magnétique et *2d* est l'épaisseur totale des tri-couche (CoFeSiB/Cu/CoFeSiB). La « reduced frequency » *ν* est égale à $c^2/2\pi\sigma_F\omega\mu_k$, où μ_k est la perméabilité au champ d'anisotropie. D'après la figure, l'effet de magnéto-impédance augmente avec la largeur du film magnétique et la fréquence d'excitation optimale diminue. En comparant la Figure 1-8 (a) et (b), l'effet de magnéto-impédance en fonction de l'épaisseur est observée. Une couche magnétique plus épaisse implique un effet de magnéto-impédance plus élevé et une fréquence d'excitation plus faible.

1.6.4 Influence de la couche conductrice pour une structure tri-couche

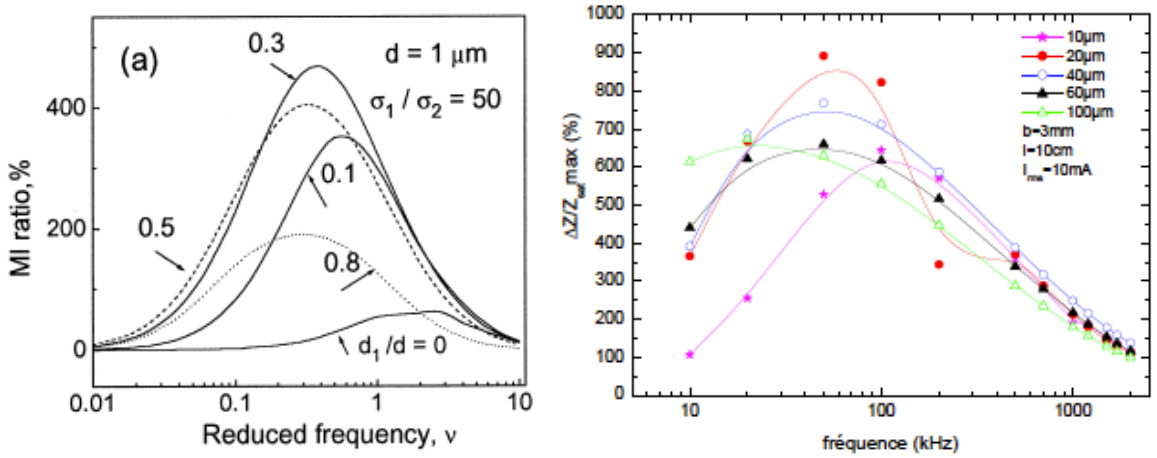
D'après la présentation précédente, la structure de tri-couche possède un effet de MI plus élevé et une fréquence d'excitation plus faible. Les paramètres de la couche conductrice également interviennent l'effet de magnéto-impédance. La Figure 1-8 représente la variation de magnéto-impédance en fonction de l'influence du rapport des conductivités (couche conductrice/couche magnétique) des deux constituants de la structure multicouche par étude théorique et expérimentale [PANI 00]. Il montre que les structures tri-couche possèdent une variation de magnéto-impédance plus importante, tout en diminuant la fréquence d'excitation du capteur. De plus l'augmentation de la conductivité du conducteur permet d'améliorer l'effet de magnéto-impédance et de diminuer la fréquence optimale, qui compense la diminution de l'épaisseur de peau.



(a) (b)

FIGURE 1-9 : Influence de la conductivité de la couche conductrice par étude théorique (a) et expérimentale (b) [PANI 00]

La Figure 1-10 montre que l'épaisseur de la couche conductrice est également un facteur déterminant pour la magnéto-impédance. Il existe une épaisseur optimale de la couche conductrice pour une épaisseur totale donnée. Au-delà de cette valeur, la magnéto-impédance diminue. Cette évolution a été observée expérimentalement par Bensalah (Figure 1-10 (b)) [BENS 05]. Probablement un grand entrefer apparaît entre les couches magnétiques pendant la fabrication si le conducteur est trop épais, ce qui empêche le recouvrement entre la couche magnétique et la couche conductrice, donc un problème de canalisation du champ magnétique implique une diminution de l'effet MI



(a) [PANI 00] (b) [BENS 05]

FIGURE 1-10 : Influence sur l'épaisseur de la couche conductrice par étude théorique (a) et expérimentale (b)

1.6.5 Influence de magnétostriction

La magnétostriction influence de façon importante la magnéto-impédance [BARA 04, COST 95, GARC 06]. En effet, selon le Tableau 1-3, l'effet le plus important est obtenu avec le matériau qui présente une magnétostriction nulle [PIRO 99]. Cette magnétostriction peut être modifiée par changement de composition du matériau ou, dans le cas du Finemet, par recuit. Ainsi, l'anisotropie dans le matériau sera minimisée, ce qui permettra de maximiser la perméabilité transverse.

Composition (x)	As-quenched λ_s ($\times 10^{-6}$)	As-quenched $[\Delta Z/Z]_{max}$ (%)	Annealed λ_s ($\times 10^{-6}$)	Annealed $[\Delta Z/Z]_{max}$ (%)
0.04	−0.48	3	−0.26	9
0.045	−0.35	4	−0.14	3
0.047	−0.30	13	−0.083	12
0.048	−0.28	2.5	−0.09	8
0.049	−0.20	11	−0.013	13
0.05	−0.16	14	0.065	7
0.053	−0.10	18	0.14	11
0.057	0	21	0.25	7.5

TABLEAU 1-3 : MI et magnétostriction dans des rubans de CoFeSiB de différente composition. La MI est mesurée à 100kHz avec un courant de 5mA [PIRO 99]

1.7 Conclusion

Selon la littérature, nous pouvons voir que le micro-capteur MI de structure tri-couche qui présente une fréquence d'excitation relativement faible et une haute sensibilité ainsi qu'une large bande passante élevée sera favorable pour l'application de CND par courants de Foucault. En utilisant la fabrication collective, des capteurs multiéléments seront réalisables afin de réduire le temps d'inspection. Les études sur les paramètres importants pour l'effet de MI montrent qu'un traitement thermique et une anisotropie induite dans le matériau magnétique peuvent permettre d'améliorer l'effet de MI. L'influence de la géométrie, l'effet de magnéto-impédance augmente avec la largeur du film magnétique et la fréquence d'excitation optimale diminue. Une couche magnétique plus épaisse implique un effet de magnéto-impédance plus élevé et une fréquence d'excitation plus faible. De plus l'augmentation de la conductivité du conducteur de la structure de tri-couche permet d'améliorer l'effet de magnéto-impédance et de diminuer la fréquence optimale. Enfin, l'effet MI le plus important est obtenu avec le matériau qui présente une magnétostriction faible.

Chapitre 2

Développement technologique de micro-capteurs à magnéto-impédance par pulvérisation/lift-off

2.1 Introduction

Afin d'obtenir des capteurs possédants une variation de magnéto-impédance élevée et une haute sensibilité pour l'application au contrôle non-destructif, le procédé de fabrication a été optimisé. Des capteurs MI de type multicouche (deux couches ferromagnétiques enserrant une couche de conducteur) ont été élaborés par microfabrication. Les développements technologiques liés à la fabrication seront présentés dans ce chapitre.

La couche magnétique utilisée dans ce travail est un alliage FeSiBCuNb amorphe à l'état de dépôt qui devient nanocristallin après un traitement thermique adapté. Pour la couche conductrice, le cuivre a été choisi en raison de sa conductivité élevée. Les films sont déposés par pulvérisation cathodique et structurés par une méthode de lift-off bicouche. Les conditions de dépôt par pulvérisation ont été optimisées en considérant la contamination en oxygène et la contrainte résiduelle dans la couche magnétique, qui influence la coercivité du matériau magnétique. La méthode de lift-off en bicouche utilisant deux types de résines sera présentée par la suite. L'influence d'un recuit sans champ ou sous champ magnétique sera également présentée.

2.2 Développement du dépôt par la pulvérisation cathodique

Le Finemet de composition $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$, un alliage amorphe puis nanocristallin après traitement thermique, a été utilisé comme couche ferromagnétique du capteur [YOSH 88, HITA 05]. Cet alliage comporte cinq éléments différents qu'il n'est pas possible d'évaporer de la même manière et à la même température. Par conséquent la pulvérisation cathodique en mode radiofréquence (RF) a été jugée préférable par rapport à la technique de dépôt par évaporation. Pour la couche conductrice, le cuivre est un bon candidat en raison de sa conductivité élevée, il est aussi aisé de le déposer par pulvérisation comme par évaporation.

2.2.1 Principe de la pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique est une méthode de dépôt physique sous vide qui permet de réaliser une couche de quelques nanomètres à quelques micromètres d'épaisseur à l'aide d'un plasma. Le principe du dépôt est représenté dans la Figure 2-1:

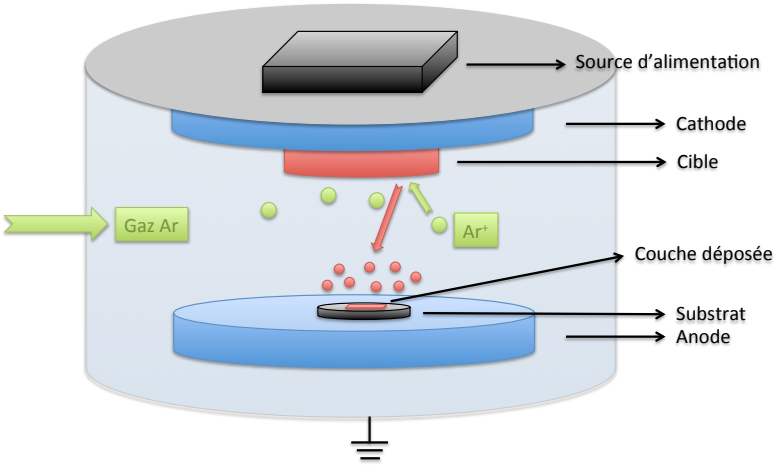


FIGURE 2-1 : Principe de la pulvérisation cathodique

Le bâti de pulvérisation cathodique contient deux électrodes : la cathode qui est constituée par le matériau qui doit être pulvérisé (cible) et l'anode constituée du substrat, sur laquelle le matériau se dépose. En appliquant une différence de potentiel suffisamment élevée (DC pour une cible conductrice et RF pour une cible isolante) entre la cathode et l'anode, un plasma froid (ions positifs et électrons) est créé grâce à une décharge électrique à base d'un gaz généralement neutre tel que l'argon à faible pression. Sous l'effet du champ électrique (en permanent pour un plasma DC et pendant une demi-période en plasma RF), les ions positifs de l'argon sont attirés vers la cathode et le bombardement permet d'éjecter des particules à partir de la surface du matériau. Ces particules sont projetées vers l'anode et forment une

couche sur le substrat. Pour un matériau isolant, la pulvérisation en mode DC n'est pas favorable parce que la surface de la cible va se charger en ions Ar^+ qui sont piégés en surface, ce qui va repousser les ions incidents et empêcher la pulvérisation. La génération d'un champ RF est donc nécessaire pour décharger, pendant une demi-période, la surface de la cible.

2.2.2 Optimisation des conditions du dépôt de Finemet

Afin d'optimiser les propriétés du capteur, l'évaporation d'une couche magnétique douce (coercivité faible) est une condition importante. Ainsi une optimisation des conditions du dépôt par pulvérisation cathodique a été réalisée. Les paramètres les plus influents sont la pression résiduelle dans le bâti, la pression pendant le dépôt et la puissance de dépôt.

Les travaux antérieurs du laboratoire montrent que la coercivité du matériau magnétique est fortement dépendante de la contamination en oxygène et de la contrainte résiduelle dans la couche magnétique [MOUL 11 2]. La Figure 2-2 montre l'influence de contamination en oxygène dans la couche magnétique sur le champ coercitif. Pour minimiser la coercivité du matériau, il faut limiter cette contamination pendant le dépôt. Ainsi la pression résiduelle du bâti doit être suffisamment faible (10^{-7} mbar) et la vitesse de dépôt la plus élevée possible. Dans ces conditions, nous avons travaillé avec une courte distance entre la cible et le substrat ainsi qu'à haute pression de travail de l'argon.

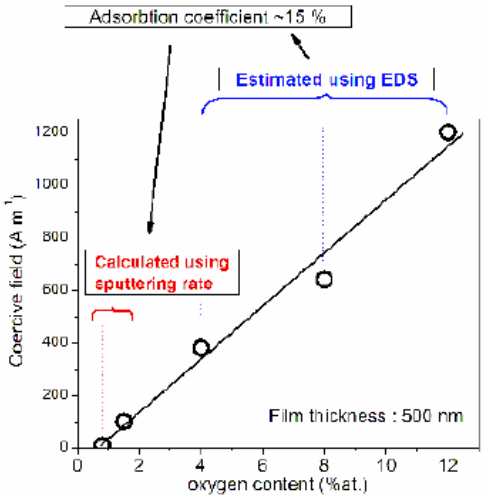


FIGURE 2-2 : Influence de la contamination d'oxygène sur le champ coercitif de la couche magnétique

Le deuxième paramètre qui intervient sur la coercivité du matériau est la contrainte dans le film. Cette contrainte provient du désordre atomique induit pendant le dépôt et de la dilatation thermique différentielle entre le substrat et le film. La contrainte induite pendant le dépôt est de l'ordre de 550 MPa pour une couche continue de Finemet de 2 pouces et

quelques MPa pour un motif de quelques mm². Celle-ci est liée à la condition du dépôt (pression, puissance etc.) et ne pourra être réduite que grâce au traitement thermique.

De plus, sans refroidissement de l'échantillon dans le bâti de la pulvérisation, il y a une élévation de la température de l'échantillon. Celle-ci induit une contrainte par dilatation thermique différentielle après refroidissement, ce qui peut être exprimé par :

$$\sigma_{exp} = (\mu_w - \mu_f)\frac{E_f}{1 - \upsilon_f}(\Delta T) = \alpha(\Delta T)$$

où μ_w et μ_f sont respectivement les coefficients de dilatation thermique du substrat et de la couche déposée, E_f et ν_f sont le module d'Young et le coefficient de Poisson de la couche déposée et ΔT la différence entre la température à la fin du dépôt et la température ambiante. Le lien entre la contrainte et l'anisotropie magnéto-élastique induite permet donc d'estimer une augmentation linéaire du champ coercitif avec la température initiale du substrat. En effet, l'élévation due au dépôt est sensiblement la même pour un temps donné. Ainsi, la température initiale de l'échantillon doit être limitée. Par conséquent, pour chaque dépôt, il faut attendre le refroidissement complet du bâti. Cela a été vérifié expérimentalement. La Figure 2-3 montre que le champ coercitif du matériau augmente avec la température initiale du substrat.

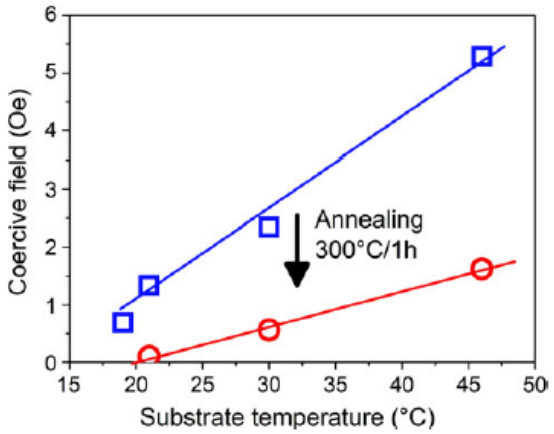


FIGURE 2-3 : Champ coercitif en fonction de la température initiale du substrat sans recuit et avec recuit à 300°C pendant 1h (Echantillon Finemet de 2mm carrés)

Enfin pour obtenir une couche de Finemet homogène et présentant des propriétés magnétiques douces, les conditions du dépôt par la pulvérisation utilisées sont les suivantes :

- La pression résiduelle est de 10^{-7} mbar.
- Les pressions de travail sont respectivement de 30 mTorr d'argon pour le Finemet et 6,5 mTorr d'argon pour le cuivre.
- La puissance du dépôt en mode RF est proche de 220 W pour le Finemet et celle du dépôt en mode DC de 50 W pour le cuivre.
- Température initiale du substrat est la température ambiante

2.3 Pulvérisation cathodique et lift-off bicouche

Le procédé de lift-off permet de réaliser des microstructures pour des matériaux difficiles à graver par voie humide ou par gravure sèche en utilisant un matériau sacrificiel, typiquement une résine. Par pulvérisation cathodique (en utilisant le lift-off classique), à cause du caractère non directionnel lié à la pression de travail élevée et de la distance très courte entre la cible et le substrat, le matériau est déposé également sur le flanc intérieur, ce qui pose un problème de défaut sur le bord du motif après la dissolution de la résine (voir Figure 2-4). Par ailleurs, la technique de pulvérisation cathodique induit une contrainte en tension sur le film déposé, ce qui a une tendance à le déformer et à permettre d'autant mieux au dépôt de pénétrer sous les flancs.

FIGURE 2-4 : Problème lié au dépôt non directif et lift-off classique. L'angle de la résine est de l'ordre de 45°C

Les Figure 2-5 (a) et (b) représentent le dépôt de Finemet par pulvérisation avant et après lift-off avec la résine TI35. Il est clair que le profil était déformé après le dépôt de métal, ce qui implique un défaut évident sur les bords du motif après le lift-off.

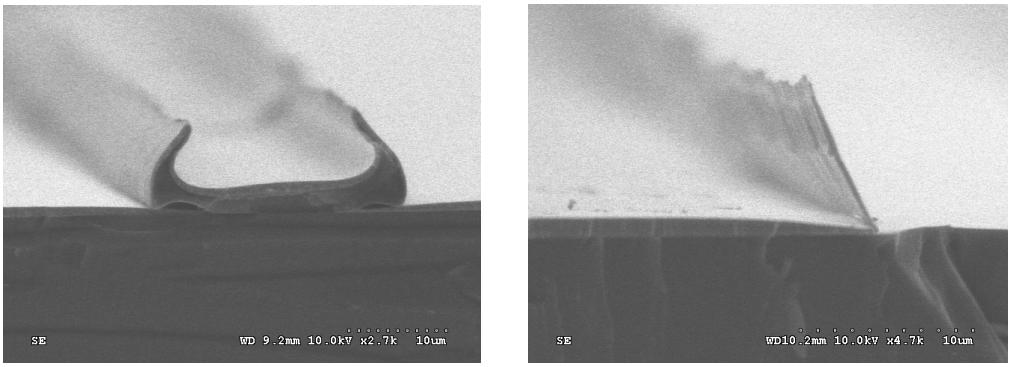


FIGURE 2-5 : Dépôt de Finemet avec lift-off classique

Par conséquent, nous avons proposé un procédé de lift-off en bicouche impliquant une résine de 3 µm non- photosensible (LOR30b) ainsi qu'une couche rigide de SiO_2 déposée à basse température (150°C) par PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition). Cette technique permet de ne pas détériorer la couche inférieure (résine LOR30b). La silice est elle-même structurée à l'aide d'une résine classique (S1818) et d'une étape de gravure RIE (Reactive Ion Etching). Cette méthode nous permet d'obtenir un profil spécial présenté dans la Figure 2-6. Avec cette structure, nous avons une zone de sous-gravure latéralement plus importante par rapport à la profondeur, qui permet de supposer un angle de dépôt plus important qu'avec un lift-off classique.

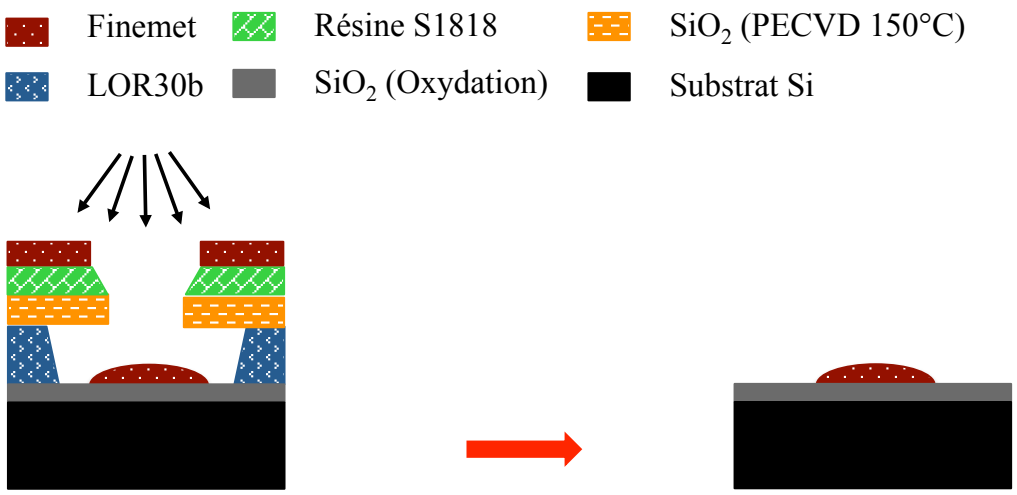
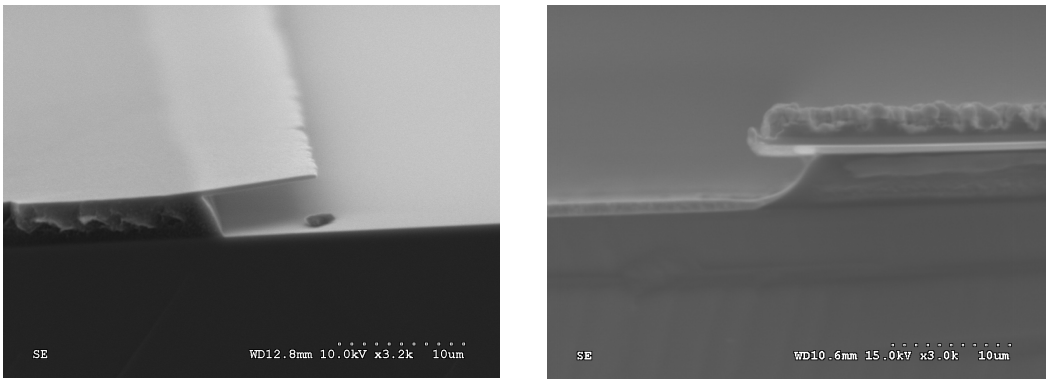


FIGURE 2-6 : Dépôt non directif et lift-off en bicouche

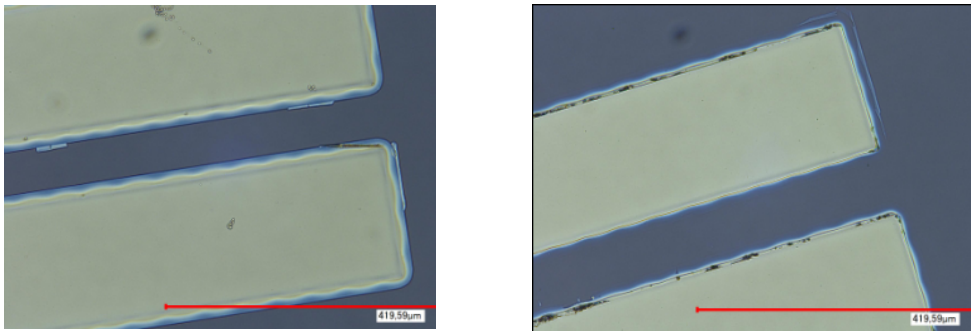
La Figure 2-7 (a) représente le profil obtenu avec le lift-off bicouche. La couche de silice a une épaisseur de 500 nm. Cette couche de silice, grâce à sa rigidité, a créé un masque permettant d'une part d'éviter le dépôt sur le flanc, d'autre part de supporter la contrainte induite par la pulvérisation.



(a) Profil obtenu avant dépôt de Fineme (b) Profil obtenu près dépôt de Finemet sans lift-off

FIGURE 2-7 : Dépôt de Finemet avec lift-off bicouche

Avec cette technique, de meilleures couches magnétiques sans flambement ont été obtenues, ce qui est présenté dans la Figure 2-7 (b). Selon l'image vue par le microscope optique (Figure 2-8 (a)), des petits défauts sont également présents mais beaucoup moins que la technique de lift-off classique. Ces défauts sont probablement liés à l'existence, même faible, d'une certaine conformité de dépôt.



(a) (b)

FIGURE 2-8 : Gravure humide avec une résine de protection

(a) Finemet de 500nm avant gravure humide (b) Finemet de 500nm après gravure humide

L'épaisseur de ces défauts est de l'ordre de quelques nanomètres. Ils peuvent être éliminés par une gravure humide. Différentes solutions ont été testées après avoir protégé les motifs avec un masque de résine. C'est la solution de gravure d'aluminium qui s'est révélé la plus efficace (voir Figure 2-8 (b)).

2.4 Influence du traitement thermique

Le Finemet de composition FeSiCuNbB est un matériau ferromagnétique doux et un alliage initialement amorphe. Le traitement thermique permet d'activer le processus de nanocristallisation qui est à l'origine des propriétés douces [YOAH 88, HITA 05]. La Figure 2-9 représente le principe de nanocristallisation du Finemet par traitement thermique.

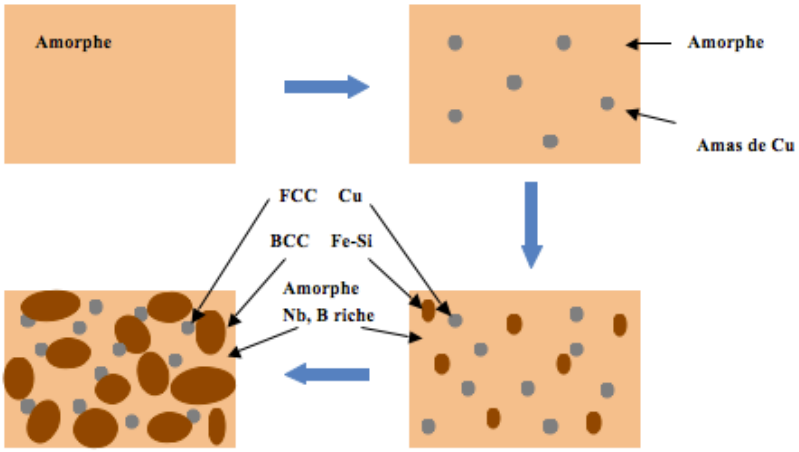
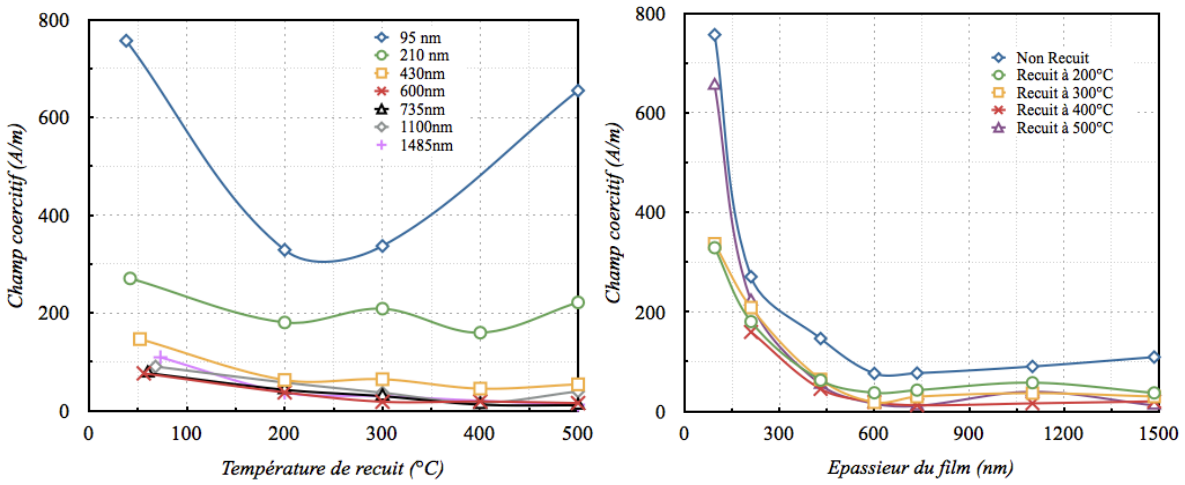


FIGURE 2-9 : Evolution de microstructure d'un alliage amorphe Finemet vers l'état nanocristallin après traitement thermique

A début du traitement, des amas de cuivre apparaissent dans la matrice amorphe, puis croissent progressivement pour former des cristaux de cuivre à structure cubique face centrée (FCC), ce qui permet de favoriser la germination des nano-cristaux Fe-Si de structure cubique centrée (BCC). Puis le niobium bloque la croissance des grains et reste dans la phase amorphe stabilisée. Ce phénomène de nanocristallisation mène à une anisotropie magnétostrictive quasi-nulle par compensation des effets magnéto-élastiques respectivement positif et négatif dans les grains FeSi et la matrice amorphe. Ce processus de nanocristallisation permet au matériau de devenir plus doux.

Pour optimiser les propriétés magnétiques dans le film, nous avons réalisé une étude sur l'influence du traitement thermique (tous les recuits ont été réalisés à une température donnée pendant 1h). La chambre de dépôt possède un four permettant le recuit sous vide d'échantillons. Le taux d'échauffement est réglé à 10 °C/min avec une température maximale de 600°C. Les échantillons carrés de 1 mm^2 ont été préparés par pulvérisation cathodique et structurés en utilisant un masque mécanique. Les mesures magnétiques ont été réalisées par AGFM (Alternating Gradient Force Magnetometer) qui permet de caractériser l'aimantation (en mesurant le moment magnétique) du film magnétique en fonction du champ magnétique.

La Figure 2-10 (a) représente une évolution du champ coercitif en fonction de la température de recuit. Le champ coercitif diminue puis remonte avec la température du recuit. Une température optimale qui dépend de l'épaisseur du film est obtenue. Cette température optimale a une tendance de croissance avec l'épaisseur du film. La variation du champ coercitif en fonction d'épaisseur des films a également été étudiée. Elle est présentée dans la Figure 2-10 (b), ce qui met en évidence une décroissance de champ coercitif avec l'épaisseur du film.



(a) (b)

FIGURE 2-10 : Champ coercitif en fonction de température de recuit (a) et d'épaisseur du film (b)

Nous avons également fait une étude sur les échantillons réalisés par lift-off. Les échantillons de 1 mm carré d'épaisseur de 500nm ont été préparés avec un traitement thermique à 300°C pendant 1h avec ou sans champ magnétique. La Figure 2-11 montre que le traitement thermique permet de diminuer le champ coercitif, ce qui est favorable pour l'application du capteur MI. En revanche, le champ coercitif de l'échantillon réalisé par lift-off est plus important que celui préparé par masque mécanique. Ceci peut être expliqué par l'échauffement de l'échantillon pendant le dépôt, ce qui augmente la contrainte dans le film (explication présentée dans le chapitre 2.2.2).

L'aimantation de saturation peut être calculé par :

$$J_s = \frac{\mu_0 M_s}{V} = 1.13\ T$$

Cette valeur est proche de la valeur pour le matériau massif (1.2 T).

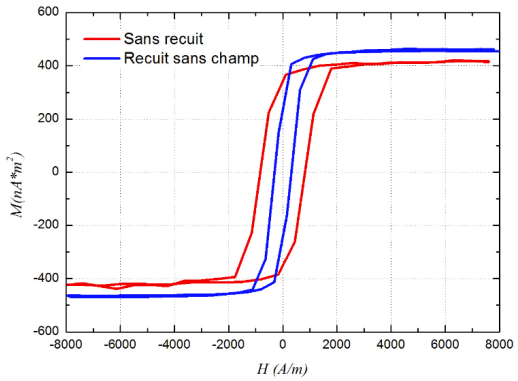


FIGURE 2-11 : Mesure magnétique sur les échantillons préparés par lift-off

De plus, le traitement thermique peut être effectué sous champ magnétique à l'aide d'un aimant permanent (dispositif présenté dans la Figure 2-12). Les travaux antérieurs dans le laboratoire montre que le traitement thermique avec ce dispositif permet d'induire une anisotropie dans le film magnétique (Figure 2-13) [MOUL 11 2]. Cette anisotropie peut être déterminée en mesurant parallèlement et perpendiculairement à la direction du champ appliqué pendant le recuit.

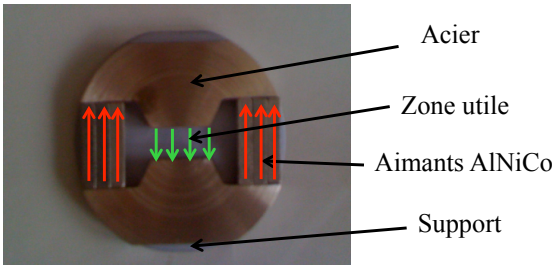


FIGURE 2-12 : Dispositif pour le recuit sous champ magnétique

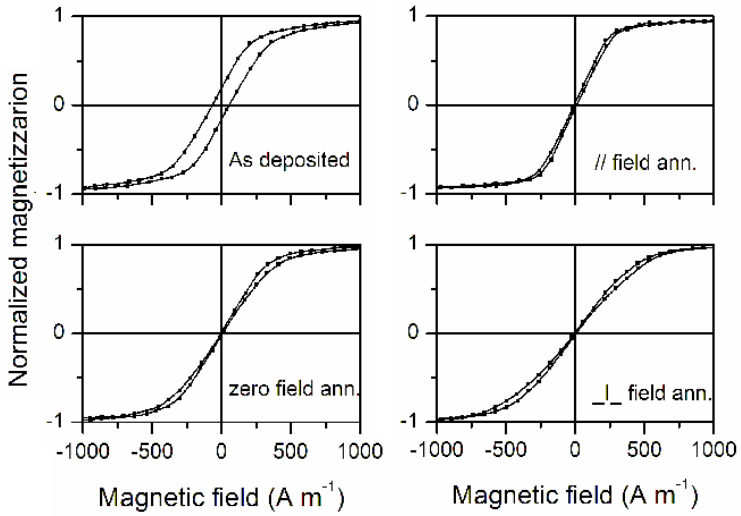


FIGURE 2-13 : Influence du recuit sous champ magnétique à 300°C [MOUL 11 2]

2.5 Procédé de fabrication par lift-off bicouche

Bien que les performances des micro-fils soient supérieures aux autres structures, leur fragilité mécanique ainsi que leur faible potentiel d'intégration et de compatibilité aux technologies microélectroniques sont des inconvénients. Le choix s'est donc porté sur la structure en film mince de type multicouche. Les capteurs réalisés sont constitués de trois couches Finemet/Cuivre/Finemet, deux couches de matériau ferromagnétique enserrant une couche de conducteur (voir Figure 2-14). Les films ont été déposés par pulvérisation cathodique et structurés par la méthode développée et présentée dans la section 2.3.

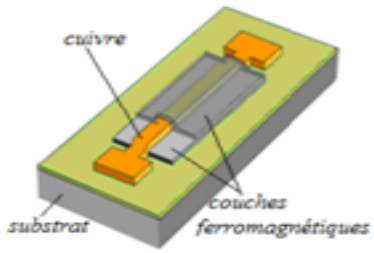


FIGURE 2-14 : Capteur en structure de « sandwich »

Le procédé de fabrication est constitué de trois étapes principales : la préparation du masque, le dépôt du matériau (magnétique ou conducteur) par pulvérisation cathodique puis le lift-off (voir Figure 2-15). Chaque étape va être détaillée dans la suite.

(a) Enrésinement et dépôt des couches constituant le masque

Deux types de résine sont déposés sur un substrat de Si oxydé (100nm de SiO_2 pour isolation électrique) : une résine non-photosensible LOR30b d'une épaisseur d'environ 3 µm, recuite à 180°C pendant 300s et une autre résine classique photosensible S1818 d'une épaisseur de 1.8 µm, recuite à 115°C pendant 90s. Entre ces deux résines, une couche de SiO_2 de 500 nm est déposée par PECVD à basse température (150°C) et à basse fréquence (la résine de la LOR30b ne supporte pas la température standard de dépôt par PECVD qui est de 300°C pour un procédé standard).

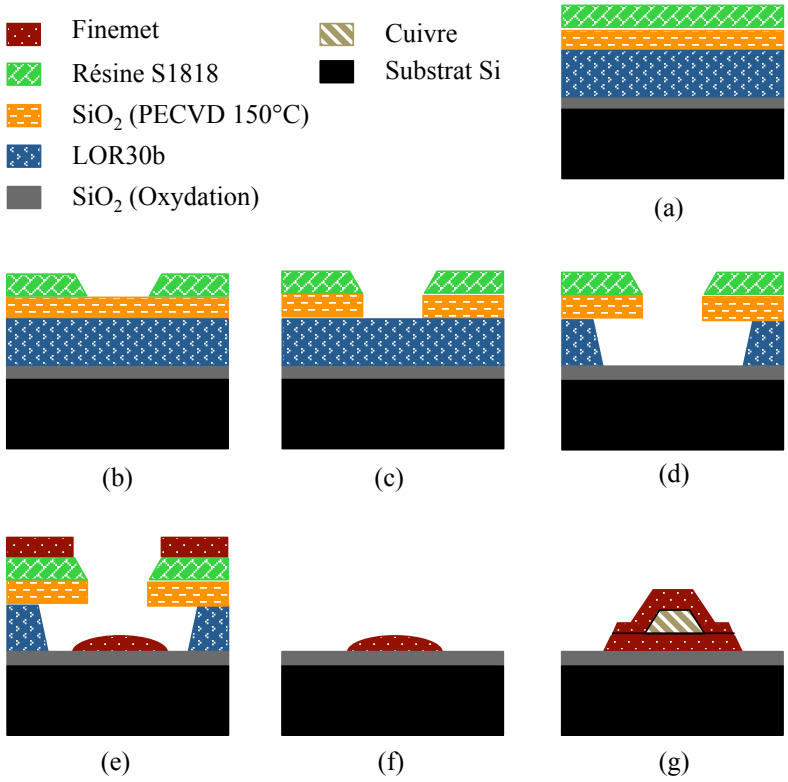


FIGURE 2-15 : Procédé de fabrication des micro-capteurs

(b) Lithographie de la résine S1818

La résine S1818 est insolée par un rayonnement UV sous un masque portant les motifs des micro-capteurs avec une énergie de 55 mJ/cm^2 et ensuite développée dans un mélange de 351/EDI (1 : 4) pendant 25s. La Figure 2-16 représente une partie des masques utilisés pour la fabrication des micro-capteurs MI. Les parties jaune et verte correspondent respectivement aux couches magnétique et conductrice.

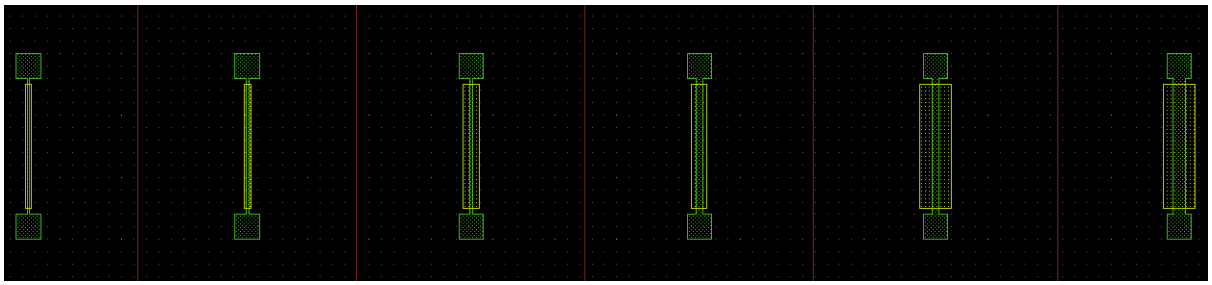


FIGURE 2-16 : Masques utilisés pour la fabrication des micro-capteurs

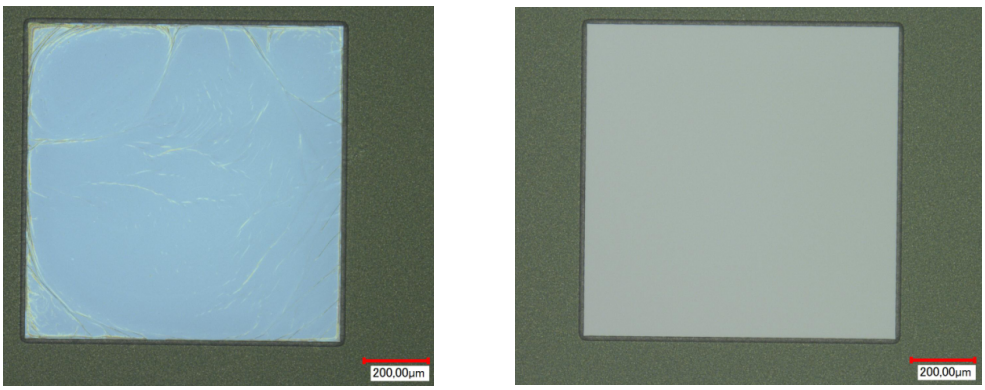
Les dimensions des micro-capteurs existants sont présentées dans le Tableau 2-1 :

Longueur de Finemet 1 mm		Longueur de Finemet 2.5 mm		Longueur de Finemet 5 mm	
Largeur de Finemet (µm)	Largeur de Cuivre (µm)	Largeur de Finemet (µm)	Largeur de Cuivre (µm)	Largeur de Finemet (µm)	Largeur de Cuivre (µm)
50	10	50	10	50	10
	25		25		25
125	25	125	25	125	25
	50		50		50
250	50	250	50	250	50
	100		100		100

Tableau 2-1 : Dimensions des micro-capteurs

(c) Gravure RIE de la SiO_2

Dans cette étape, pour graver la silice en profondeur et obtenir les ouvertures nécessaire au développement de la LOR, nous avons réalisé une gravure anisotrope par RIE. Il s'agit d'une gravure physique réactive avec un plasma. La vitesse de gravure de SiO_2 par CHF_3 avec le programme utilisé est d'environ 55 nm/min. Afin d'optimiser le temps de gravure, une détection optique interférométrique a été utilisée en temps réel. Après cette étape, il faut soumettre l'échantillon à un plasma d'oxygène pendant 1 min30s pour éliminer les résidus de polymère de surface localisés dans les ouvertures. En effet, des polymérisations ont lieu pendant la phase de gravure, qui engendre des résidus sur l'échantillon après la sous-gravure de la LOR30b s'ils ne sont pas éliminés avant (voir Figure 2-17).



(a) (b)

FIGURE 2-17 : Images vues au microscope optique après développement de la LOR30b

(a) : Sans traitement par un plasma O_2 après la gravure RIE

(b) : Avec un traitement par un plasma O_2 après la gravure RIE

(d) Développement de la résine LOR30b

La LOR30b, est dissoute par le solvant MF319 de façon isotrope à partir des ouvertures supérieures dans cette étape. La Figure 2-18 représente l'image du moule bicouche avec une sous-gravure importante vue par microscopie optique :

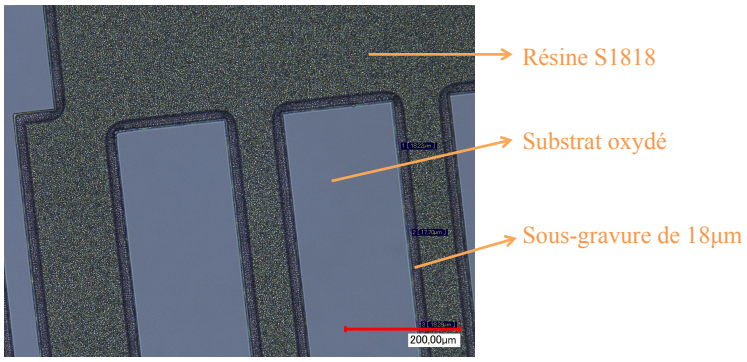


FIGURE 2-18 : Moule de MI préparé après la sous-gravure par MF319 pendant 2min30s

La vitesse de sous-gravure a été calibrée avec différents temps d'immersion dans le développeur. La Figure 2-19 montre que la largeur de sous-gravure de la LOR30b en fonction du temps n'est pas strictement linéaire. Nous trouvons que la vitesse est plus rapide au début et qu'elle décroit au cours de la gravure, certainement par manque de régénération du développeur sous le masque.

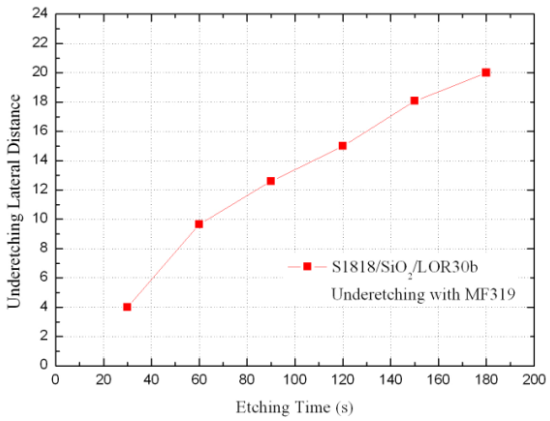


FIGURE 2-19 : Sous-gravure de la LOR30b en fonction du temps de la gravure

(e) Dépôt de Finemet ou de cuivre.

Le Finemet et le cuivre sont déposés par pulvérisation cathodique (RF et DC respectivement) avec les conditions optimisées (voir chapitre 2.2.2). Avant chaque dépôt de film, une couche fine de Ti est déposée afin d'augmenter l'adhérence entre les films. De plus, au-dessus de chaque film magnétique, une couche de Ti est également déposée de façon à protéger le film contre l'oxydation. La couche de Ti est élaborée par pulvérisation cathodique DC avec un gaz

d'argon de 30 mTorr.

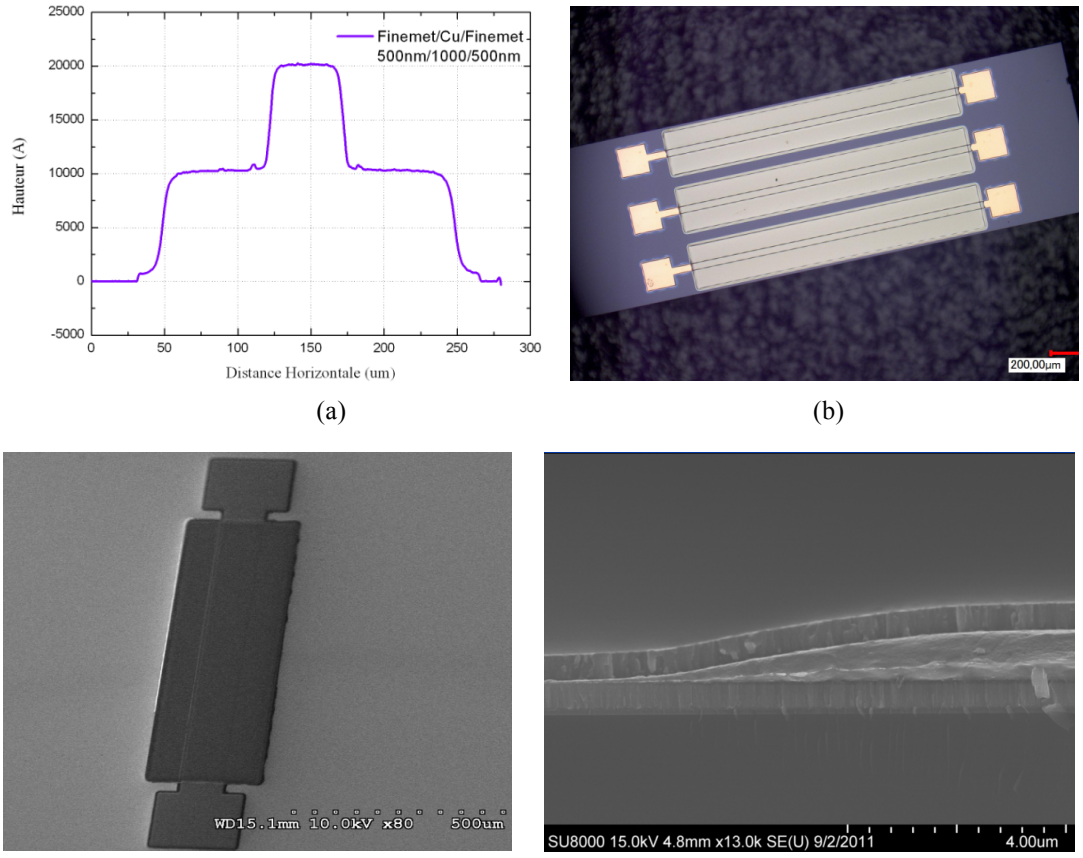
(f) Lift-off
L'échantillon est immergé dans le Remover PG (un solvant purement organique qui ne détériore pas le cuivre) chauffé à 60°C pendant une heure avec changement de solution chaque demi-heure, ce qui permet à la résine LOR30b d'être dissoudre et d'obtenir les motifs.

(g) Dépôt des trois couches en répétant les étapes (a) - (f)
Afin de réaliser la structure de multicouche Finemet/Cuivre/Finemet, nous répétons les étapes (a) - (f) pour chacune couche. Le masque de lithographie des deux couches ferromagnétiques est le même, celui du cuivre est différent (piste plus étroite et plus longue pour les contacts électriques)

Avec les étapes de fabrication décrites ci-dessus, nous pouvons obtenir les capteurs en structure multicouche. Un recuit sous champ magnétique de l'ordre de 50kA/m est effectué à 300°C pendant une heure, ce qui permet de diminuer le champ coercitif du matériau magnétique par relaxation des contraintes et d'introduire une anisotropie dans la direction du champ appliqué.

2.6 Caractérisation dimensionnelle du micro-capteur

Après la fabrication des capteurs, leurs dimensions ont été vérifiées. Les Figures 2-20 (a), (b), (c) et (d) représentent respectivement le profil vu par profilomètrie mécanique, les images vues par microscopie optique, et des images vues au-dessus et en coupe par microscopie électronique à balayage (MEB). Elles montrent que la structure multicouche est obtenue. La technique de lift-off en bicouches permet d'une part de limiter la présence de défauts au bord des motifs, d'autre part d'obtenir un bon recouvrement de la couche de cuivre par la couche magnétique afin de refermer les lignes de champ dans la direction transverse, ce qui est une condition importante pour un effet de MI élevé et une grande sensibilité du capteur.



(a) (b)

(c) (d)

FIGURE 2-20 : Caractérisation dimensionnelle du capteur par profilométrie mécanique (a), optique (b), et par microscopie électronique à balayage (c)

2.7 Conclusion

Dans ce chapitre, nous nous sommes focalisés sur les procédés de microfabrication des capteurs à base de Finemet. Des capteurs de structure tri-couches, c'est-à-dire deux couches ferromagnétiques enserrant une couche de cuivre, ont été réalisés. Les films sont élaborés par pulvérisation cathodique et structurés par une méthode de lift-off en bicouche. Les conditions de dépôt par pulvérisation ont été optimisées en considérant la contamination en oxygène et la contrainte résiduelle dans la couche magnétique, qui influence la coercivité du matériau magnétique. La méthode du lift-off en bicouche (silice déposée par PECVD à basse température et LOR30b) implique une sous-gravure latérale plus importante permettant d'éviter le dépôt sur le bord du film. L'influence du traitement thermique sans champ et sous champ magnétique a été également étudiée. Le traitement thermique sous champ magnétique permet de diminuer le champ coercitif du matériau magnétique et d'introduire une anisotropie transversale ou longitudinale dans la couche magnétique selon la direction du champ appliqué. La caractérisation dimensionnelle par MEB confirme que cette méthode de fabrication permet d'obtenir un bon recouvrement entre la couche magnétique et la couche de cuivre et de créer un circuit magnétique fermé, ce qui est une condition importante pour un effet de MI élevé et une grande sensibilité du capteur.

Chapitre 3

Caractérisation électrique des micro-capteurs à magnéto-impédance

3.1 Introduction

La capacité à détecter des défauts enterrés dans les matériaux métalliques en utilisant la technique de contrôle non destructif (CND) par courants de Foucault implique une grande sensibilité, linéarité et directivité du capteur avec une bande passante adaptée. Dans ce chapitre, nous présentons les méthodes utilisées pour caractériser les micro-capteurs à magnéto-impédance (MI) qui ont été fabriqués pendant la thèse. Cette caractérisation passe par la mesure de l'impédance des capteurs MI. Les réponses du capteur en champ magnétique statique et dynamique sont obtenues par les caractérisations en mode DC et AC en terme de sensibilité, linéarité, directivité et bande passante. L'influence de paramètres comme la température de recuit et les dimensions du capteur a été étudiée. Un circuit résonant avec un condensateur placé en parallèle au capteur a été élaboré afin d'améliorer sa réponse. Une méthode basée sur une double démodulation d'amplitude a été employée pour la caractérisation fréquentielle. Le meilleur micro-capteur présente une bonne sensibilité (de l'ordre de 4200 Ω/T) avec la nécessité d'un champ de polarisation faible de 1.5 mT pour travailler en zone linéaire sans hystérésis, une plage de linéarité de plusieurs centaines de µT et une réponse directive préférentiellement longitudinale. La plage de fréquence de fonctionnement (bande passante) obtenue à ce jour (du DC à 300 kHz) rend le capteur utilisable pour des applications basses fréquences visant à détecter des défauts profonds tout

autant qu'à la détection de défauts surfaciques.

Les dimensions des capteurs caractérisés et présentés dans ce chapitre sont listées dans le tableau 3-1.

N° du capteur	Epaisseur du Finemet (nm)	Epaisseur du cuivre (nm)	Largeur du Finemet (µm)	Largeur du cuivre (µm)	Longueur du capteur (µm)	Recuit
A1	500	1000	300	50	3000	Transversal
A2	500	1000	250	100	5000	Transversal
A3	500	1000	250	50	5000	Transversal
A4	500	1000	125	50	5000	Transversal
A5	500	1000	125	25	5000	Transversal
A6	500	1000	250	100	2500	Transversal
A7	500	500	125	50	5000	Transversal
A8	500	500	125	25	5000	Transversal
A9	500	500	50	25	5000	Transversal
A10	500	500	250	100	2500	Transversal
A11	500	500	250	50	1000	Transversal
B1	500	500	250	100	5000	Longitudinal
B2	500	500	250	100	2500	Longitudinal
B3	500	500	250	100	1000	Longitudinal

Tableau 3-1 : Dimensions des capteurs MI caractérisés

3.2 Mesure d'impédance en champ continu (mode DC)

L'impédance est une propriété du capteur dont la signification n'a d'existence que dans le cas d'un régime linéaire et harmonique. Elle est complexe avec une partie réelle résistive et une partie imaginaire inductive :

$$Z(\omega) = R(\omega) + j\omega L(\omega)$$

Avec Z : impédance, ω : pulsation, R : résistance et L : inductance.

Généralement, la détermination de l'impédance d'un capteur MI est réalisée en l'alimentant avec un courant connu (I_{MI}) et en observant la tension à ses bornes (V_{MI}). L'impédance du capteur s'est déduit par :

$$Z_{MI} = \frac{V_{MI}}{I_{MI}} = |Z_{MI}(\omega)|e^{-j\Phi_{MI}(\omega)}$$

Où $|Z_{MI}|$ et Φ_{MI} sont respectivement le module et la phase de l'impédance.

Nous savons que l'impédance du capteur MI varie en fonction du champ magnétique externe. Pour caractériser cette variation, nous définissons deux facteurs classiques comme ci-dessous où l'effet de MI (%) représente la variation relative de l'impédance du capteur (Z_{MI}) par rapport à Z_{MIsat} (l'impédance du capteur à champ de saturation) ou à Z_{MI0} (impédance du capteur à champ nul) [PANI 95]:

$$MI\% = \frac{\Delta Z_{MI}}{Z_{MIsat}} \times 100\% = \frac{Z_{MI} - Z_{MIsat}}{Z_{MIsat}} \times 100\%$$

ou

$$MI\% = \frac{\Delta Z_{MI}}{Z_{MI0}} \times 100\% = \frac{Z_{MI} - Z_{MI0}}{Z_{MI0}} \times 100\%$$

L'effet de MI% est souvent utilisé pour caractériser les propriétés des matériaux ferromagnétiques. Toutefois un facteur plus pertinent pour quantifier la capacité du capteur à détecter un champ faible est la sensibilité, c'est-à-dire le rapport de la variation de l'impédance sur la variation du champ magnétique ΔH :

$$S = \frac{\Delta Z_{MI}}{\mu_0 \Delta H}$$

Avec S : sensibilité du capteur, ΔZ_{MI} : variation d'impédance, ΔH : variation du champ magnétique externe.

La détection ci-dessus de la sensibilité a été adoptée car dans la plupart des articles scientifiques ou d'ingénierie, la sensibilité est caractérisée en Ω/T pour caractériser la sensibilité d'un capteur. Cela correspond à une variation d'impédance ΔZ_{MI} sur la variation du champ d'induction magnétique ΔB (en considérant $B = \mu_0 H$ pour un champ magnétique à l'air). Pour pouvoir comparer avec les capteurs de la littérature, nous utilisons les unités Ω/T pour décrire la sensibilité du capteur et Tesla pour le champ dans le domaine du CND. Dans les autres cas, l'A/m sera utilisé pour identifier un champ magnétique.

3.2.1 Utilisation d'un circuit résonant

Un circuit résonant LC peut être utilisé afin d'augmenter la réponse du capteur [LEE 02]. Celui-ci peut être considéré comme une résistance et une inductance en série. Un circuit résonant RLC est alors construit directement en connectant un condensateur en parallèle avec le micro-capteur (Figure 3-1).

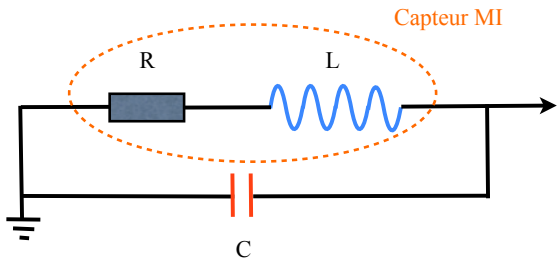


FIGURE 3-1 : Circuit résonant RLC

L'impédance totale du circuit est représentée par :

$$Z = \frac{R + j\omega L}{1 + j\omega RC - \omega^2 LC}$$

La fréquence de résonance et le module de l'impédance à cette fréquence sont alors:

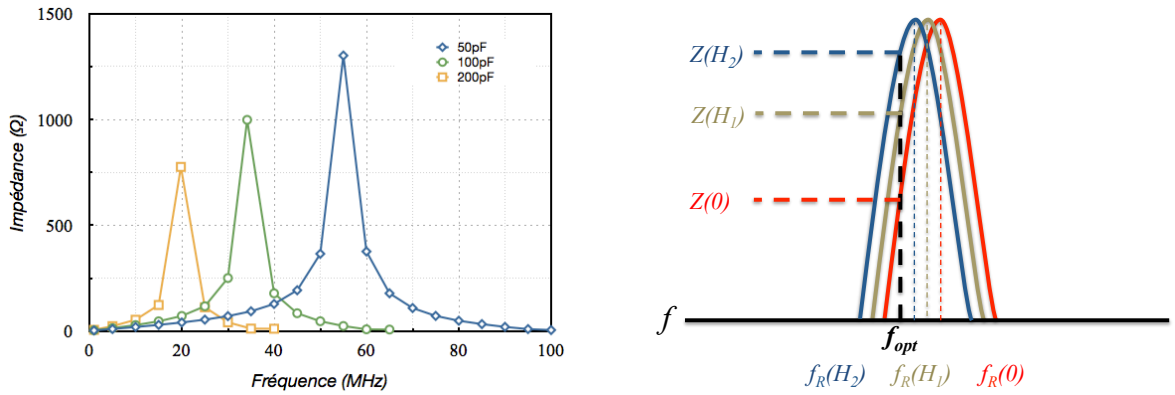
$$f_{res} = \frac{\omega_{res}}{2\pi} = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}} \quad et \quad |Z_{res}| = \frac{L}{RC}\sqrt{1 + \frac{R^2C}{L}} \approx \frac{L}{RC} \quad o\grave{u} \; R^2C \ll L$$

Le facteur de qualité est :

$$Q = \frac{1}{2R}\sqrt{\frac{L}{C}}$$

La résistance et l'inductance du capteur sont de l'ordre de quelques Ω et de quelques nH respectivement, ce qui est lié aux propriétés des matériaux et à la géométrie du capteur. La Figure 3-2 (a) représente l'impédance du capteur MI (type A1) avec différentes capacités en parallèle sans champ magnétique appliqué. L'effet de circuit résonant est bien obtenu en fonction de la fréquence d'excitation. Nous trouvons que plus la capacité en parallèle est petite, plus la fréquence de résonance est grande et plus l'impédance à la fréquence de résonance est grande, ce qui est bien adapté aux formules présentées ci-dessus.

En travaillant autour de la fréquence de résonance du circuit, nous pouvons obtenir de fortes variations d'impédance en fonction du champ externe et donc une meilleure sensibilité. Cependant cette fréquence de résonance en champ nul ne correspond pas exactement au point de fonctionnement optimal en termes de sensibilité. En effet, cette dernière est liée également au décalage de la fréquence de résonance et à la variation d'amplitude due à la présence d'un champ magnétique. Comme la montre dans la Figure 3-2 (b), en appliquant un champ magnétique (H_1 ou H_2) sur un capteur donné, la résistance et l'inductance varient avec ce champ appliqué, ainsi la fréquence de résonance ($f_R(H_1)$ ou $f_R(H_2)$) va être décalée. De cette manière, la fréquence d'excitation optimale f_{opt} est légèrement inférieure ou supérieure à la fréquence de résonance à champ nul $f_R(0)$. A cette fréquence optimale, une grande variation d'impédance sera obtenue ($Z(H_1)$ ou $Z(H_2)$ par rapport à $Z(0)$). La variation d'autant plus importante que le pic de résonance sera étroit, donc que le facteur de qualité du circuit RLC sera élevé.



(a) (b)

FIGURE 3-2 : (a) Impédance en fonction de la fréquence d'excitation sans champ magnétique avec différents condensateurs en parallèle avec du capteur MI

(b) Impédance en fonction de la fréquence avec champ magnétique appliqué pour un capteur MI donné

En pratique, le condensateur en parallèle a été obtenu au moyen du câble coaxial reliant le capteur MI à l'entrée du Lock-in. Les câbles coaxiaux standards utilisés ont une capacité de 100 pF/m. Pour les parties suivantes, les mesures ont été effectuées en utilisant un câble coaxial de 1 m donc un condensateur de 100 pF en parallèle, ce qui correspond à une fréquence de résonance proche de 30 MHz.

3.2.2 Méthode de mesure de l'impédance du capteur MI en champ magnétique continu

Pour caractériser l'évolution de l'impédance des capteurs en fonction du champ magnétique continu externe, nous avons réalisé un banc de test qui est schématisé dans la Figure 3-3.

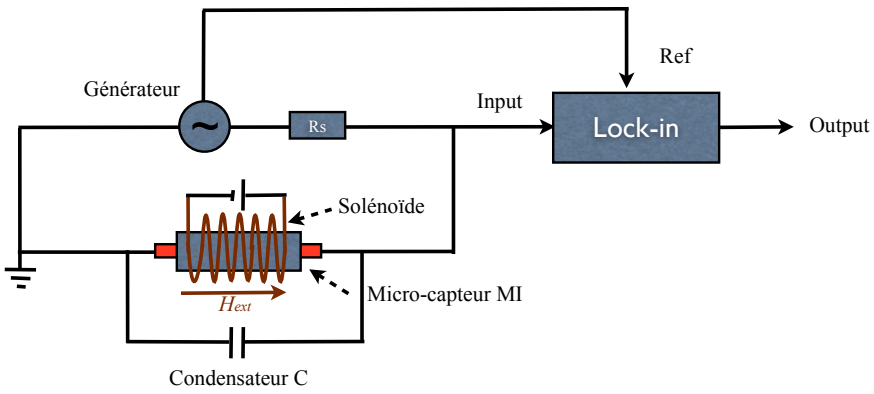


FIGURE 3-3 : Méthode de mesure d'impédance en champ continu

Le micro-capteur MI est excité par une source de tension (générateur, GBF, ROHDE&SCHWARZ AM300) de quelques kHz à quelques dizaines MHz. Le capteur MI est mis en série avec une résistance de valeur 1 kΩ. La valeur de la résistance étant très supérieure à l'impédance du capteur, elle permet de fixer la valeur du courant circulant dans le capteur indépendamment du champ magnétique externe. Le courant traversant le capteur a été fixé à 1 mA_{rms} (tension du générateur de 1 V_{rms}). Le champ magnétique externe (champ continu) est créé par un solénoïde placé autour du capteur et contrôlé par une alimentation continue. Ce système permet de générer un champ magnétique de 0 jusqu'à 7500 A/m. La tension mesurée aux bornes du capteur grâce à une détection synchrone (STANFORD RESEARCH SYSTEM SR844) et le courant traversant le capteur nous permettent de déterminer l'impédance du capteur. La détection synchrone permet de décomposer le signal électrique en module et en phase. Elle peut être simplifiée par un multiplieur et un filtre passe bas. En multipliant le signal à la sortie du capteur (« Input ») par un signal de référence de même fréquence f avec une phase réglée de manière à maximiser la tension « Output », une partie continue et une partie de fréquence 2f sont obtenues. En utilisant un filtre passe bas, nous conservons alors la partie continue qui correspond à la partie module du signal. En faisant varier l'intensité du champ externe, nous pouvons donc déterminer, à une fréquence donnée, l'évolution du module de l'impédance en fonction du champ magnétique externe appliqué.

La Figure 3-4 montre le dispositif expérimental pour une mesure en champ continu:

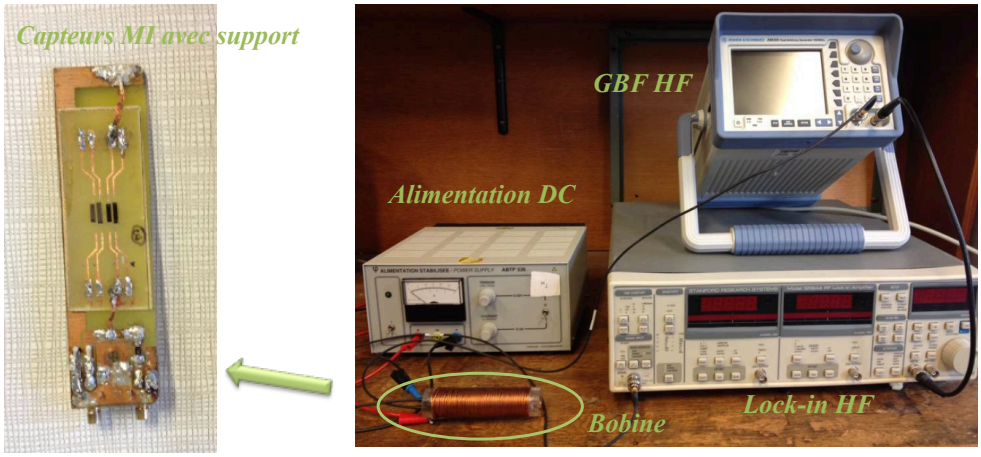
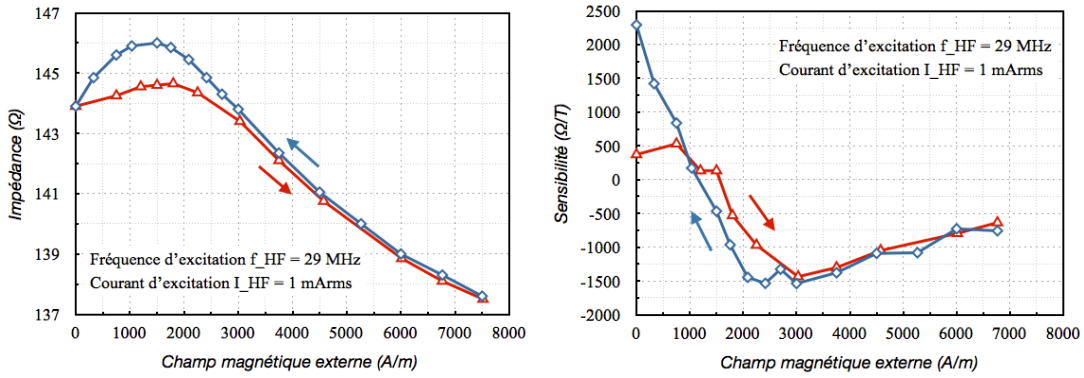


FIGURE 3-4 : Dispositif expérimental pour une mesure en champ continu

Les Figure 3-5 (a) et (b) représentent l'impédance et la sensibilité du capteur A1. Le capteur est excité à 29 MHz et le courant traversant est fixé à 1 mA_{rms}. Pour les courbes obtenues le capteur est saturé en appliquant un champ de 7500 A/m dans le solénoïde puis le champ

magnétique appliqué est réduit jusqu'à zéro (courbe bleu). Il est ensuite augmenté jusqu'à une nouvelle saturation (courbe rouge).



(a) (b)

FIGURE 3-5 : Caractéristique du capteur MI A1 en champ continu

(a) Impédance en fonction du champ magnétique appliqué

(b) Sensibilité du capteur en dérivant numériquement la courbe d'impédance

Nous avons observé un comportement hystérétique aux champs faibles, ce qui n'est pas favorable en vue de l'application du capteur. Ce phénomène d'hystérésis est associé à des déplacements des parois de domaine dans une structure magnétiquement désordonnée. Ceci implique que le capteur soit polarisé avec un champ magnétique plus grand que le champ d'anisotropie, ce qui favorise essentiellement les rotations d'aimantation sans hystérésis. La polarisation peut être réalisée au moyen d'un bobinage autour du capteur et la valeur doit correspondre au maximum de sensibilité. La sensibilité du capteur est obtenue par la dérivation numérique de la courbe d'impédance, comme présenté dans la Figure 3-5 (b). La sensibilité maximale dans la zone non-hystérétique atteint environs 1550 Ω/T avec un champ magnétique de l'ordre de 3000 A/m.

Rappelons que le condensateur en parallèle du capteur influe le choix de la fréquence d'excitation. Il influence également la sensibilité du capteur. La Figure 3-6 représente la sensibilité maximale pour différentes capacités connectées en parallèle avec capteur A1. La fréquence de résonance correspondante est déterminée en traçant les courbes comme la Figure 3-5 en faisant varier la fréquence d'excitation autour de la fréquence de résonance. Les valeurs de sensibilités maximales ont été observées dans la zone non-hystérétique.

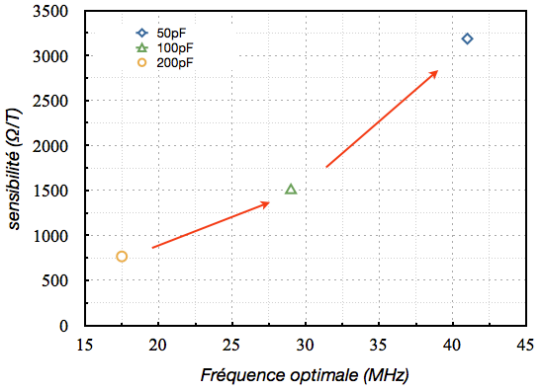
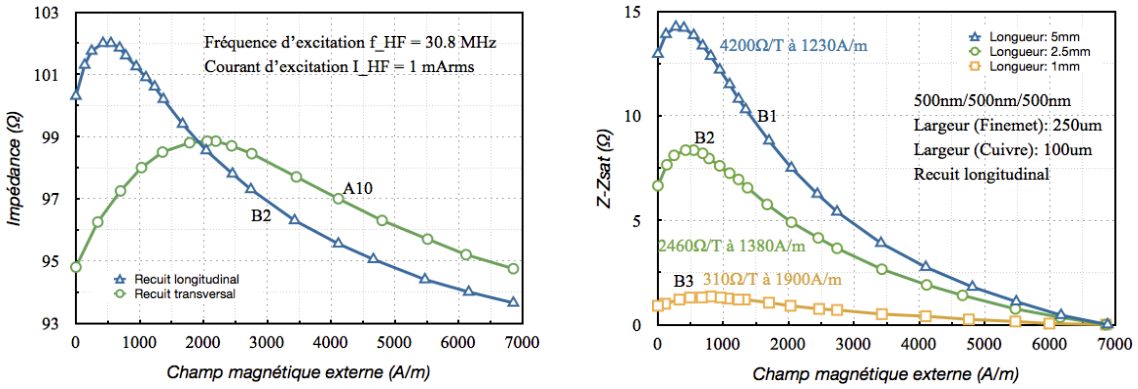


FIGURE 3-6 : Sensibilité maximale du capteur avec différentes condensateurs en parallèle

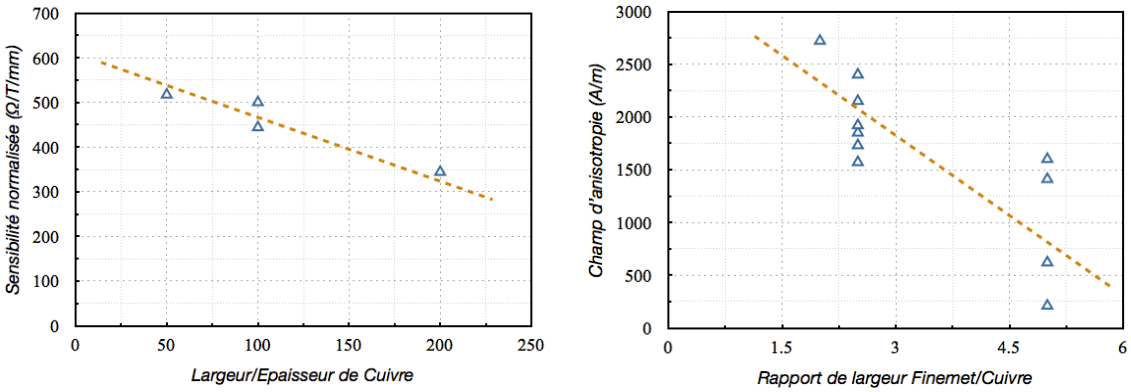
Nous avons trouvé que l'augmentation de la capacité connectée en parallèle permet de diminuer la fréquence de résonance, ce qui est plus favorable à l'intégration avec les circuits électroniques. En revanche, la sensibilité diminue également avec la croissance de la capacité en parallèle. Ce résultat lié à la diminution du facteur de qualité lorsque la capacité augmente. Par conséquent, un compromis doit être trouvé entre la fréquence d'excitation et la valeur de sensibilité.

3.2.3 Influence du recuit et de la géométrie sur les performances des capteurs MI réalisés

Un capteur MI pour le CND doit posséder une forte sensibilité et un champ d'anisotropie le plus faible possible de manière à limiter un champ de polarisation. A cet effet, l'influence du traitement thermique et de la géométrie du capteur a été étudiée. A partir de multiples caractérisations réalisées sur plusieurs capteurs, les résultats sont synthétisés sur la Figure 3-7.



(a) (b)



(c) (d)

FIGURE 3-7 : Influence du recuit et de la géométrie du capteur

(a) Influence du recuit (b) Influence de la longueur du capteur

(c) Influence de la géométrie de la poste de cuivre (capteur A1, A6, A10, A11)

(d) Influence du rapport de largeur entre Finemet et cuivre (capteur A1~A11)

Pour obtenir haute sensibilité dans la zone non-hystérétique et un champ d'anisotropie faible, nous observons que le capteur devra être recuit en appliquant un champ parallèlement à l'axe du capteur. La sensibilité est globalement proportionnelle à la longueur (logique, c'est en Ω/T). La couche de cuivre doit être la plus épaisse et la plus étroite possible. Cela peut être expliqué par la réluctance. Il faut que la longueur du parcours du champ pour une couche de cuivre épaisse et étroite soit plus courte (réluctance faible), ce qui donne une valeur d'impédance plus grande. Cela à minimiser le rapport périmètre/section de la piste de cuivre, donc à se rapprocher de la structure d'un fil. Le rapport des largeurs semble jouer un rôle sur le champ d'anisotropie. Un film de Finemet plus large permet de faciliter l'existence d'une structure en domaines multiples, tandis qu'un film étroit favorise l'existence d'une structure en domaines transverses. Une étude plus fine de la structure en domaines permettrait de vérifier ces hypothèses. Elle permettrait d'autre part de découvrir pourquoi le recuit longitudinal donne de meilleur résultat que le recuit transversal, contrairement à ce qui est donné dans la littérature. Le meilleur résultat en terme de sensibilité a été mesuré avec le capteur B1 (sensibilité de l'ordre de 4200Ω/T et un champ de polarisation de l'ordre de 1230 A/m.

3.3 Caractérisation du capteur MI en champ magnétique alternatif (mode AC)

La détection de défauts par courants de Foucault implique de travailler en régime alternatif, donc d'effectuer une mesure de champ magnétique alternatif de faible amplitude. Il est ainsi nécessaire de caractériser la réponse dynamique des micro-capteurs. Cette caractérisation suppose la mise en place d'un système de mesure spécifique différent de celui permettant la mesure de la sensibilité en champ magnétique continu. Une étude a également été menée sur l'amélioration apportée par un solénoïde de polarisation sur les performances du capteur en terme de linéarité, de reproductivité et de sensibilité en champ alternatif faible. La présence du solénoïde permet en effet de polariser le capteur pour travailler autour d'un point de fonctionnement optimal afin de s'affranchir de ces imperfections (linéarité et hystérésis).

3.3.1 Méthode de mesure en champ alternatif

Le but de la mesure consiste à déterminer la sensibilité, la linéarité, la directivité et la bande passante des micro-capteurs réalisés en faible champ alternatif sinusoïdal par une méthode de démodulation d'amplitude. Le principe de la méthode de mesure consiste à effectuer une double démodulation d'amplitude par détection synchrone (Lock-in). Cette démodulation implique de disposer d'une image du champ magnétique alternatif à mesurer (BF), ce qui est bien le cas en CND par courants de Foucault (ce champ est engendré par le système de CND). Le principe de fonctionnement de la mesure est décrit dans la Figure 3-8 :

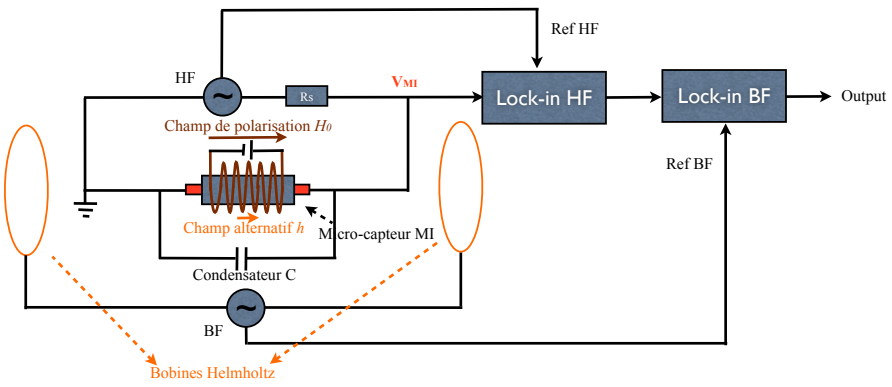


FIGURE 3-8 : Principe de la caractérisation dynamique du capteur MI

Comme pour la mesure en champ continu, le micro-capteur est parcouru par un courant d'excitation de fréquence proche de la fréquence de résonance du circuit RLC. Un solénoïde autour du capteur crée un champ magnétique continu permettant de polariser le capteur

autour d'un point de fonctionnement (H_0). Sa valeur est optimisée vis-à-vis de la sensibilité, de la plage de linéarité et de l'absence d'hystérésis. Un champ magnétique alternatif de faible amplitude (h, champ magnétique à mesurer) à basse fréquence est créé par des bobines de Helmholtz et vient se superposer au champ magnétique statique H_0. Ce champ entraine une modulation de l'amplitude de l'impédance comme montré sur la Figure 3-9.

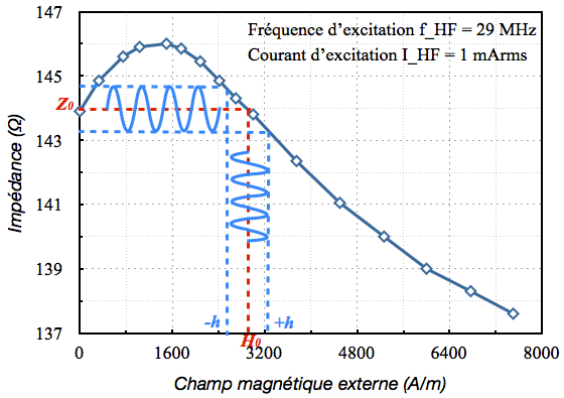


FIGURE 3-9 : Réponse standard pour un capteur MI avec un champ magnétique alternatif superposé au champ de polarisation H_0

Le champ magnétique total H_{tot} devient la somme de H_0 et $\tilde{h}$:

$$H_{tot} = H_0 + \tilde{h}$$

Donc, l'impédance totale de la cellule est :

$$Z_{tot} = Z_0 + \Delta Z = |Z(H_0, f_{exc})|e^{-j\varphi(H_0, f_{exc})} + \frac{\partial\left(|Z|e^{-j\varphi}\right)}{\partial H}|_{(H_0, f_{exc})}\tilde{h}$$

Avec :
f_{exc} : Fréquence d'excitation
I_{exc} : Courant d'excitation
H_0 : Champ de polarisation (champ magnétique continu)
$\tilde{h}$: Champ à mesurer (champ magnétique alternatif)
Z : Impédance de la cellule (capteur MI + condensateur en parallèle)
Z_0 : Impédance de la cellule au champ de polarisation H_0

L'impédance du capteur est composée de deux termes : l'impédance au point de polarisation qui correspond à la réponse au champ continu et la variation de l'impédance associée à la

réponse au champ alternatif. Ce deuxième terme permet de définir la sensibilité du capteur au point de fonctionnement H_0 :

$$S = \frac{\partial Z}{\mu_0 \partial H}|_{(H_0, f_{exc})}$$

Après les démodulations par détection synchrone à haute fréquence (fréquence d'excitation HF du capteur) puis à basse fréquence (fréquence du champ BF à mesurer), la sensibilité du capteur peut être directement obtenue.

La Figure 3-10 montre le dispositif expérimental pour une mesure en champ alternatif :

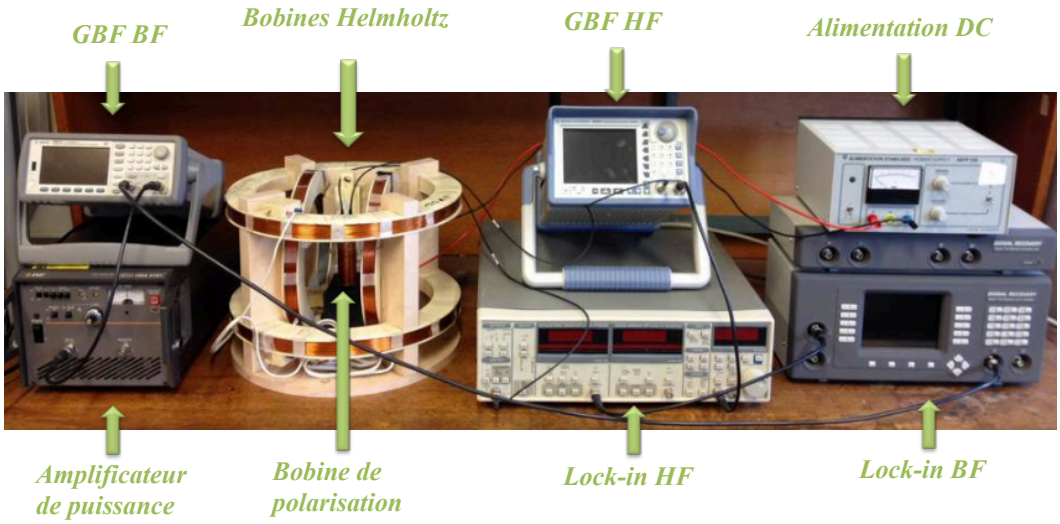


FIGURE 3-10 : Dispositif expérimental pour une mesure en champ alternatif

Dans les parties suivantes nous présentons la sensibilité, la linéarité et la bande passante du micro-capteur MI de type A1 en utilisant la méthode dynamique (champ magnétique alternatif).

3.3.2 Sensibilité du capteur en champ alternatif

Dans un premier temps, la fréquence HF doit être déterminée de manière à obtenir une sensibilité maximale dans la zone non-hystérétique, le capteur étant polarisé par un champ continu permettant de travailler dans la zone non hystérétique. En balayant la fréquence d'excitation, nous cherchons la valeur donnant une amplitude maximale en sortie de la détection synchrone à basse fréquence BF. Le signal de la sortie de la détection synchrone BF est en effet proportionnel à la sensibilité de la cellule. La fréquence correspondante est la

fréquence optimale. Le courant traversant le capteur est toujours fixé à 1 mArms en utilisant une résistance de 1 kΩ en série et appliquant une tension de 1 Vrms.

Une fois la fréquence HF optimale déterminée, la première mesure consiste à chercher le champ de polarisation créé par le solénoïde permettant d'obtenir une sensibilité maximale. L'amplitude du champ alternatif à basse fréquence (BF = 340 Hz) est fixée à 117 A/m (0.147 mT). En faisant varier le champ de polarisation DC à l'aide d'une alimentation continue nous obtenons le courbe de sensibilité du capteur comme montré sur la Figure 3-11.

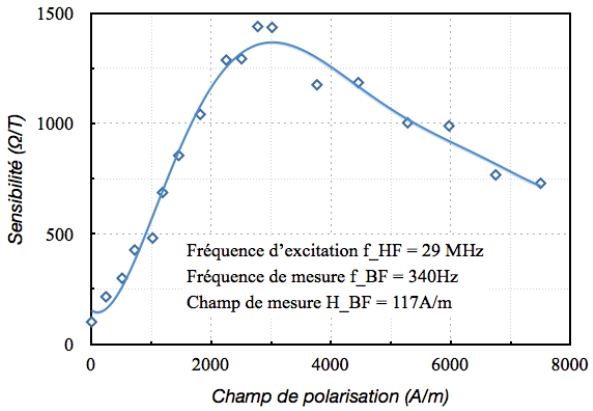


FIGURE 3-11 : Sensibilité du capteur MI mesurée en champ alternatif

La sensibilité du capteur en Ω/T est obtenu en divisant la tension obtenue en output par l'amplitude du champ alternatif, par l'amplitude du courant parcouru dans le capteur et en tenant compte des gains du lock-in HF et BF. Dans le cas du capteur étudié, la sensibilité maximale de 1450 Ω/T est obtenu pour un champ de polarisation autour de 3000 A/m. Cette polarisation est suffisante pour polariser le capteur dans la zone non-hystérétique et sa valeur est compatible avec les résultats obtenus en caractérisation DC précédemment réalisées.

3.3.3 Linéarité du capteur

La linéarité du capteur dépend du champ de polarisation appliqué évident puisque la réponse est non linéaire. Nous avons caractérisé la linéarité du capteur autour du champ de polarisation optimal déterminé précédemment (3000 A/m). Elle est caractérisée en fixant la fréquence de mesure basse fréquence à 340 Hz, la fréquence d'excitation haute fréquence à 29 MHz et le champ de polarisation de 3000 A/m. L'amplitude du champ alternatif varie et la tension de sortie démodulée est mesurée. La Figure 3 -12 représente l'évolution de la tension de sortie en fonction de l'amplitude du champ BF.

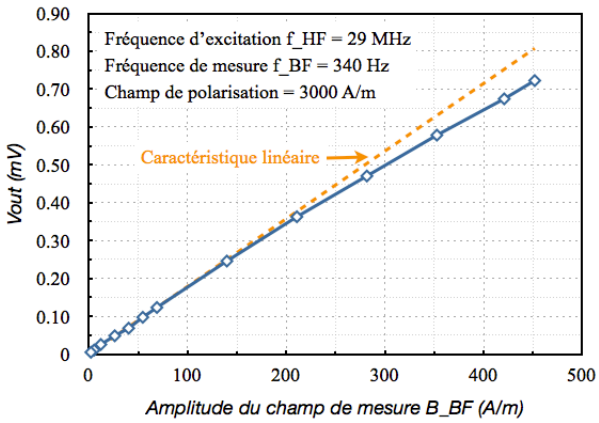
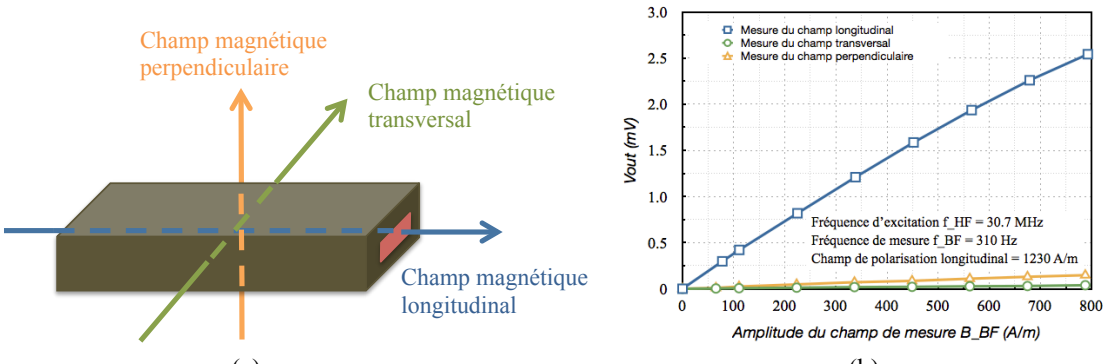


FIGURE 3-12 : Linéarité du capteur MI

Le capteur a une réponse satisfaisante dans une large gamme d'amplitude de champ à basse fréquence (entre 0 et 450 A/m soit 565 µT). L'erreur de linéarité est inférieure à 1.5% pour une amplitude inférieure à 150 A/m (188 µT) et inférieure à 10% pour une amplitude de 450 A/m (565 µT), ce qui est compatible avec les applications CND visées.

3.3.4 Directivité du capteur

Pour l'application au CND par courants de Foucault, le capteur doit avoir une direction de sensibilité préférentielle de manière à distinguer les composantes du champ magnétique crée par les courants de Foucault. Ainsi la directivité du capteur a été étudiée. Pour cela, à partir du dispositif de la Figure 3-8 le champ magnétique alternatif à mesurer est appliqué dans trois directions différentes : longitudinale, transversale et perpendiculaire (Figure 3-13 (a)), le capteur restant polarisé par un champ magnétique longitudinal. Les résultats montrent l'évolution de la tension de sortie du Lock-in BF en fonction de l'amplitude du champ pour les trois directions de champ.



(a) (b)

FIGURE 3-13 : Directivité du capteur MI

(a) Champ magnétique à mesurer dans trois directions

(b) Tension en sortie du Lock-in BF en fonction de l'amplitude du champ

Nous pouvons observer que le capteur a une réponse quasi nulle dans les directions transversale et perpendiculaire. Il n'est sensible qu'à la composante longitudinale du champ. Les rapports de sensibilité obtenue pour un champ mesuré longitudinal S_{long}, transversal S_{tran} et perpendiculaire S_{perp} sont :

$$\frac{S_{long}}{S_{tran}} = 71.2\,, \quad \frac{S_{long}}{S_{perp}} = 17.8$$

Ces résultats montrent la directivité du capteur même si l'orientation effective du capteur lors de la mesure a pu engendrer des erreurs dans la détermination des sensibilités. Cette directivité de détection du champ est parfaitement compatible avec l'application visée.

3.4 Caractérisation de la bande passante du capteur MI

La dernière caractéristique des capteurs MI concerne la bande passante. La détection d'un défaut profond dans une pièce métallique par CND à basse fréquence requiert une plage de mesure de 100 Hz à 100 kHz. La plage de mesure du capteur MI A1 a tout d'abord été caractérisée à l'aide du système présenté ci-dessus (Figure 3-8) par double démodulation à haute fréquence et à basse fréquence. En balayant la fréquence de mesure, nous avons pu caractériser une partie de la bande passante du capteur (Figure 3-14).

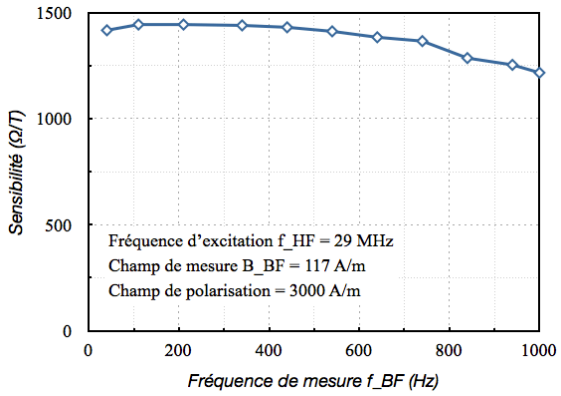


FIGURE 3-14 : Bande passante du capteur MI mesuré par double Lock-in

Ce système a permis de montrer que la sensibilité est quasiment constante sur la bande de fréquence 0-1 kHz. La fréquence de limite de 1 kHz n'est cependant pas liée au capteur, mais à la technique de mesure, qui fait intervenir un détecteur synchrone à haute fréquence (la bande passante du lock-in haute fréquence). Pour résoudre ce problème, nous avons proposé deux méthodes de mesure. La première met en œuvre un multiplieur (Figure 3-15) et la deuxième est liée à l'utilisation d'un analyseur de spectre (Figure 3-16). Pour ces deux types de mesures, la fréquence d'excitation optimale a été modifiée en raison de la variation de l'impédance d'entrée des différents appareils. L'amplitude du champ à mesurer n'est de plus pas la même en fonction de la résolution du système. Toutefois, la plage de linéarité du capteur permet une certaine viabilité.

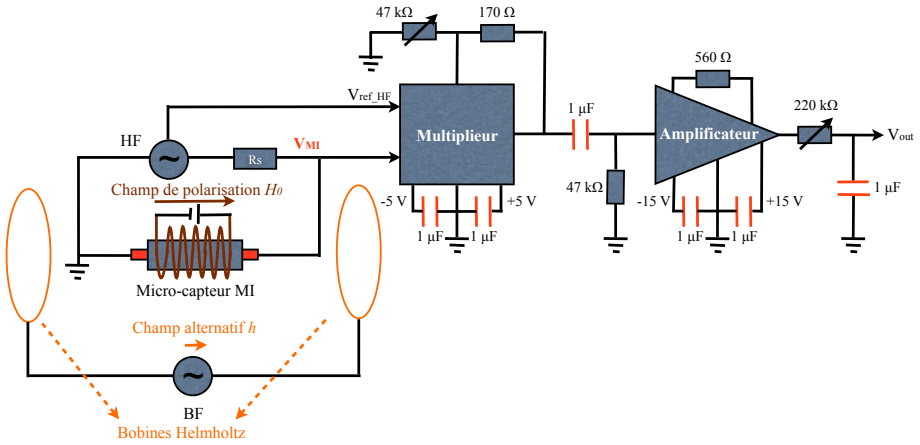


FIGURE 3-15 : Bande passante du capteur MI mesurée par un multiplieur

Pour aller au-delà la limite de la bande passante du lock-in, nous pouvons le remplacer par un multiplieur couplé avec un filtre passe-bas. Le signal de la réponse du capteur est démodulé par le multiplieur à haute fréquence, puis amplifié par un amplificateur d'instrumentation. Le signal démodulé est mesuré à l'aide d'un oscilloscope, ce qui permet de caractériser la bande passante jusqu'à 15 kHz (voir Figure 3-17(a)). La limite est liée au circuit électronique, notamment la bande passante de l'amplificateur.

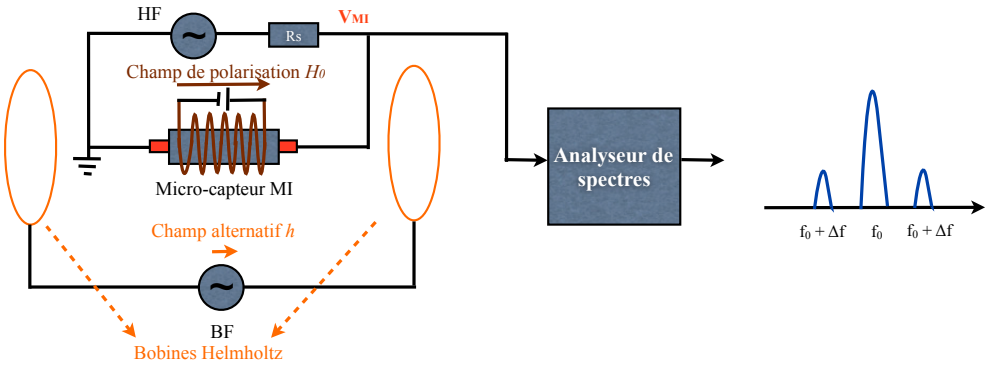
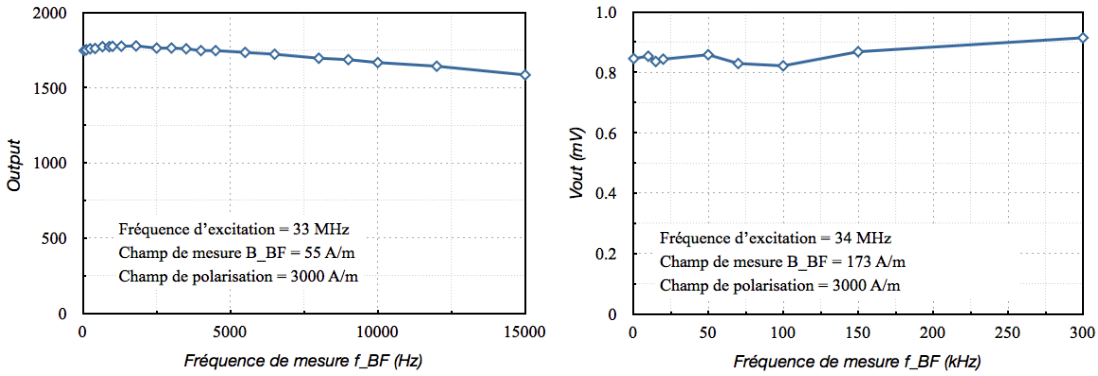


FIGURE 3-16 : Bande passante du capteur MI mesurée par un analyseur de spectre

Pour la seconde méthode, le signal du capteur est mis sur l'entrée d'un analyseur de spectre. Trois raies sont obtenues à la sortie de l'analyseur de spectre. La fréquence centrale f_0 correspond à la fréquence d'excitation (la porteuse de la modulation d'amplitude). La fréquence Δf est la fréquence du champ de mesure à basse fréquence. Ainsi l'amplitude du champ magnétique mesuré peut être directement déterminée par les deux raies latérales à la fréquence de $f0 \pm \Delta f$. La Figure 3-17(b) illustre que la réponse du capteur à basse fréquence reste constante jusqu'à 300 kHz, limitée par la fréquence de résonance de la bobine d'excitation, qui fait qu'un champ magnétique alternatif ne peut pas être fourni au-delà de

300 kHz. Une nouvelle bobine qui a la fréquence de résonance beaucoup plus élevée doit être fabriquée pour continuer la mesure.



(a) (b)

FIGURE 3-17: (a) Bande passante du capteur MI mesurée par multiplieur
(b) Bande passante du capteur MI mesurée par analyseur de spectre

3.5 Conclusion

La détection de défauts par CND CF implique de travailler dans un régime alternatif, donc d'effectuer une mesure de champ magnétique alternatif de faible amplitude. Ainsi la réponse dynamique des capteurs MI a besoin d'être caractérisée. Dans ce chapitre, les réponses du capteur en champ magnétique statique et dynamique sont obtenues par les caractérisations en mode DC et AC en terme de la sensibilité, linéarité, directivité et bande passante. Un circuit résonant avec un condensateur en parallèle du capteur a été élaboré afin d'améliorer la réponse du capteur. Une méthode basée sur une double démodulation d'amplitude a été employée pour la caractérisation fréquentielle du capteur. Le meilleur capteur à base de Finemet présente une bonne sensibilité (de l'ordre de 4200 Ω/T avec nécessité d'un champ de polarisation faible de 1.5 mT pour travailler en zone linéaire sans hystérésis) avec une plage de linéarité de plusieurs centaines de µT et une réponse directive préférentiellement longitudinale. La plage de fréquence de fonctionnement (bande passante) obtenue par analyseur de spectre à ce jour du DC à 300 kHz rend le capteur utilisable pour des applications de CND basses fréquences visant à détecter des défauts profonds.

Chapitre 4

Fabrication et intégration de microsolénoïdes 3D pour les capteurs à magnéto-impédance

4.1 Introduction

En raison de la présence de non-linéarité et d'hystérésis dans la réponse des micro-capteurs réalisés, un microsolénoïde localisé autour du capteur est nécessaire pour effectuer une polarisation du capteur (Figure 4-1). Dans ce chapitre, nous présenterons les étapes de fabrication de microsolénoïdes 3D et le développement d'une technologie dédiée à l'intégration d'un microsolénoïde autour d'un capteur MI.

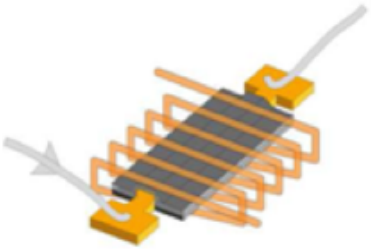


FIGURE 4-1 : Micro-capteur MI avec un microsolénoïde autour

Le microsolénoïde à section rectangulaire développé dans le cadre de ce travail est constitué de trois niveaux principaux : les pistes inférieures, les piliers et les pistes supérieures. Il est fabriqué par micromoulage et croissance électrolytique de cuivre. Concernant l'intégration du microsolénoïde autour du capteur, une technologie de transfert par report a été étudiée.

4.2 Procédé global d'un capteur MI bobiné

La réalisation d'un solénoïde autour d'un capteur isolé électriquement est complexe si l'on utilise les techniques conventionnelles. En effet, la troisième dimension du bobinage (dimension verticale) n'est raisonnablement envisageable qu'en utilisant la croissance électrolytique, seule technique simple permettant de structurer des films conducteurs de plusieurs microns d'épaisseur. Si l'on suppose la réalisation des motifs à partir du substrat, l'ensemble nécessite plusieurs étapes de lithographie/dépôt successives multipliant les risques de défaut. Une solution alternative a donc été imaginée : le transfert de film par report. Cette technique consiste à élaborer des films ou des structures sur un substrat (donneur) et à les transférer sur un autre substrat (récepteur). Cette technique a été étudiée et développée par S. Brault et G. Schelcher à l'IEF. Différents films structurés, réalisés par croissance électrolytique ont été transférés avec un rendement de procédé supérieur à 90% [BRAU 10]. Des applications diverses du procédé de transfert du film ont été développées, par exemple la réalisation d'un capteur de pression de type Pirani pour transférer des microfilaments sur silicium [SCHE 11].

Dans le cas de cette étude, il est nécessaire d'intégrer le micro-capteur MI dans le microsolénoïde. Avec la technique de transfert, il est possible de reporter le capteur MI sur les pistes inférieures du microsolénoïde. Cette technique permettrait de limiter le nombre d'étapes critiques mises en série, réduisant ainsi les risques d'échec. De plus, l'isolation électrique entre le capteur MI et les pistes inférieures du microsolénoïde pourrait être assurée par le polymère utilisé comme couche de scellement.

La technique de transfert par report est basée sur l'ingénierie de l'adhérence. Il s'agit d'assurer une adhérence des structures plus faible sur le substrat donneur que sur le substrat récepteur. Les différentes étapes sont présentées dans la Figure 4-2. Les structures sont réalisées sur un substrat à adhérence contrôlée, dans notre cas une couche fluorocarbonée traitée par plasma. Le transfert par report consiste à appliquer une couche de scellement (une colle de polymère isolant) sur les structures réalisées sur le substrat donneur, à le positionner le substrat récepteur et à transférer les structures du donneur sur celles du récepteur par l'application d'une pression et d'un traitement thermique, puis à retirer le substrat donneur pour libérer les structures. Cette séparation est effectuée par l'application d'une force faible. Nous détaillerons dans les parties suivantes l'étude réalisée sur le transfert de capteur MI dans le microsolénoïde.

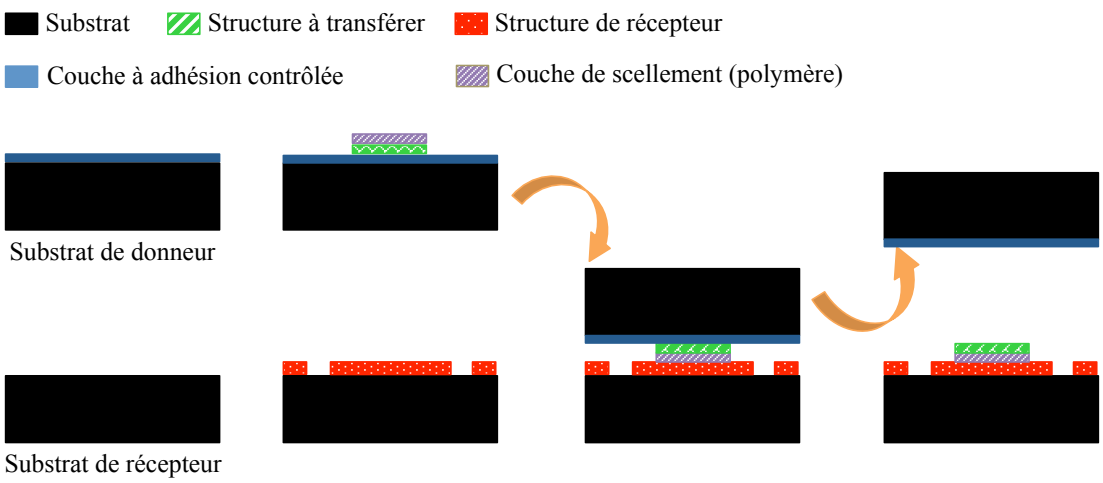
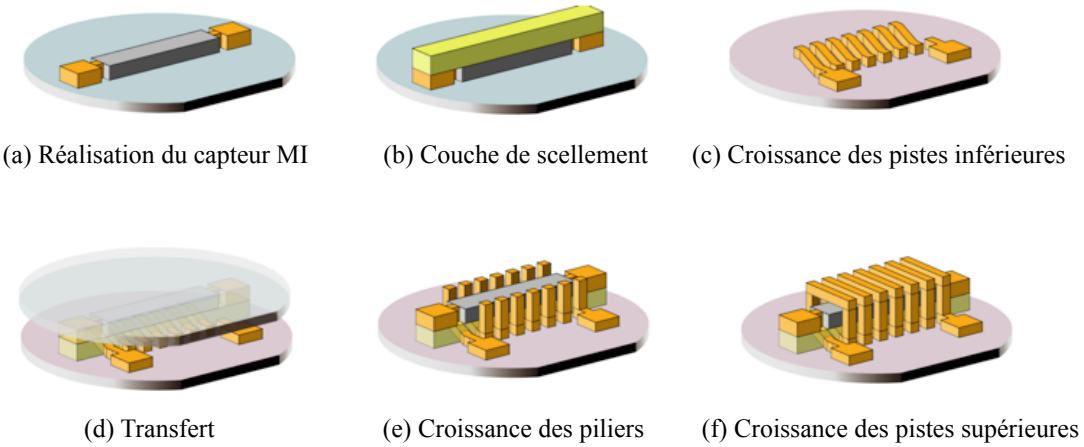


FIGURE. 4-2: Principe de transfert par report

Le procédé global de la fabrication d'un micro-capteur MI avec un microsolénoïde en 3D intégré est présenté dans la Figure 4-3 :



(a) Réalisation du capteur MI (b) Couche de scellement (c) Croissance des pistes inférieures

(d) Transfert (e) Croissance des piliers (f) Croissance des pistes supérieures

FIGURE 4-3 : Procédé de fabrication d'un micro-capteur MI avec un microsolénoïde intégré

(a) Réalisation du capteur MI

Une couche à adhérence contrôlée est déposée sur un substrat de silicium de 2 pouces à l'aide d'un bâti de DRIE ou par pulvérisation cathodique magnétron (voir chapitre 4.5.1). Un recuit à 250°C pendant 30min est effectué sur une plaque chauffante à l'air. Les micro-capteurs sont ensuite élaborés sur ce type de substrat.

(b) Dépôt d'une couche de scellement

Une couche de BCB est déposée sur les micro-capteurs. Elle est structurée avec la même géométrie que les capteurs. Le BCB dans notre cas est considéré non seulement comme une couche adhésive mais aussi comme une couche d'isolation électrique entre le capteur et les

pistes inférieures du microsolénoïde.

(c) Croissance des pistes inférieures du microsolénoïde

Les pistes inférieures du microsolénoïde sont réalisées par micro moulage et croissance électrolytique sur un substrat standard de silicium de 2 pouces.

(d) Transfert par report

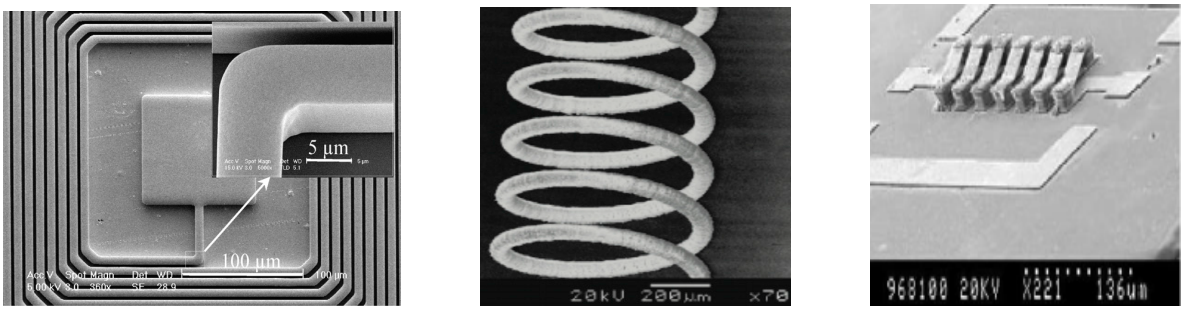
Les deux wafers sont assemblés avec une température et une force appliquée satisfaisante dans un bâti de soudure de substrat. Après assemblage, la séparation est effectuée manuellement. Le micro-capteur est ensuite transféré vers les pistes inférieures du microsolénoïde.

(e) Croissance des piliers et des pistes supérieures du microsolénoïde

Enfin la croissance des deux piliers et des pistes supérieures du microsolénoïde est réalisée par le procédé indiqué dans les parties suivantes.

4.3 Travaux relatifs à la fabrication de microsolénoïdes

La bobine est un composant constitué d'un enroulement de fil conducteur autour d'un noyau (vide ou matériau ferromagnétique). C'est un composant de base dans les systèmes électriques et électroniques (filtrage, stockage ou transfert d'énergie, génération de champ magnétique, etc. …). En vue de la minimisation et de l'intégration des circuits électroniques, la réalisation de microbobines est une étape indispensable. Trois géométries de microbobines tirées de la littérature sont présentés en Figure 4-4 : planaire, à section circulaire et à section rectangulaire.



(a) (b) (c)

FIGURE. 4-4 : Trois géométries de microbobines

(a) Microbobine planaire [WOYT 06] (b) Microsolénoïde avec section circulaire [WILL 99] (c) Microsolénoïde avec section rectangulaire [FANG 06]

La microbobine planaire est facilement réalisable par microfabrication mais ses propriétés électriques comme l'inductance ou le facteur de qualité restent faibles par rapport aux géométries 3D [KRAT 08]. Une microbobine planaire de 40 tours a été réalisée au laboratoire avec une largeur de la piste de 5µm et un espacement inter-piste de 5 µm. Cependant, cette géométrie n'est pas adaptée pour notre application pour laquelle il est nécessaire de créer un champ magnétique le long du micro-capteur MI. La fabrication d'un microsolénoïde permettant de générer un champ magnétique planaire de valeur importante est en effet nécessaire.

Nombre de travaux portent sur des microsolénoïdes de section circulaire possédant des propriétés compétitives mais le procédé de fabrication est très complexe, ce qui n'est pas favorable pour son intégration autour d'un micro-capteur MI [KANE 06, ROGE 97, WILL 99]. Notre choix s'est porté sur la réalisation d'un microsolénoïde de section rectangulaire.

Généralement un microsolénoïde de section rectangulaire est composé de trois niveaux : les

pistes inférieures, les piliers et les pistes supérieures. Une succession d'étapes de lithographie et de croissance électrolytique et/ou dépôt est nécessaire pour réaliser cette structure complexe. Quelques exemples existent dans la littérature, présentés dans la Figure 4-5.

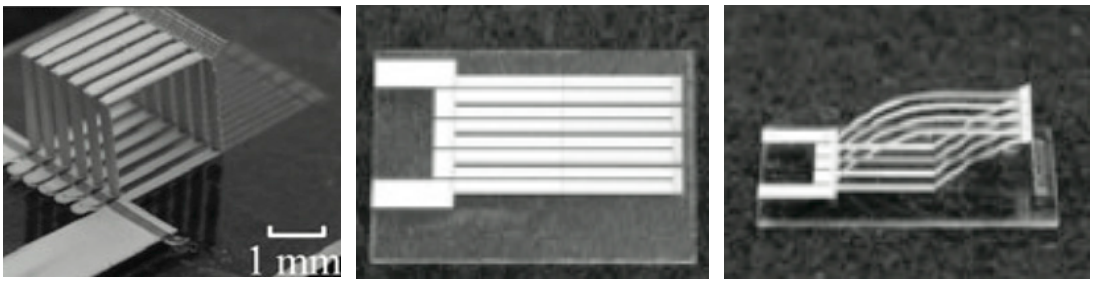
M. Woytasik [WOYT 06] a présenté une méthode de fabrication utilisant la lithographie à niveau de gris (Figure 4-5 (a)). Les pistes inférieures sont réalisées par une étape de micromoulage classique. L'étape suivante consiste à définir des moules pour les ponts grâce à la lithographie optique à niveau de gris. Ces ponts sont remplis par croissance électrolytique jusqu'à ce que les piliers se rejoignent par débordement du cuivre.

T. Dohi [DOHI 07] a élaboré un procédé de fabrication à un seul niveau utilisant une étape post-process de pliage par libération permettant d'obtenir un microsolénoïde en 3D (Figure 4-5 (b)). Toutes les pistes sont réalisées sur une surface planaire par croissance électrolytique, puis une partie entre elles est libérée par gravure HF et pliée dans la direction hors plan. A la fin du processus, une couche de cuivre est déposée pour renforcer la structure et réduire la résistance électrique.

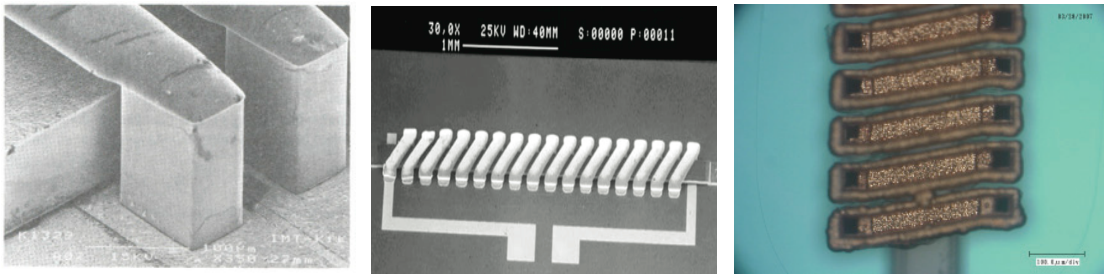
Rogge [ROGG 95] et Löchel [LÖCH 96 1] ont réalisé un microsolénoïde avec une méthode similaire (Figure 4-5 (c) et (d)). Rogge a utilisé la lithographie par rayons X en combinaison avec la lithographie optique pour structurer les pistes et les piliers, alors que Löchel n'a utilisé que la lithographie par rayonnement U.V. pour structurer la résine épaisse.

Klein [KLEI 07] a présenté une méthode de fabrication de microsolénoïde par gravure ionique réactive sur un substrat de verre (Figure 4-5 (e)). Celle-ci permet de réaliser un microsolénoïde autour d'un micro fil. Malheureusement, le procédé de fabrication est complexe et nécessite plus de 40 étapes.

(a) M. Woytasik [WOYT 06]



(b) T. Dohi [DOHI 07]



(c) B. Rogge [ROGG 95] (d) B. Löchel [LÖCH 96 1] (e) M. J. K. Klein [KLEI 07]

FIGURE 4-5 : Microsolénoïde avec section rectangulaire

L'ensemble des méthodes de fabrication de microbobines présenté est peu adaptable à notre application visée, soit à cause des propriétés électriques (inductance, facteur de qualité, nombre de spire par unité de longueur), soit à cause de la complexité de fabrication. Nous avons donc dû développer une technologie de réalisation de microsolénoïdes 3D avec une forte densité linéique de spires, soit un microsolénoïde de pitch 20 µm (largeur de pistes de 10 µm et espacement de 10 µm), voire 10 µm (largeur de pistes de 5 µm et espacement de 5 µm) associé à un large volume disponible à l'intérieur du solénoïde. Cet objectif étant réaliste, puisque notre groupe a développé un procédé de micromoulage permettant de réaliser des microbobines planaires de cuivre avec des constantes latérales similaires.

4.4 Conception et réalisation de microsolénoïdes 3D

La présence d'un microsolénoïde autour du capteur, comme dans la plupart des dispositifs macroscopiques à base de micro-fil, permet de polariser le capteur pour travailler autour d'un point de fonctionnement optimal (la réponse des capteurs MI n'est pas linéaire et présente un hystérésis pour un champ magnétique faible). D'autre part, si nous supposons possible de réaliser deux bobinages, cela permettrait de découpler électriquement l'excitation du matériau ferromagnétique et la mesure de la variation de perméabilité (off-diagonal magneto-impedance). Ce principe qui consiste à détecter la variation de flux magnétique dans le microsolénoïde localisé autour du capteur, permet d'atteindre des performances bien meilleures qu'avec une configuration classique [MALA 10, RAKH 06].

4.4.1 Conception et dimensionnement du microsolénoïde

Un microsolénoïde réel est considéré comme une inductance propre pure avec une résistance en série (Figure 4-6). Cette résistance modélise la chute de tension donc la perte par effet Joule dans le matériau conducteur constituant la bobine à haute fréquence, un condensateur en parallèle doit être également pris en compte, qui caractérise la capacité inter-spire et/ou la capacité entre la bobine et le substrat.

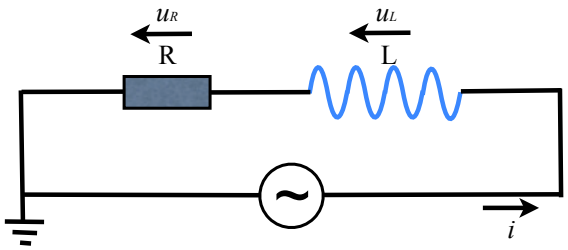


FIGURE 4-6 : Modèle équivalent d'un solénoïde en basse fréquence

La tension totale aux bornes de solénoïde u est :

$$u = Ri + L\frac{di}{dt}$$

Pour qualifier un solénoïde, les paramètres les plus importants sont l'inductance et le facteur de qualité. Le facteur de qualité est le rapport entre l'énergie stockée et l'énergie dissipée. Pour un solénoïde, l'énergie stockée est théoriquement uniquement d'origine magnétique. Pour un solénoïde avec noyau magnétique, en supposant que la géométrie du noyau est

proche de celle du solénoïde, l'inductance s'exprime par [AHN 94]:

$$L = \frac{\mu_0 \mu_r N^2 S_m}{l_m}$$

Où μ_0 est la perméabilité magnétique du vide, μ_r est la perméabilité relative du matériau magnétique, N est le nombre de spires du solénoïde, S est la section du solénoïde, S_m est la section effective du noyau magnétique, l_m est la longueur effective du noyau magnétique.

Nous pouvons utiliser trois méthodes pour augmenter l'inductance du solénoïde : l'utilisation d'un noyau magnétique possédant une grande perméabilité magnétique, l'augmentation de la section efficace du solénoïde ou enfin une forte densité linéique de spires (ce qui implique une diminution de la largeur de la piste du solénoïde et de l'espacement inter-pistes).

Le facteur de qualité Q à une fréquence donnée ω égal à :

$$Q = 2\pi \frac{E_{stockée}}{E_{dissipée}} = \omega \frac{L}{R}$$

Toutes les formules présentées ci-dessus ne sont valables qu'à basse fréquence, en négligeant les capacités parasites et l'influence des courants de Foucault.

Dans le cas de cette étude, le microsolénoïde sera utilisé pour générer un champ magnétique continu de manière à polariser le micro-capteur autour de son point de fonctionnement optimal. Ainsi le paramètre important est le champ magnétique créé par le solénoïde H :

$$H = n \times I = \frac{N}{l} \times I$$

Nous cherchons donc à maximise n le nombre de spire par unité de longueur et I le courant continu injecté dans le solénoïde.

En considérant ces paramètres, les dimensions des micro-capteurs et les contraintes technologiques liées à la microfabrication, des microsolénoïdes ont été dimensionnées. La Figure 4-7 représente quelques exemples des masques. Grâce à la technologie développée dans le laboratoire (micromoulage avec résine épaisse), un microsolénoïde de pitch 20 µm (largeur des pistes de 10 µm avec un espacement de 10 µm), voire 10 µm (largeur des pistes de 5 µm avec un espacement de 5 µm) est potentiellement réalisable. L'épaisseur des pistes

inférieures et la hauteur des piliers doit être respectivement de 5 µm et 20 µm, de manière à assurer une section de cuivre et un espace dans le solénoïde suffisants.

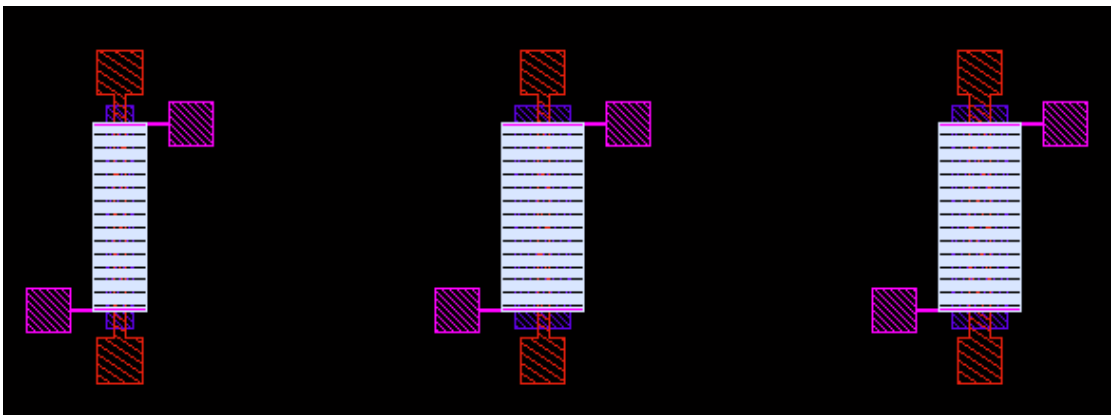


FIGURE 4-7 : Design de masques pour les micro-capteurs MI avec les solénoïdes intégrés

En considérant un microsolénoïde de cuivre de pitch 20 µm, de largeur 300 µm et de longueur 5 mm, on obtient donc $N \sim 250$ spires, $S = 6\times10^{-9}$ m^2, une section de cuivre $S_{Cu} = 5\times10^{-11}$ m^2, et une longueur totale de cuivre $l_{cu} = 0.16$ m. En considérant que la résistivité du cuivre est celle du massif $\rho_{Cu} = 1.7\times10^{-8}$ Ω.m, nous pouvons calculer l'inductance et la résistance du microsolénoïde :

$$L = \frac{\mu_0 N^2 S}{l} = 94nH, \qquad R = \rho_{Cu}\frac{l_{Cu}}{S_{Cu}} = 54\Omega$$

En supposant que la densité de courant injectée dans le solénoïde est de 1 mA/µm^2 (valeur volontairement minimisée par sécurité), le courant de 50 mA, ce qui donne un champ magnétique de 2500 A/m, soit de 3.14 mT, ce qui est suffisant pour polariser les capteurs.

Dans l'hypothèse d'un microsolénoïde de pitch de 10 µm (largeur des pistes de 5 µm avec un espacement de 5 µm), l'inductance et la résistance sont 4 fois plus grandes que celles de pitch de 20µm. Toutefois le facteur de qualité et le champ magnétique généré restent identiques. En revanche, l'augmentation du nombre de spires peut être utile pour la mesure de flux (off-diagonal magneto-impedance).

4.4.2 Elaboration d'un moule en résine épaisse

La technique de micromoulage permet de réaliser des microstructures épaisses (de quelques dizaines de nm à plusieurs dizaines de µm) avec des dimensions latérales réduites (quelques µm) grâce à des résines qui présentent de fortes viscosités et de forts contrastes. Les

différentes étapes de la réalisation d'un moule pour la croissance électrolytique sont présentées dans la Figure 4-8. Chaque étape sera détaillée ci-dessous.

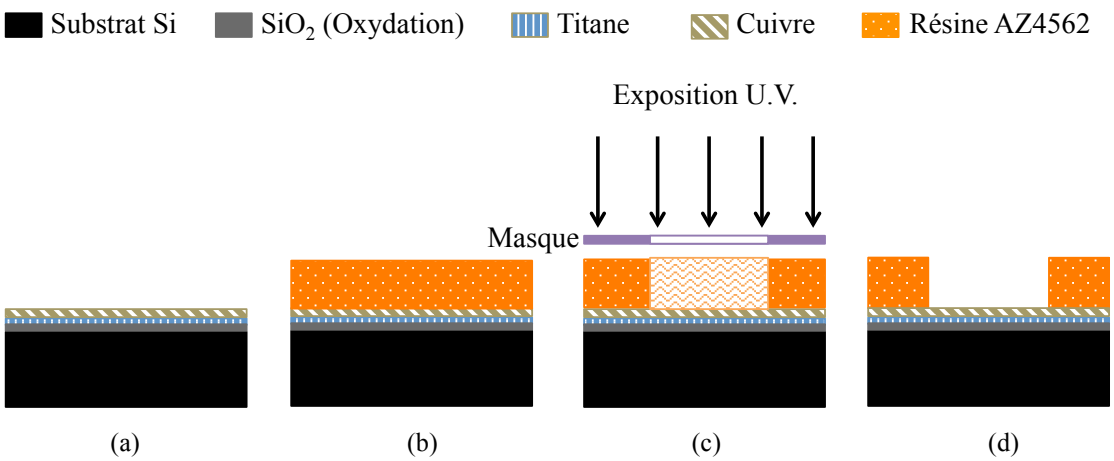


FIGURE 4-8: Etape de micromoulage pour la croissance d'électrolytique

(a) Elaboration des sous-couches conductrices

Pour la croissance électrolytique de cuivre, l'élaboration d'une couche conductrice est nécessaire afin de réaliser une surface équipotentielle. Cette couche conductrice doit avoir une conductivité élevée et être déposée sur un substrat de silicium oxydé (100nm de SiO_2 obtenues par oxydation humide) pour assurer l'isolation électrique.

Les matériaux utilisés fréquemment pour cette couche conductrice sont l'or ou le cuivre, qui possèdent une faible résistivité [WEIS 00, HAIS 97]. En ce qui concerne l'adhérence d'un film de cuivre, l'or est le meilleur candidat grâce à la formation d'un alliage de CuAu à l'interface [RAND 00]. Nous avons toutefois utilisé une couche conductrice de cuivre parce que le procédé de micromoulage a été développé à l'IEF avec ce matériau. En raison de la faible adhérence du cuivre sur la silice [KELL 89], une couche de titane très mince est déposée entre le cuivre et la silice.

La couche de Ti de 10 nm et la couche de cuivre de 100 nm sont déposées par pulvérisation cathodique en mode continu. Les conditions du dépôt sont présentées dans le Tableau 4-1. Ces conditions ont été optimisées lors les travaux antérieurs effectués au laboratoire.

	Pression résiduelle	Pression de travail	Courant	Temps de décapage	Temps de dépôt	Gaz utilisé
Ti	10^{-6} mbar	8 µbar	200 mA	600 s	200 s	Ar
Cu	10^{-6} mbar	8 µbar	400 mA	200 s	200 s	Ar

TABLEAU 4-1 : Condition du dépôt pour les sous-couches conductrices

(b) Enduction d'une résine épaisse

La résine épaisse utilisée pour le moule est l'AZ4562 qui est une résine positive, c'est-à-dire que les zones insolées par les rayonnements U.V. seront dissoutes dans le développeur. Cette résine permet de réaliser des moules épais jusqu'à 20 µm (rapport d'aspect > 10 avec des flancs quasi-verticaux). L'épaisseur de la résine dépend de la vitesse et du temps d'enduction.

Après l'enduction de la résine, un pré-recuit avec une plaque chauffante est nécessaire afin d'une part d'évaporer la majeure partie du solvant contenu dans la résine sans détruire le composé photosensible et d'une autre part de relaxer les contraintes. Pour la résine AZ4562 de 20 µm, nous devons faire un recuit à 90°C pendant 40 min avec une rampe de montée en la température de l'ambiante à 90°C pendant 20 min. Cette rampe progressive est indispensable pour une résine épaisse afin de stabiliser l'évaporation du solvant et d'éviter d'induire des contraintes thermiques importantes, ce qui provoque des craquelures. En revanche, pour la résine AZ4562 de 5 µm, un recuit rapide de 50 s à 100°C est suffisant. Suite au traitement thermique, la résine épaisse nécessite un temps de réhydratation important. En effet, la réaction photochimique pendant l'étape d'insolation nécessite un taux d'hydratation élevée dans la résine. Ce temps dépend de l'épaisseur de la résine et du taux d'humidité de l'environnement. Pour une épaisseur de 20 µm de la résine AZ4562, le temps de réhydratation doit être d'au moins 8 h à l'air ambiant de la salle blanche à 50% d'humidité.

(c) Lithographie optique

L'étape de lithographie optique consiste à insoler la résine par un rayonnement U.V. au travers d'un masque. Le masque est constitué d'une plaque de verre recouverte de chrome représentant les motifs à réaliser. Dans les parties insolées, une réaction photochimique a lieu, ce qui permet la dissolution de la résine dans le développeur.

La dose appliquée pour l'insolation est un paramètre important. Une meilleure verticalité implique une dose d'insolation rigoureuse. Pour la résine épaisse d'AZ4562, elle dépend de la date de sa fabrication. Quand la résine est neuve, la dose est de 150 mJ pour la résine de 5-10 µm et de 350 mJ pour la résine de 20 µm. Par ailleurs, à la date de péremption, la dose

doit être augmentée à 300 mJ pour la résine de 5-10 µm et de 600 mJ pour la résine de 20 µm. Entre les deux, il faut ajuster à peu près linéairement.

A cause de la viscosité très élevée de la résine AZ4562, les effets de bords lors de l'enduction sont très importants et provoquent la formation d'une surépaisseur en périphérie de l'échantillon, ce qui limite le contact entre le masque et l'échantillon lors de l'insolation. L'élimination de cette surépaisseur est indispensable afin d'obtenir un bon contact qui limite la diffraction de U.V. et une perte de résolution. Cette élimination se fait par un coton-tige imbibé d'acétone.

(d) Développement
Les zones insolées de la résine par le rayonnement se dissolvent dans un bain de développeur (AZ400K dilué 1 : 4 dans l'EDI) à température ambiante. Le temps de développement dépend de l'ouverture de la résine et des étapes précédentes (épaisseur, recuit, insolation). Un changement de bain est nécessaire pour une résine de 20 µm ou plus épaisse. L'échantillon de 2 pouces est placé horizontalement dans un bain de 4 pouces et agité légèrement par rotation à la main permettant d'obtenir une meilleure homogénéité pendant le développement. Le bain de développement est changé au bout de 2 min.

Après le développement, la surface de la résine est relativement hydrophobe. Cet état de surface limite la pénétration de l'électrolyte dans des petits motifs lors de la croissance électrolytique. Ainsi un traitement par plasma d'oxygène est indispensable pour modifier l'état de surface rendue hydrophile. Le traitement par plasma se fait juste avant la croissance électrolytique à une pression de travail de 0.8 mbar avec une puissance de 80 W pendant 1 min à l'aide d'un bâti délaqueur « Pico ».

4.4.3 Croissance électrolytique de cuivre

La croissance électrolytique est un processus permettant la transformation de l'énergie électrique en énergie chimique [SCHL 00]. Une réaction électrochimique a lieu par étapes successives : le transfert de masse, les réactions de surfaces et le transfert de charges [COUT 03]. La description de la croissance électrolytique est représentée par la Figure 4-9.

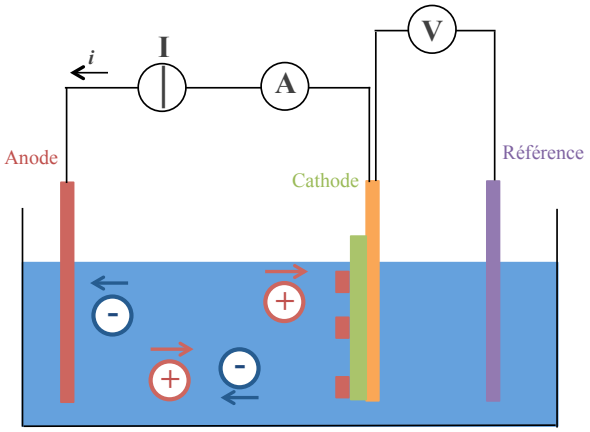


FIGURE 4-9 : Schéma de dispositif de la croissance d'électrolytique de cuivre

La cathode est constituée de l'échantillon recouvert d'une sous-couche conductrice, sur lequel nous pouvons effectuer la croissance de cuivre. Celle-ci ne peut avoir lieu que sur des surfaces conductrices, il n'y a ainsi pas de croissance sur les zones protégées par la résine. Une plaque de cuivre pur de grandes dimensions (10 cm × 15 cm) constitue l'anode. La distance inter-électrodes est fixée à 10 cm. Une troisième électrode est une électrode de référence qui permet de mesurer le potentiel électrique de la cathode. Les trois électrodes sont reliées à un potentiostat pouvant délivrer jusqu'à 2 A de courant continu. Dans ce type de montage, une tension est appliquée entre la contre-électrode (anode) et l'électrode de travail (cathode) donc un courant circule entre ces deux électrodes tandis que la différence de potentiel est mesurée entre l'électrode de travail et l'électrode de référence.

La qualité des films métalliques déposés par croissance électrolytique est fortement dépendante de certains paramètres tels que la composition de l'électrolyte, la densité de courant, l'agitation, présence ou non d'un additif…Pour obtenir une meilleure croissance de cuivre, les travaux antérieurs ont montré que la densité du courant appliqué doit être fixée à -30 mA/cm^2.

Le bain électrolytique est une solution chimique contenant des ions métalliques de charge positive. L'électrolyte utilisé pour faire la croissance de cuivre est un bain commercial dont la composition est présentée dans le Tableau 4-2 :

Composition chimique	Concentration (mol/L)
$CuSO_4 \bullet 5H_2O$	0.3
H_2SO_4	2
HCL	1.4×10^{-3}

TABLEAU 4-2 : Composition de l'électrolyte pour la croissance de cuivre

Un additif electroposit de 5 ml/L est ajouté à cette solution. La solution est maintenue à température ambiante et une agitation est appliquée à l'aide d'un barreau aimanté et d'un agitateur magnétique avec une vitesse de rotation de 200 tr/min.

La polarisation de l'électrode provoque une migration des ions métallique Cu^{2+} vers la cathode (échantillon). Les ions métalliques sont neutralisés par les électrons et se déposent sur l'échantillon sous forme de métal Cu, suivant la réaction chimique :

$$Cu^{2+} + 2e^{-} \rightarrow Cu$$

Sur l'anode, une oxydation a lieu:

$$Cu \rightarrow Cu^{2+} + 2e^{-}$$

L'anode de cuivre permet donc de régénérer les ions Cu^{2+}.

4.4.4 Procédé de fabrication d'un microsolénoïde en 3D

Le procédé de fabrication des microsolénoïdes est présenté dans la Figure 4-10 et détaillé ci-dessous:

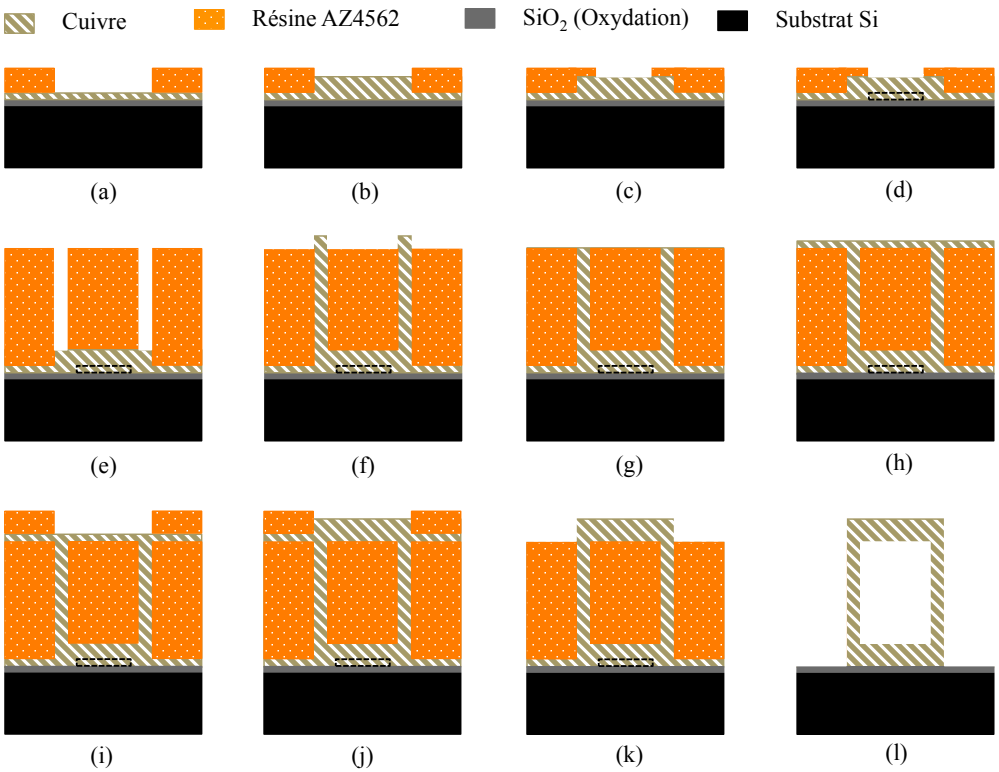


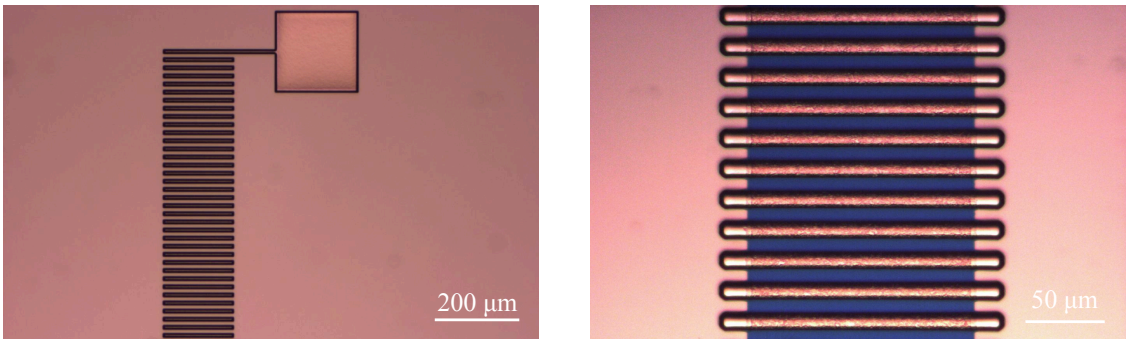
FIGURE 4-10 : Procédé de fabrication d'un microsolénoïde en 3D

(a) Elaboration d'un moule pour la croissance électrolytique des pistes inférieures

Une résine AZ4562 d'environ 6 µm est étalée par « spin-coating ». La lithographie est réalisée avec une dose d'insolation de 255 mJ juste après le recuit. Le moule est obtenu après un développement pendant 1 min 30 s effectué avec un mélange de AZ400K/EDI (1 : 4).

(b) Croissance électrolytique des pistes inférieures

Les pistes inférieures du microsolénoïde de 5 µm d'épaisseur sont réalisées par croissance électrolytique. Le courant appliqué et le temps de croissance sont -11 mA (densité de courant de -30 mA/cm^2) et 10 min respectivement. Après enlèvement de toute la résine par dissolution dans l'acétone, nous obtenons les pistes inférieures présentées dans la Figure 4-11 (a).



(a) Avant gravure de la sous-couche (b) Après gravure de la sous-couche

FIGURE 4-11 : Les pistes inférieures du microsolénoïde

(c) Elaboration d'un moule pour la gravure chimique de la sous-couche conductrice à enlever

La sous-couche de cuivre localisée entre les pistes doit être éliminée pour isoler les pistes inférieures avant les étapes suivantes. Elle serait difficile à enlever si elle était réalisée à la fin du process, car elle serait protégée par les pistes supérieures. Par ailleurs, les autres parties de la sous-couche, notamment les zones de croissance des piliers doivent être protégées pour la croissance suivante. Ainsi un moule juste un peu plus étroit que le solénoïde est réalisé. Les procédés et les paramètres de fabrication de moule sont les mêmes que ceux de l'étape (a) sauf qu'un recuit rapide de 50 s à 100°C est effectué.

(d) Gravure chimique de la sous-couche conductrice

Avant la gravure de la sous-couche, un traitement par plasma oxygène à 0.8 mbar avec une puissance de 160 W pendant 1 min est nécessaire afin d'éliminer la résine résiduelle dans les ouvertures du moule. La gravure chimique de la sous-couche conductrice se fait par une solution chimique commerciale « Cr etch » pendant 15 s. La couche de titane située au-dessous n'a pas besoin d'être éliminée en raison de sa très faible épaisseur (10 nm). Après

dissolution de la résine, la structure est présentée par la Figure 4-11 (b).

(e) Elaboration d'un moule pour la croissance des piliers

Le troisième moulage est réalisé dans cette étape pour la croissance des piliers en utilisant une résine AZ4562 d'environ 18 µm est étalée par « spin-coating ». La lithographie est faite avec une dose d'insolation de 465 mJ. Le moule est obtenu après un développement de 6 min (changement de bain toutes les 3 min), avec un mélange de AZ400K/EDI (1 : 4).

(f) Croissance électrolytique des piliers

Les piliers du microsolénoïde de 18 µm épais sont réalisés par la croissance électrolytique. Le courant appliqué et le temps de croissance sont -1 mA et 60 min respectivement. La structure est présentée dans la Figure 4-12 ci-dessous. Afin d'assurer le contact entre les piliers et les pistes supérieures du microsolénoïde, les piliers sont élaborés de manière à légèrement déborder du moule de résine puis sont aplanis.

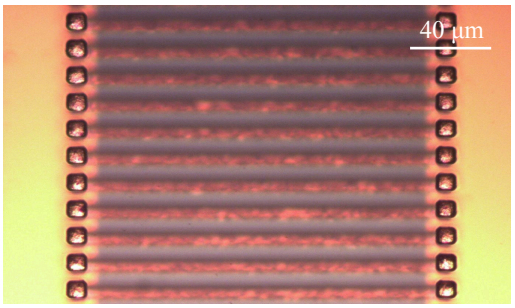


FIGURE 4-12 : Croissance électrolytique des piliers

(g) Aplanissement de la surface

Une surface plane est une condition importante pour la remétallisation de la deuxième sous-couche. Nous devons ainsi éliminer le cuivre des piliers qui a débordé du moule en conservant la surface plane.

Un simple procédé de gravure chimique a été utilisé pour cette étape. La solution de gravure est la même que celle qui a permis d'éliminer la sous-couche de cuivre entre les pistes inférieures. Le temps de gravure dépend de l'épaisseur de cuivre superflue. Nous avons vérifié la surface par microscope optique tous les 15 s. Le temps total était d'environ 2 min pour obtenir une surface plane.

(h) Remétallisation de la deuxième sous-couche conductrice

Une deuxième couche de croissance de Ti/Cu est déposée sur la résine par pulvérisation cathodique. Les conditions de dépôt sont les mêmes que pour l'étape (a).

(i) Elaboration d'un moule pour la croissance des pistes supérieures

Une résine AZ4562 d'environs 6 µm est étalée par « spin-coating » pour le dernier niveau de micromoulage. En raison du bullage de la résine située au-dessous de la couche conductrice et de la déformation de la résine due à la contrainte induite par la remétallisation, le pré-recuit n'a été effectué qu'à 50°C pendant 40 min avec une rampe de 20°C à 50°C pendant 10 min. La lithographie a été effectuée avec une dose d'insolation de 255 mJ. Le moule est obtenu après un développement pendant 1min 30s.

(j) Croissance électrolytique des pistes supérieures

Les pistes supérieures du microsolénoïde de 5 µm d'épaisseur sont réalisées par croissance électrolytique. Le courant appliqué et le temps de croissance sont -9 mA (densité de courant de -30 mA/cm^2) et 10 min respectivement.

(k) Gravure de la deuxième sous-couche conductrice

L'échantillon est insolé en pleine plaque pendant 1min 30s puis trempé dans le développeur pendant 3 min. De cette manière, la résine supérieure est éliminée. La sous-couche conductrice est éliminée par gravure chimique.

(l) Libération du microsolénoïde

La résine inférieure a été éliminée par dissolution dans l'acétone pour libérer le solénoïde. Une dernière gravure chimique de 15 s permet d'ôter tous les restes de la première sous-couche de cuivre. Les microsolénoïdes sont alors bien obtenus (voir Figure 4-13).

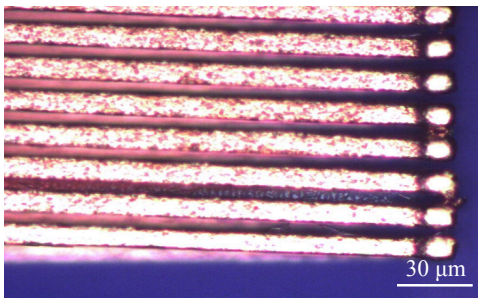


FIGURE 4-13: Micro-solénoïde vu par microscope optique

La Figure 4-13 représente les images, obtenues au microscope électronique à balayage (MEB), des microsolénoïdes ayant des pistes de 10 µm et un espacement inter-pistes de 10µm et des piliers de 18 µm de hauteur.

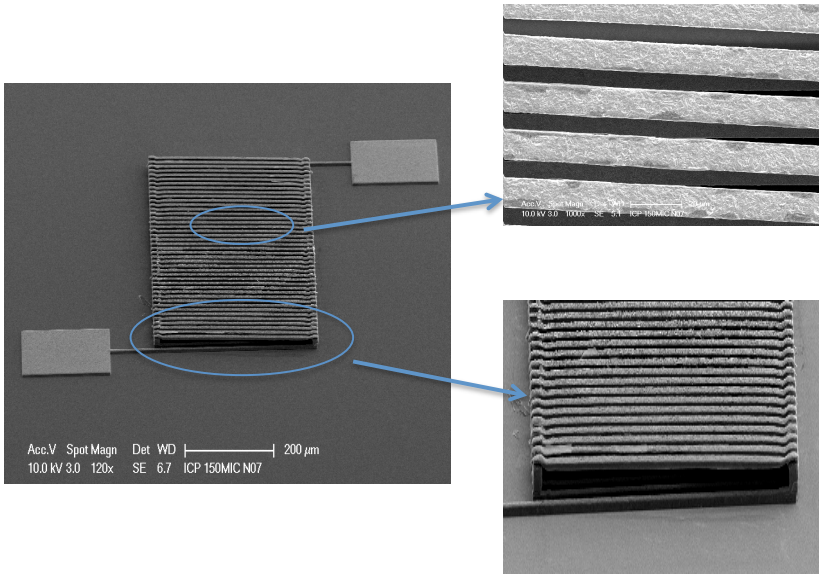


FIGURE 4-14: Micro-solénoïde vue par microscope électronique à balayage

4.5 Elaboration du capteur MI sur substrat à adhérence contrôlée

Nous avons montré précédemment que le procédé de transfert par report permet d'intégrer le micro-capteur dans le micro-solénoïde. Deux types de substrat donneur peuvent être utilisés pour cette technique. Le premier est un substrat de silicium recouvert d'une couche fluorocarbonée déposée à l'aide d'un bâti de gravure profonde du silicium (DRIE, Deep Reactive Ion Etching). Le deuxième est un substrat de silicium recouvert de carbone déposé par la pulvérisation cathodique.

4.5.1 Couche fluorocarbonée

La couche fluorocarbonée de composition de C_xF_y est une couche à faible adhérence en raison de son hydrophobie [BRAU 10]. A l'IEF, elle est réalisée dans un bâti de DRIE qui est principalement utilisé pour la gravure profonde de silicium avec des flancs verticaux. Cette gravure correspond à deux étapes de procédé. Le premier est une gravure du silicium par réaction avec des gaz fluorés, le second est une passivation par dépôt d'une couche fluorocarbonée pour éviter la gravure sur les flancs de manière à garantir la verticalité. Nous utilisons cette dernière étape de passivation pour former la couche fluorocarbonée déposée sur le substrat par réaction dans un plasma. Pour une étape de 30s dans le bâti, une couche fluorocarbonée de l'ordre de 50 nm est déposée sur le substrat.

Pour quantifier la mouillabilité et les propriétés d'adhérence de la surface, l'énergie de surface est un facteur important. Pour le déterminer, des mesures d'angle de contact sont effectuées avec une goutte de liquide, comme montré sur la Figure 4-15. L'hydrophobie de la couche est confirmée par l'image, et la mesure de l'angle de contact de 113° pour une couche fluorocarbonée déposée sur un substrat de 2 pouces (hydrophobe).

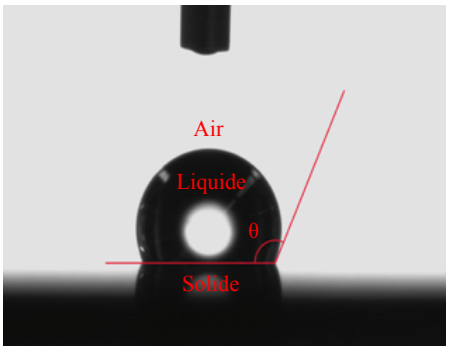


FIGURE 4-15 : Mesure d'angle de contact d'une couche fluorocarbonée avec l'EDI

4.5.2 Influence de traitement thermique sur la couche fluorocarbonée

D'après l'étude réalisée par G. Schelcher sur des échantillons de 4 pouces (Figure 4-16), un traitement thermique est nécessaire pour contrôler l'adhérence des structures réalisées sur les films de C_xF_y. Toutefois, ce traitement n'intervient que sur l'épaisseur de la couche fluorocarbonée sans modification de sa mouillabilité [SCHE 12]. L'épaisseur de la couche diminue linéairement avec la température de recuit à partir de 100°C (de 100 nm à 30 nm pour une température de 100°C à 250°C). Cette modification est probablement liée au réarrangement de la couche de polymère. Pour un recuit à 250°C, l'épaisseur décroit avec le temps jusqu'à un recuit de 30 min, puis l'épaisseur de la couche reste stable, de l'ordre de 20 nm. En parallèle, Il y a moins de 5% de diminution de l'angle de contact.

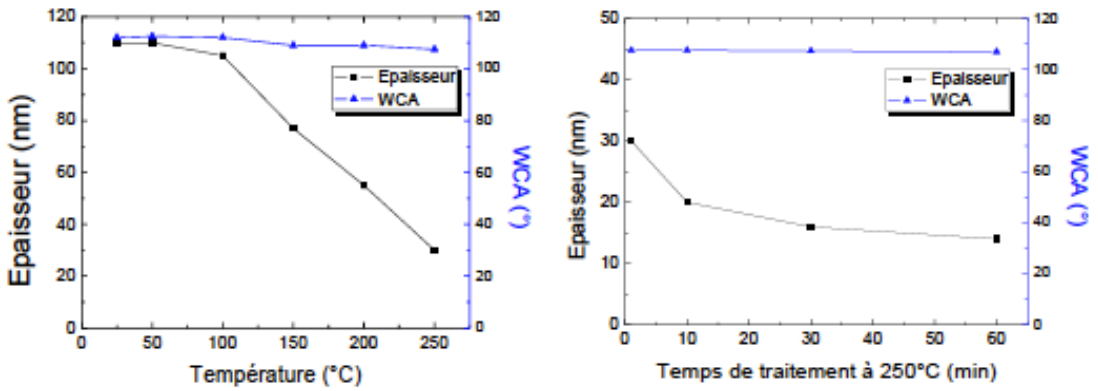


FIGURE 4-16 : Influence de traitement thermique sur la couche fluorocarbonée [SCHE 12]

WCA est l'angle de contact mesuré par goutte de l'EDI

Nous avons réalisé une étude sur un échantillon de 2 pouces. Quatre échantillons ont été préparés par dépôt de 30 s à l'aide du bâti de DRIE. Deux échantillons (N° 1 et 2) ont été recuits jusqu'à une température de 250°C (inférieure à la température de fusion de 327°C) sur plaque chauffante à l'air avec un temps de rampe de 20 min puis sont été retirés de la plaque chauffante. Deux autres échantillons (N° 3 et 4) ont été recuits de la même manière mais à 250°C pendant 30 min. Le Tableau 4-3 présente les mesures de l'angle de contact et de l'épaisseur pour ces quatre échantillons.

Cette étude permet de confirmer que nous avons obtenu le même résultat sur le substrat de 2 pouces. Pour l'application à la technique de transfert, nous avons réalisé le traitement thermique à 250°C pendant 30 min après le dépôt de la couche flurocarbonée, en raison du fait que l'étape suivante (assemblage de substrats) sera effectuée à cette température.

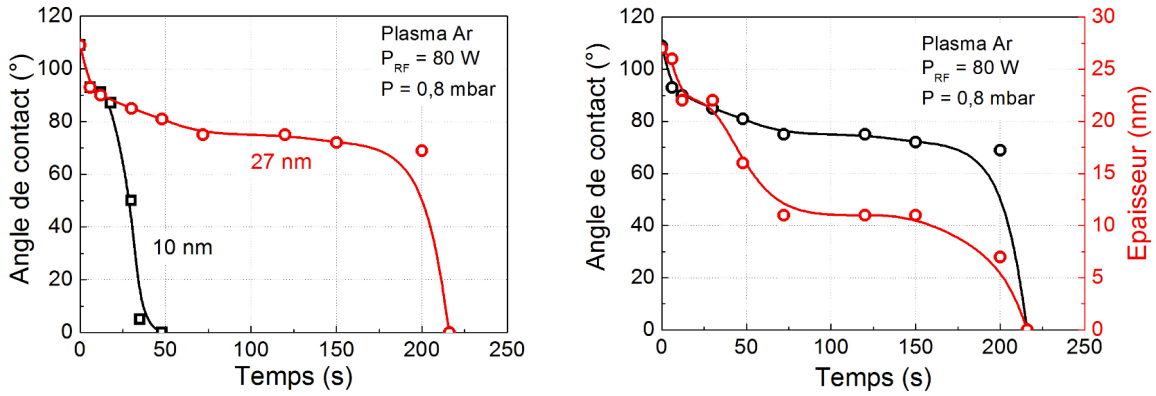
N° d'échantillon	Epaisseur	Angle de contact	Epaisseur	Angle de contact
	Sans traitement thermique		Avec traitement thermique	
1	50nm	114°	12nm	109°
2	53nm	114°	12nm	108°
3	53nm	113°	10nm	107°
4	46nm	115°	8nm	108°

TABLEAU 4-3 : Mesure d'angle de contact (CA, goutte de l'EDI) et d'épaisseur sur les échantillons de 2 pouces sans ou avec traitement thermique

Après ce traitement thermique, le substrat donneur est prêt pour l'élaboration d'un capteur MI. Celui-ci est réalisé par pulvérisation cathodique et structuré par lift-off bicouche (cf. Chapitre 2). Après l'enduction de la résine de type LOR30b sur le substrat recouvrant d'une couche fluorocarbonée, un recuit de la résine à 180°C pendant 5 min est nécessaire. Durant le recuit, un problème de bulles est apparu à la surface d'échantillon, ce qui empêche les étapes suivantes. Ces bulles sont liées à un problème d'adhérence entre la couche fluorocarbonée et la couche de LOR30b à haute température. Une rampe de 100°C à 180°C effectuée pendant le recuit ou l'utilisation d'un promoteur d'adhérence (Primer) n'a pas résolu ce problème.

4.5.3 Influence de traitement par plasma sur la couche fluorocarbonée

Pour résoudre ce problème, un traitement par plasma du substrat donneur a été étudié. Le traitement de surface par plasma implique une réticulation et une fonctionnalisation de la surface [CHAR 00]. L'emploi de gaz inerte permet d'éviter une réaction chimique avec les résidus de l'air et de l'eau pendant le traitement et de modifier la mouillabilité de surface. Les essais ont été réalisés avec un gaz d'argon, une pression de travail de 0.8 mbar et une puissance de 80 W. La Figure 4-17 (a) représente l'évolution de l'angle de contact en fonction du temps de traitement pour deux couches fluorocarbonées de 27 nm et de 10 nm (substrat de 2 pouces). La mouillabilité de surface (angle de contact) diminue en fonction du temps de traitement, plus rapidement pour une couche fluorocarbonée de 10 nm. La Fig. 5-16 (b) montre que l'épaisseur de la couche fluorocarbonée diminue également avec le traitement par plasma d'argon.



(a) (b)

FIGURE 4-17 : (a) Evolution de l'angle de contact en fonction du temps de traitement par plasma d'argon pour deux couches d'épaisseur différente

(b) Evolution de l'angle de contact et de l'épaisseur pour une couche fluorocarbonée de 27 nm

Après traitement avec un plasma d'argon de 6 secondes, nous avons réalisé des enductions de résine LOR30b sur les échantillons traités. Pendant le recuit de 5 min à 180°C, il n'est pas apparu de bulles dans la surface. Enfin une couche de Ti/Finemet/Ti de 1 mm^2 avec une épaisseur de Finemet de 500nm a été déposée et structurée par lift-off.

4.5.4 Couche de carbone

En parallèle, un substrat donneur a été préparé avec une couche de carbone. Ce matériau permet de supporter des hautes températures (supérieures à 300°C). Une couche de carbone a été déposée sur un substrat de silicium de 2 pouces par pulvérisation cathodique avec magnétron. Les conditions du dépôt ont été optimisées dans le laboratoire pour minimiser la contrainte induite pendant le dépôt. Une couche de titane de 10 nm est utilisée en-dessous de la couche du carbone pour améliorer l'adhérence entre la couche de carbone et le substrat. Le dépôt est réalisé pendant 1500s sous une pression de l'ordre de 10^{-2} mbar en présence un gaz d'argon avec une puissance RF de 200 W. La pression résiduelle dans le bâti est proche de 10^{-6} mbar. La vitesse du dépôt sous cette condition est très faible de l'ordre de 0.05 Å/s. Un traitement thermique à 250°C est effectué après le dépôt, ce qui permet de diminuer la contrainte résiduelle dans la couche entre 40% et 50%.

L'angle de contact a été mesuré sur le substrat recouvrant de carbone. Il était autour de 70°, ce qui est plus faible qu'avec une couche fluorocabonée, ce qui correspond donc à une énergie de surface plus élevée. Avec ce substrat donneur, une couche de Ti/Finemet/Ti a été élaborée avec succès sans génération de bulle avec la résine LOR30b et recuit à 180°C.

4.6 Assemblage des substrats et libération

L'assemblage des substrats donneur et récepteur est assuré par insertion dans un bâti de soudure de substrat, en utilisant un adhésif intermédiaire de BCB (benzocyclobutène). Le BCB est un polymère qui présente une forte résistivité ($10^{19}\Omega$.cm) et une faible conductivité thermique (0.29 $W.m^{-1}.K^{-1}$ à 24°C) [DOW 05]. L'assemblage des substrats est basé sur la polymérisation du BCB grâce à un traitement thermique réalisé entre 200°C et 300°C [JOUR 05]. Le BCB utilisé dans le laboratoire est le DVS-bis-BCB (Cyclotene®) de série 4024 commercialisé par Dow Chemical. Son monomère est présenté dans la Figure 4-18.

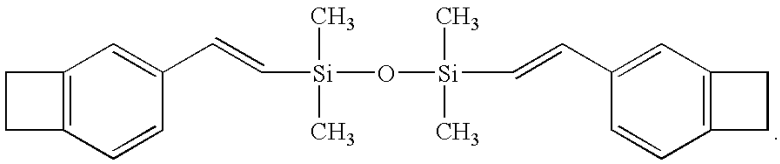


FIGURE 4-18 : Monomère de DVS-bis-BCB

Le BCB est un polymère photosensible négatif. Grâce à une activation thermique, l'ouverture du cycle a lieu dans un premier temps pour former la quinodiméthane puis une réaction de type Diels-Alder est effectué pour la polymérisation entre les monomères en formant un réseau tridimensionnel [WOEH 12]. Le BCB est déposé par « spin-coating » puis lithographie pour ne recourir que les motifs à transférer. Les étapes de réalisation d'une couche de BCB sont présentées ci-dessous :

(a) Enduction d'un promoteur de AP3000 sur les structures du substrat donneur : vitesse de rotation de 3000 tr/min et vitesse d'accélération de 3000 tr/min/s. Le temps de rotation est 30s.
(b) Recuit sur plaque chauffante à l'air à 110°C pendant 30 s
(c) Enduction d'une couche de BCB de 3.5 µm d'épaisseur : vitesse de rotation de 3500 tr/min et vitesse d'accélération de 3500 tr/min/s. Le temps de rotation est fixé à 30 s pour assurer une épaisseur uniforme.
(d) Recuit sur plaque chauffante à l'air à 80°C pendant 90 s
(e) Insolation avec une dose de 100 mJ/cm^2 en traversant un masque
(f) Développement dans un développeur de DS2100 : 6 min de développement en changeant le bain tous les 3 min. Le BCB est un polymère photosensible négatif. Par conséquent, les zones protégées par le masque sont révélées dans le développeur.

Une fois le BCB appliqué, nous avons testé le transfert des motifs. Celui-ci consiste à assembler les deux wafers à l'aide d'un équipement de soudure de substrat. Les deux wafers sont alignés et plaqués ensemble, puis une force de 3500 N est appliquée. La température et le temps d'assemblage sont optimisés à 250°C pendant 60 min pour obtenir une polymérisation complète du BCB [BRAU 06]. Il y a également environ 50 min de temps de montée en température et 100 min de refroidissement.

Après l'assemblage des wafers, la séparation des substrats est réalisée manuellement par insertion d'un coin métallique sur la périphérie des deux wafers. Ensuite le coin sert comme un levier pour séparer les substrats délicatement.

Toutefois les résultats ne sont pas suffisamment encourageants. Pour les structures déposées sur substrat de carbone, peu de motifs sont transférés (~ 5%). Concernant les structures réalisées sur le substrat recouvrant d'une couche fluorocarbonée, aucun motif n'est transféré même avec une force plus élevée de 7000N. Certaines perspectives sont proposées pour la poursuite de ces travaux :

(1) La force appliquée par le piston pourrait être augmentée avec les couches de carbone sans abîmer les structures. Nous pourrons également essayer de déposer le Finemet directement sur carbone sans couche d'adhérence de titane afin de diminuer l'adhésion entre les motifs et le substrat.

(2) Concernant le substrat recouvert d'une couche fluorocarbonée, nous pourrions tout d'abord élaborer les motifs en utilisant un lift-off classique avec une résine de type AZ5214 ou TI35. En utilisant ce type de résine, la température du recuit est plus faible par rapport à celle de la LOR30b (la température maximale est 120°C pour la résine de type AZ5214 et 130°C pour la résine de type TI35). Ainsi nous n'aurions pas besoin de procéder à une étape de traitement par plasma d'argon qui dégrade la couche fluorocarbonée. D'autre part nous pourrions tester un polymère fluorocarboné liquide déposé par spin-coating, qui pourrait être compatible avec la résine LOR30b.

4.7 Conclusion

En raison de la présence d'une non-linéarité et d'un hystérésis dans la réponse des micro-capteurs réalisés, un microsolénoïde localisé autour du capteur est nécessaire afin d'effectuer une polarisation du capteur. Dans ce chapitre, des microsolénoïdes à section rectangulaire constitués de trois niveaux (pistes inférieures, piliers et pistes supérieures) ont été réalisés par croissance électrolytique de cuivre. La caractérisation dimensionnelle des microsolénoïdes a été effectuée par MEB. En raison de problèmes de découpe du substrat, les microsolénoïdes n'ont pas pu être caractérisés électriquement. De plus, une étude préliminaire sur le transfert par report (intégration du capteur dans le microsolénoïde) a été effectuée. Les dépôts du film sur deux types de substrat donneur à adhérence contrôlée ont été réalisés. Le premier est un substrat de silicium recouvert d'une couche fluorocarbonée déposée à l'aide d'un bâti de DRIE. Le deuxième est un substrat de silicium recouvert de carbone déposé par pulvérisation cathodique. Les influences de traitement thermique et par plasma sur la couche fluorocarbonée ont été étudiées. Cela permet de modifier l'épaisseur et l'adhérence de la couche fluorocarbonée. L'assemblage des substrats donneur et récepteur est assuré par insertion dans un bâti de soudure de substrat, en utilisant un adhésif intermédiaire de BCB. L'assemblage des substrats est basé sur la polymérisation du BCB grâce à un traitement thermique réalisé entre 200°C et 300°C. Toutefois les résultats ne sont pas suffisamment encourageants. Pour les structures déposées sur substrat de carbone, peu de motifs sont transférés (~5%). Concernant les structures réalisées sur le substrat recouvert d'une couche fluorocarbonnée, durant le traitement thermique de la résine LOR30b, un problème de bulles apparaît sur la surface d'échantillon, ce qui empêche les étapes suivantes. Ces bulles sont liées au problème d'adhérence entre la couche fluorocarbonée et la couche de LOR30b à haute température. Le traitement par plasma argon peut résoudre ce problème mais il dégrade également la couche de fluorocarbonée. Pour cette situation, aucun motif n'est transféré même avec une force plus élevée de 7000 N.

Chapitre 5

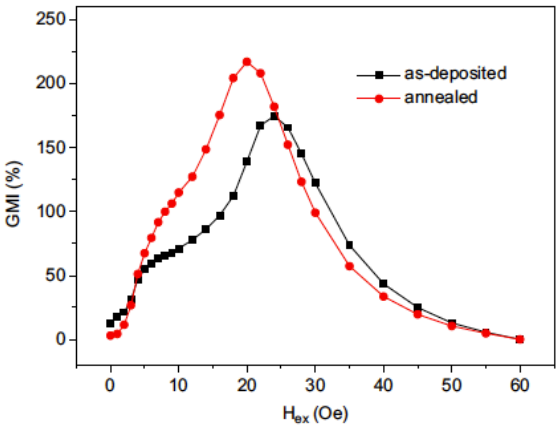
Elaboration et caractérisation de micro-capteurs MI réalisés par croissance électrolytique

5.1 Introduction

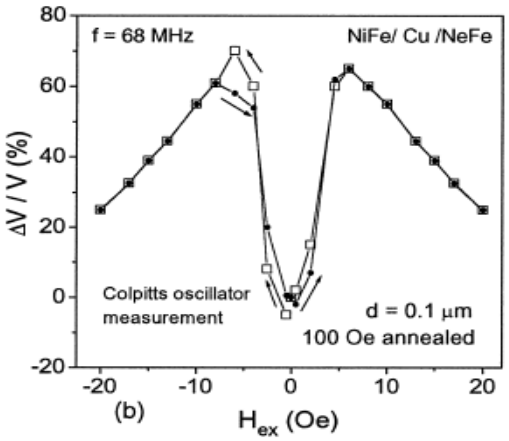
Dans le chapitre 2, nous avons présenté le développement d'un procédé de fabrication de capteur MI à base de Finemet dont les motifs sont réalisés par pulvérisation et lift-off en bicouche. Cette méthode permet d'obtenir une structure magnétique fermée mais il reste encore des petits défauts des motifs liés à la technique de pulvérisation cathodique qui est non directive. Ces défauts impliquent un durcissement magnétique du matériau (voir Chapitre 2). Dans ce chapitre un autre type de matériau magnétique doux, le permalloy, sera utilisé pour l'élaboration du capteur. Il a des propriétés magnétiques très intéressantes surtout lorsque sa composition est proche de $Ni_{80}Fe_{20}$. Il présente un champ coercitif faible et une aimantation à saturation importante ainsi qu'une magnétostriction faible. Par rapport au Finemet qui est déposé par pulvérisation cathodique, le permalloy peut être élaboré par croissance électrolytique, qui est une technique plus facile à mettre en œuvre tout en limitant des conditions sévères pendant le dépôt. De plus, la croissance électrolytique permet de réaliser des couches épaisses de quelques dizaines de microns. Ceci permet de diminuer la fréquence d'excitation optimale du capteur. Ainsi dans ce chapitre, nous allons présenter le développement d'un procédé de fabrication de capteur à magnéto-impédance de type permalloy/cuivre/permalloy. Les trois couches du capteur ont été réalisées par micromoulage avec les mêmes masques présentés dans le chapitre 2.

5.2 Micro-capteur MI basé de permalloy

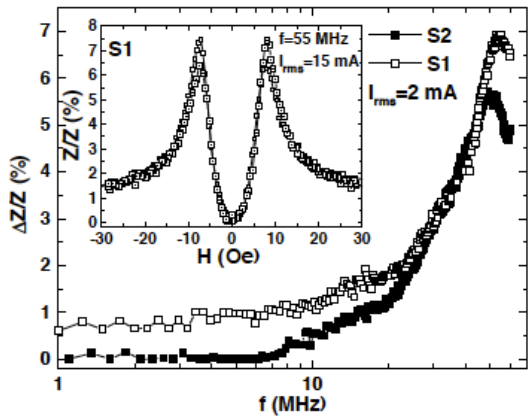
Les premières études sur le permalloy ont été réalisées par Arnold et Elmen [BOZO 51]. Ses propriétés magnétiques performantes lui permettent d'être utilisé pour des capteurs magnétiques de type GMR ou GMI. Les capteurs à MI à base de microfil NiFe/Cu élaborés par croissance électrolytique ont été réalisés par plusieurs équipes [LISE 06, JIAN 08, MISH 11, MISH 12]. Des magnéto-impédances très élevées de l'ordre de quelques centaines de % ont été obtenues. L.V. Panina et K. Mohri ont réalisé des capteurs à base de film mince (NiFe/Cu/NiFe) par pulvérisation cathodique, ce qui a permis d'obtenir une variation de 70% à 68 MHz avec un oscillateur Colpitts [PANI 00]. Plusieurs travaux ont été réalisés par G.V. Kurlyandskaya sur des structures tri-couches et multicouches à base de permalloy et de cuivre, déposés par pulvérisation cathodique avec un masque mécanique [DECO 08 ; KURL 02 ; KURL 14]. M.A. Rivero a réalisé une étude sur des capteurs tri-couches (permalloy/Cu/permalloy), fabriqués par pulvérisation cathodique avec différentes formes (forme standard et forme méandrique) [RIVE 03]. Des variations d'impédance entre 25% et 140% à 80 MHz ont été obtenues selon la forme du capteur. Z. Zhou a réalisé une étude similaire sur la forme méandrique mais les capteurs ont été élaborés par la croissance électrolytique et une variation d'impédance de 37% a été obtenue [ZHOU 08]. La figure 5-1 représente quelques exemples de la littérature sur des capteurs à base de permalloy. Il existe cependant peu d'études sur l'influence de la géométrie et du recuit sur les propriétés. C'est cette étude qui est présentée dans les parties suivantes.



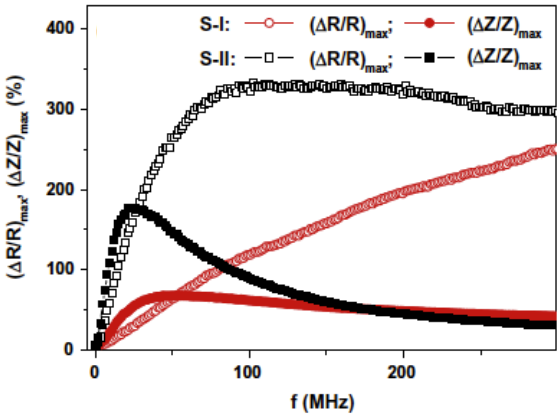
(a) Jiang *et al*. [JIAN 08]



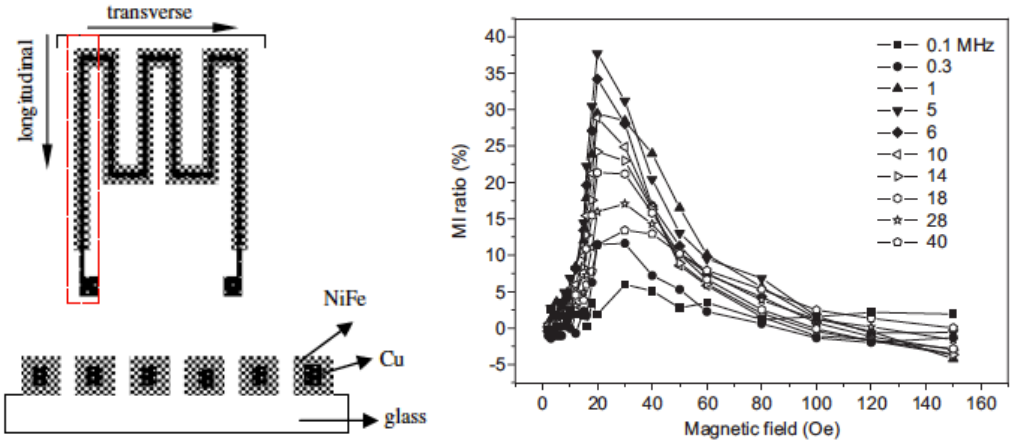
(b) Panina et Mohri [PANI 00]



(c) Kurlyandskaya *et al.* [KURL 02]



(d) Kurlyandskaya *et al*. [KURL 14]



(e) Zhou *et al*. [ZHOU 08]

Figure 5-1 : Exemples dans la littérature de caractéristiques de capteurs à base de permalloy

5.3 Description technologique du procédé de fabrication

Les capteurs MI de type tri-couches (Permalloy/Cuivre/Permalloy) réalisés par croissance électrolytique et présentés dans ce chapitre ont été réalisés avec le moule à base de résine épaisse AZ4562. Ce procédé de micromoulage a été présenté dans le chapitre 4.

5.3.1 Croissance électrolytique de permalloy

Lorsque différents éléments métalliques sous forme d'ions se trouvent dans un électrolyte, il est possible de choisir judicieusement le potentiel cathodique ou la densité de courant cathodique pour sélectionner la croissance d'un seul métal ou une croissance simultanée des deux métaux. Le permalloy est un alliage nickel-fer de 80% atomique de nickel et de 20% atomique de fer. Le nickel doit donc être déposé préférentiellement au fer. Généralement, le potentiel de croissance est -0.12 V pour le nickel et -0.44 V pour le fer, ce qui favorise une croissance préférentielle du nickel par rapport au fer. De plus, considérant les constantes cinétiques, la vitesse de croissance du nickel seul est également plus élevée que celle du fer seul, ce qui favorise aussi la croissance préférentielle du nickel. En revanche, dans le cas d'une croissance simultanée de Fe et de Ni, un phénomène de croissance anomale a lieu, c'est-à-dire une réduction préférentielle du fer par rapport au nickel [LÖCH 96 2, RASM 01, RASS 03]. Cela a été observé, même si l'électrolyte contient des ions de Ni^{2+} en quantité plus importante que pour Fe^{2+} [SASA 98]. Ceci peut être expliqué par une formation d'hydroxyde métallique pendant la croissance [DAHM 65]. En effet, la réduction de l'eau à la cathode provoque une augmentation du pH au voisinage de l'électrode, qui implique la formation d'hydroxyde de fer $Fe(OH)_2$ précipitant à la surface de la cathode. Celui-ci s'adsorbe à la surface de l'électrode en bloquant les sites de réduction du nickel. Ainsi le pH de la solution est un facteur important pouvant influer sur la qualité de la croissance.

L'électrolyte utilisé dans le laboratoire pour la croissance de permalloy est un bain chimique dont la composition est présentée dans le Tableau 5-1 ci-dessous :

Composition chimique	Concentration (mol/L)
$NiSO_4 \bullet 6H_2O$	0.75
$NiCl_2 \bullet 6H_2O$	0.02
$FeSO_4 \bullet 7H_2O$	0.03
H_3BO_3	0.4
$C_7H_5NO_3S$	0.016

TABLEAU 5-1 : Composition de l'électrolyte pour la croissance de permalloy

$FeSO_4$ et $NiSO_4/NiCl_2$ sont respectivement les sources de cations Fe^{2+} et Ni^{2+} susceptibles d'être réduits pendant la croissance. $NiCl_2$ permet d'éviter la passivation de l'anode et le Cl^- augmente la mobilité des ions. L'acide borique (H_3BO_3) permet de minimiser la formation d'hydroxyde de fer à la surface de la cathode. La saccharine ($C_7H_5NO_3S$) réduit les tensions internes du dépôt. Le pH dans la solution est de 2.4.

Les potentiels de réduction du nickel et du fer sont proches de celui de l'hydrogène. Pendant la croissance, des bulles d'hydrogène se forment à la surface de la cathode, ce qui implique du bruit sur la courbe de potentiel. Ainsi l'électrode de référence est inutile dans le dispositif expérimental. Par rapport à la croissance électrolytique de cuivre, le système est plus simple. Il n'y a que deux électrodes utilisés : l'échantillon est considéré comme la cathode, tandis que l'anode est une plaque de nickel pur de grande surface par rapport à l'échantillon. Les deux électrodes sont reliées à une alimentation électrique (générateur). Les réactions chimiques ayant lieu sont présentées ci-dessous :

A la cathode, les ions métalliques sont réduits et il y a dégagement d'H_2 :

$$Ni^{2+} + 2e^- \rightarrow Ni$$
$$Fe^{2+} + 2e^- \rightarrow Fe$$
$$2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$$

A l'anode, le nickel est oxydé :

$$Ni \rightarrow Ni^{2+} + 2e^-$$

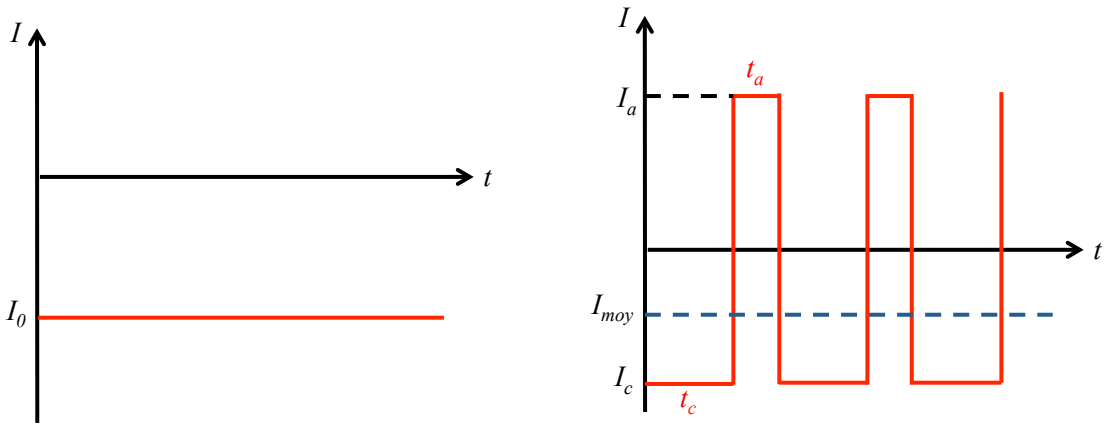
5.3.2 Optimisation des conditions de croissance

Afin d'optimiser les propriétés du permalloy, une étude préliminaire de l'influence de paramètres expérimentaux comme le mode et la densité de courant a été réalisée dans le laboratoire [CORT 14]. Les tests ont été effectués sur des moules constitués de motifs carrés de 1mm×1mm. Les moules avaient été préparés avec la résine AZ4562 photo lithographiée sur une sous-couche de Ti/Cu.

Mode de courant utilisé

Le courant utilisé pour la croissance électrolytique peut être continu ou alternatif (pulsé inversé). La figure 5-2 représente ces deux modes de courant testés pour la croissance électrolytique de permalloy. Le courant continu est le plus souvent utilisé parce que la vitesse

de croissance est plus élevée. C'est un courant cathodique continu I_0 qui permet de favoriser la migration des ions et la réduction du fer et du nickel sur la cathode. Les tests en courant continu ont été réalisés avec une densité de courant variant de –5 mA/cm^2 à – 40 mA/cm^2.



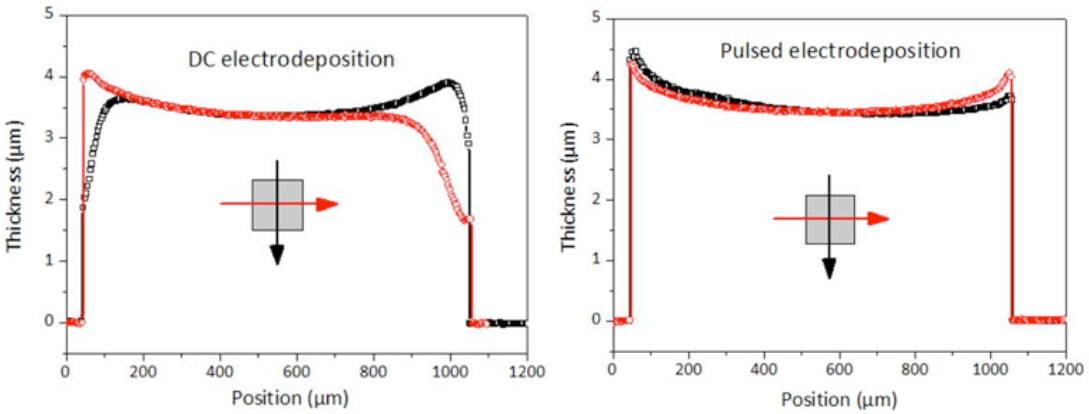
(a) Courant continu (b) Courant pulsé

Figure 5-2 : Mode de courant utilisé pour la croissance électrolytique de permalloy

Cependant la croissance avec ce type de courant induit un dépôt asymétrique en épaisseur (voir la Figure 5-3 (a)), ce qui a été mesuré au moyen d'un profilomètre mécanique selon deux axes. Cette différence est liée d'une part à l'augmentation locale de la densité de courant à l'interface entre la surface conductrice et le moule en résine, d'autre part au mouvement de l'électrolyte induit par le dégagement d'hydrogène.

Afin de résoudre ce problème, la croissance électrolytique par courant pulsé a été étudiée (figure 5-2 (b)). Le courant est constitué d'un courant cathodique I_c imposé pour un temps t_c et un courant anodique I_a de signe opposé pour un temps t_a. Les phases cathodique et anodique sont respectivement considérées comme les phases de croissance et de gravure. Cette gravure permet d'améliorer l'homogénéité de surface en épaisseur. Le courant moyen I_{moy} est alors calculé par :

$$I_{moy} = \frac{I_a t_a + I_c t_c}{t_a + t_c}$$



(a) Croissance en courant continu (b) Croissance en courant pulsé

Figure 5-3 : Mesure par profilomètre mécanique en deux axes sur les échantillons électrodéposés [CORT 14]

La figure 5-3 (b) montre que l'asymétrie en épaisseur est limitée à l'échelle d'un motif en utilisant un mode de courant pulsé. Cependant la non uniformité en épaisseur sur l'ensemble de l'échantillon est toujours existante avec une variation d'environ de 30%. La zone la plus proche du contact électrique présente une vitesse du dépôt plus élevée. Celle-ci est due à la distribution non-uniforme de courant sur l'échantillon pendant la croissance. De plus la production de bulles d'hydrogène induit un mouvement vertical de l'électrolyte pendant la croissance. Ce problème de variation en épaisseur peut être réduit à 5% en tournant l'échantillon trois fois d'un quart de tour durant le dépôt. Considérant les deux modes de courant utilisés, les meilleurs résultats en termes d'uniformité en épaisseur ont été obtenus en utilisant un mode de courant pulsé.

Composition chimique du matériau électrodéposé de NiFe

Les propriétés magnétiques du NiFe sont complètement différentes selon sa composition chimique [BOZO 51, BRIS 97]. Par exemple, l'alliage contenant 25% de nickel est paramagnétique et l'alliage à 31% de nickel possède une coercivité de 0.5 Oe. Concernant l'aimantation à saturation, elle commence à augmenter à partir de 30% de nickel jusqu'à une valeur maximale obtenue autour de 47% de nickel. Par la suite elle décroit jusqu'au nickel pur. Une propriété magnétique intéressante correspond à une composition voisine de 80% de nickel et 20% de fer. Il présente alors une faible coercivité avec une aimantation à saturation importante.

Les travaux antérieurs dans le laboratoire montrent que le pourcentage de nickel dans un film électrodéposé augmente avec la densité de courant en mode continu [SOUA 13]. En courant pulsé, la densité de courant est représentée par le courant moyen. L'alliage est plus enrichi en nickel en courant pulsé par rapport au film réalisé en courant continu à la même densité de

courant. Ceci peut être expliqué par la gravure préférentielle du fer lors du courant anodique. Il n'y pas de tendance de la variation de la composition chimique en courant pulsé.

Il faut noter que la non uniformité de la vitesse de croissance induit non seulement des variations en épaisseur, mais est aussi à l'origine de la variation de la composition puisqu'elle est liée à une non-uniformité de la densité de courant. En effet, il apparaît que le pourcentage atomique de nickel augmente du centre vers les bords.

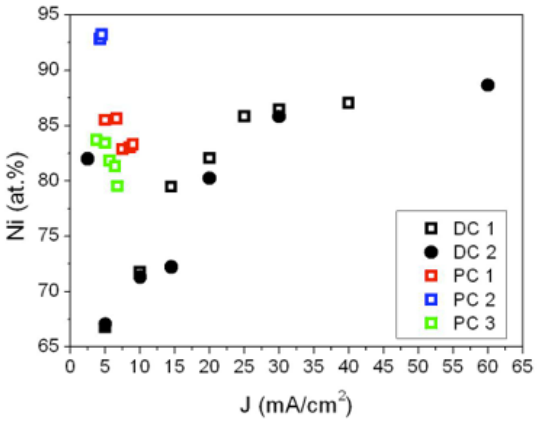


Figure 5-4 : Influence de la densité de courant sur la composition chimique pour les films NiFe électrodéposés par courant continu et pulsé [CORT 14]

Vitesse et efficacité de la croissance électrolytique du NiFe

En mesurant l'épaisseur du film déposé et en tenant compte du temps de la croissance, la vitesse de la croissance est alors déduite. La figure 5-5 représente la vitesse de croissance en fonction de la densité de courant en mode continu et pulsé. Il apparaît que la vitesse de croissance est une fonction linéaire de la densité de courant pour ces deux modes. Ceci est en accord avec la loi de Faraday. Les points obtenus en courant pulsé semblent s'aligner sur la même droite que celle en courant continu. Ceci peut être dû à la faible vitesse de gravure de NiFe et à la faible durée anodique.

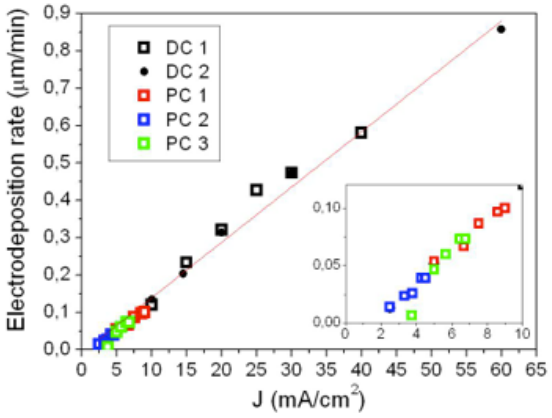


Figure 5-5 : Vitesse de la croissance électrolytique en fonction de la densité de courant en mode continu et pulsé [CORT 14]

L'efficacité du procédé de croissance électrolytique est représentée par :

$$\eta = \frac{n_{Ni} + n_{Fe}}{n_{Tot}}$$

avec n le nombre de moles qui est calculé en tenant compte de l'épaisseur de dépôt et la densité volumique ρ estimée par la formule suivante [BOZO 51]:

$$\rho = 8.22 + 0.68\frac{\%Ni - 50}{50}$$

Cette formule n'est valable que sur le film de NiFe avec un pourcentage atomique de Ni compris entre 50 et 100%. La courbe d'efficacité est représentée dans la figure 5-6. La tendance de variation d'efficacité en fonction de la densité de courant appliqué en mode continu et pulsé est en bon accord avec les résultats observés par Quemper [QUEM 99]. Cependant, les valeurs obtenues sont plus élevées, probablement en raison d'une surestimation de la densité volumique de NiFe liée à la porosité.

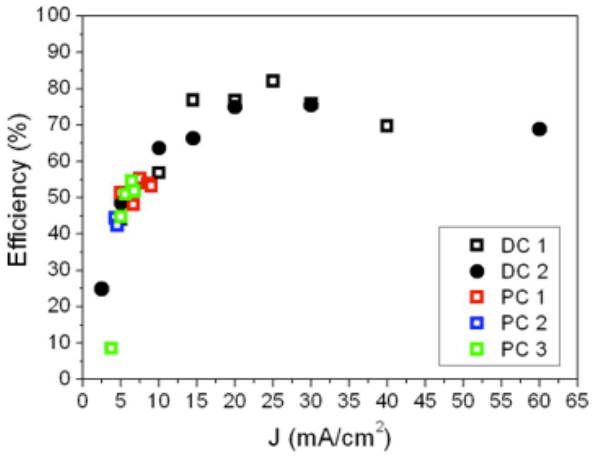


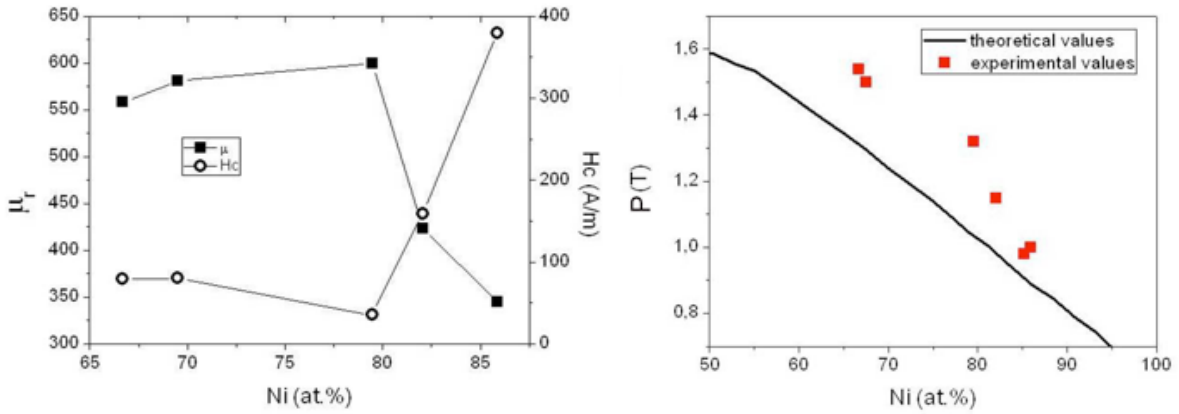
Figure 5-6 : Efficacité du procédé de la croissance électrolytique en fonction de la densité de courant en mode continu et pulsé [CORT 14]

Des résultats similaires ont également été observés par Costa [COST 97] en courant continu, qui montre que l'efficacité de la croissance augmente avec la concentration atomique en Ni. Ceci peut être expliqué par la réduction de l'eau contenue dans l'électrolyte, qui a pour conséquence une augmentation du pH proche de l'électrode. Celle-ci favorise la réduction de Fe^{2+}. L'efficacité de la croissance est en bon accord entre les vitesses de courant continu et pulsé. De plus, les résultats sont reproductibles par rapport aux travaux antérieurs dans le laboratoire.

Propriétés magnétiques du film NiFe

Les propriétés magnétiques (perméabilité, coercivité, aimantation à saturation) du film électrodéposé ont été caractérisées par AGFM. La figure 5-7 (a) représente la variation de la perméabilité relative et de la coercivité du film avec le taux de nickel. Nous observons que le champ coercitif atteint la valeur minimum pour un taux de nickel proche de 80%. Comme attendu, la perméabilité relative varie de manière inversement au champ coercitif et donc maximale au taux de nickel de 80%. Ainsi les propriétés magnétiques optimales (perméabilité la plus élevée et coercivité la plus faible, H_c = 35 A/m, μ_r = 600) est obtenues pour un film de NiFe avec un taux atomique de nickel de 80%.

Nous pouvons également remarquer que l'aimantation à saturation diminue avec le taux de nickel, ce qui est en bon accord avec la littérature [BOZO 51]. La figure 5-7 (b) montre que les résultats expérimentaux sont plus élevés que les valeurs théoriques, puisque la valeur pour 80% de nickel est autour de 1.32 T. Ceci peut être dû à la surestimation de la densité volumique du matériau. La porosité d'un matériau électrodéposé est en effet potentiellement plus élevée que celle d'un matériau élaboré avec les autres techniques.



(a) Perméabilité relative et coercivité du NiFe (b) Aimantation à saturation du NiFe

Figure 5-7 : Propriété magnétique du film électrodéposé de NiFe en fonction de la concentration atomique de Ni [CORT 14]

Dans la figure 5-8, la courbe d'hystérésis magnétique montre qu'il n'y pas de différence significative sur les propriétés magnétiques des films déposés en courant continu ou pulsé. Par voie de conséquence, nous pouvons dire que le dépôt de permalloy préparé par courant pulsé est approprié pour les applications en raison de sa croissance plus uniforme en épaisseur.

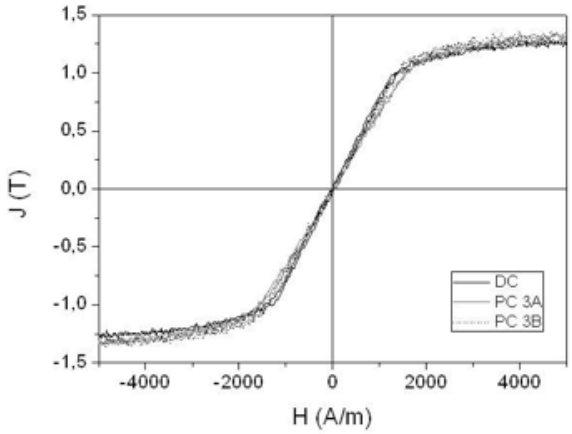
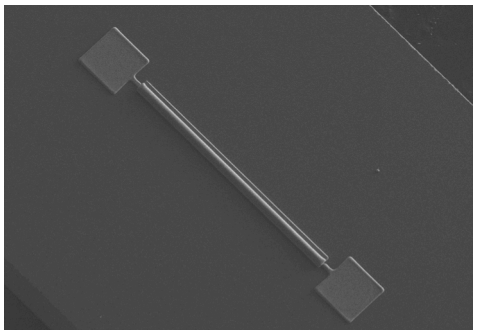


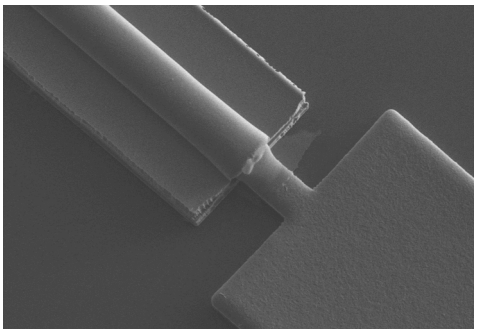
Figure 5-8 : Mesure magnétique par AGFM du film de permalloy préparé en courant continu (J = - 15 mA/cm^2) et pulsé (PC 3A : J_c = - 10 mA/cm^2, t_c = 20 ms, J_a = 22.5 mA/cm^2, t_a = 2.22 ms ; PC 3B : J_c = - 10 mA/cm^2, t_c = 20 ms, J_a = 15 mA/cm^2, t_a = 3.33 ms) [CORT 14]

5.3.3 Fabrication et caractérisation des capteurs

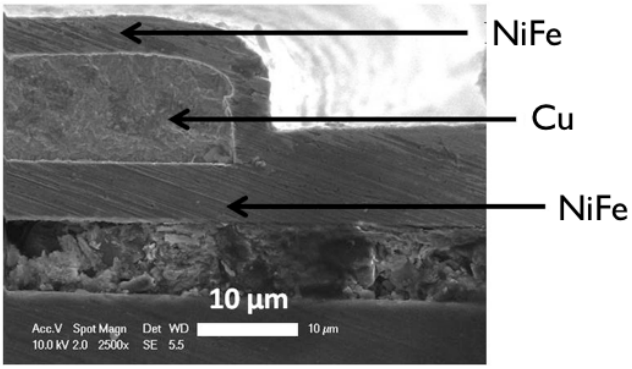
Avec les conditions optimales obtenues pour le dépôt de permalloy et de cuivre, les capteurs MI de type tri-couche (permalloy/cuivre/permalloy) ont été réalisés en utilisant le micromoulage. Des courants continu et pulsé ont été respectivement choisis pour les couches de cuivre et de permalloy. La structure est identique aux capteurs présentés dans le chapitre 2 (capteur à base de Finemet) mais les épaisseurs sont d'un ordre de grandeur plus élevées. La structuration des trois niveaux du capteur a été réalisée grâce aux masques que nous avons utilisés pour les capteurs à base de Finemet. La figure 5-9 présente les images du capteur vu globalement et vu en coupe par MEB. Nous obtenons bien une structure constituée de deux couches de permalloy enserrant une couche de cuivre, avec deux contacts en cuivre, ainsi qu'une continuité du circuit magnétique autour du conducteur.



(a) Vue globale



(b) Vue globale



(c) Vue en coupe

Figure 5-9 : Images vues par MEB sur les capteurs MI basés de permalloy

L'épaisseur des couches déposées peut être contrôlée par le temps de croissance électrolytique. Différents composants avec des épaisseurs, largeurs et longueurs différentes ont été réalisés et caractérisés par profilométrie mécanique (DEKTAK). Les épaisseurs et les largeurs sont présentées respectivement dans les tableaux 5-2 et 5-3. Pour chaque catégorie d'échantillon, il existe trois longueurs différentes : 5 mm, 2.5 mm et 1 mm.

Wafers	Epaisseur du Permalloy 1 (µm)	Epaisseur du Cuivre (µm)	Epaisseur du Permalloy 2 (µm)	Epaisseur du Permalloy Total (µm)
A	5	10	5	10
B	3	6	3	6
C	5	5	5	10
D	3	3	3	6

Tableau 5-2 : Epaisseur de permalloy et de cuivre pour les quatre wafers

Echantillons	Largeur du permalloy (µm)	Largeur du cuivre (µm)
1	250	100
2	250	50
3	125	50
4	125	25
5	50	25
6	50	10

Tableau 5-3 : Largeur de permalloy et de cuivre

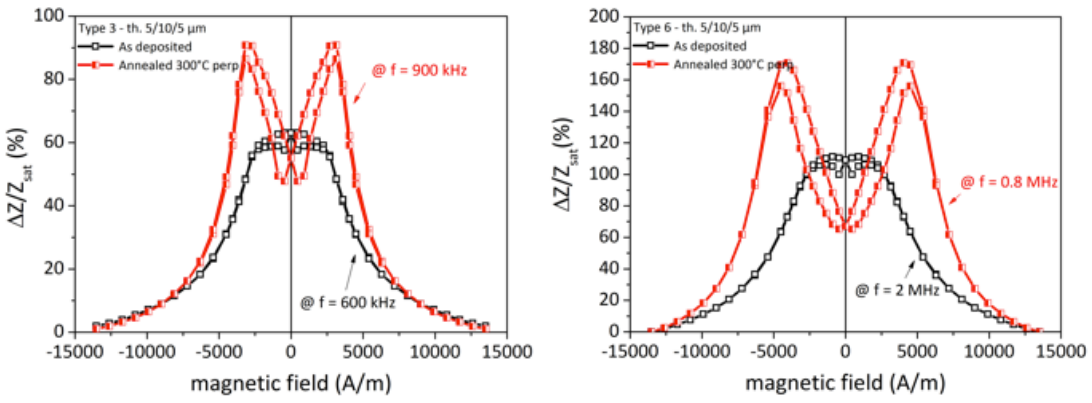
Après la réalisation du capteur, une étape d'élimination de la sous-couche de Ti/Cu par IBE (Ion Beam Etching) a été effectuée afin d'éviter les court-circuits électriques. De plus, comme pour les capteurs à base de Finemet, un traitement thermique est nécessaire pour

optimiser les propriétés du matériau magnétique. Pendant le traitement thermique, en vue d'améliorer l'effet de magnéto-impédance, un champ magnétique transversal a été appliqué à l'aide d'un aimant pour induire une anisotropie dans le matériau magnétique. Le capteur présente une bonne adhérence après traitement thermique et aucune modification ni altération de la surface n'a été observée.

5.4 Caractérisation électrique

Dans le chapitre 3, nous avons montré qu'en utilisant un condensateur placé en parallèle au capteur, nous pouvons améliorer la sensibilité (en Ω/T) lorsque le capteur est excité autour de la fréquence de résonance du circuit résonant. En revanche, pour étudier les propriétés intrinsèques du capteur, la fréquence d'excitation doit être décalée loin de la fréquence de résonance du circuit (autour de 30 MHz). Pour cette raison, nous avons réalisé des mesures sur les capteurs à base de permalloy à basse fréquence d'excitation. La méthode de mesure est similaire à celle qui a été présentée dans le chapitre 3 (mode DC et AC), à l'aide d'un amplificateur à détection synchrone. (Les figures présentées ci-dessous viennent des articles soumis à « IEEE Transactions on Magnetics » et au « Journal of Electrochemical Society », voir Annexe II)

La réponse du capteur est une fonction de la fréquence d'excitation et du champ magnétique appliqué. A basse fréquence d'excitation, l'impédance du capteur varie avec le champ magnétique appliqué en raison de la dépendance de la résistance et l'inductance avec la profondeur de peau. La fréquence optimale correspond à la variation maximale d'impédance ($\Delta Z/Z_{sat}$ en %) avec le champ magnétique. Elle dépend des propriétés du matériau (perméabilité, résistivité, anisotropie, …) et de la géométrie du capteur (structure, forme, …). Dans la figure 5-10 nous montrons deux exemples de réponse du capteur correspondant au type A3 et A6 (deux largeurs différentes) sans traitement ou avec traitement thermique à 300°C sous champ magnétique transversal.



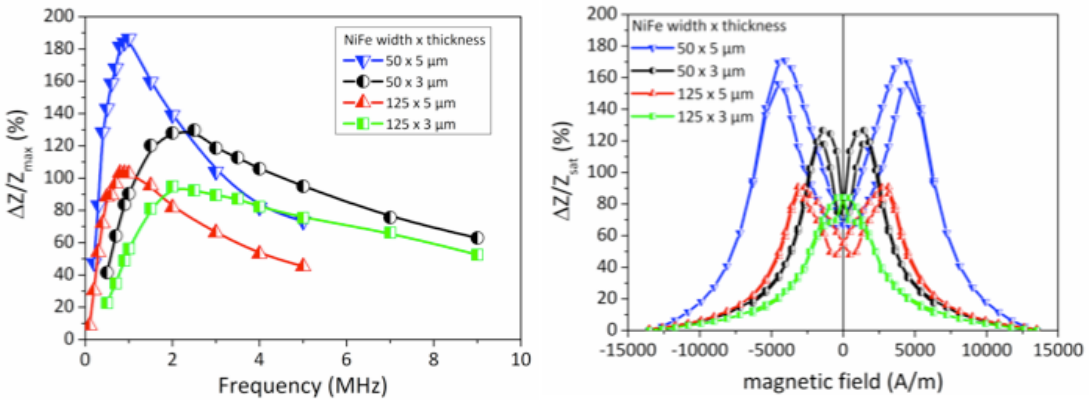
(a) Caractérisation du capteur A3 (b) Caractérisation du capteur A6

Figure 5-10 : Variation d'impédance du capteur en fonction du champ magnétique appliqué. La longueur du capteur est 5 mm

Pour les capteurs sans traitement thermique, l'impédance diminue avec le champ magnétique

appliqué. Le comportement hystérétique est également observé pour les champs faibles. Après un traitement thermique sous champ magnétique transversal, une anisotropie transverse est induite, qui permet d'augmenter la variation d'impédance. Pour une géométrie planaire, ce champ d'anisotropie dépend généralement de l'anisotropie de forme dans la direction du champ appliqué. Selon les figures 5-10, il est clair que ce traitement thermique permet d'améliorer l'effet de magnéto-impédance du capteur.

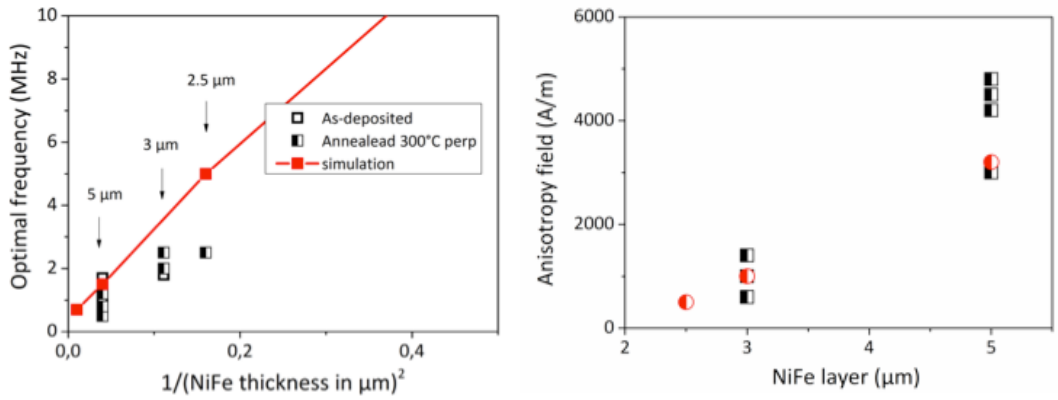
La figure 5-11 (a) représente le maximum de variation d'impédance en fonction de la fréquence d'excitation pour les différentes géométries de capteur. La fréquence optimale correspond à la variation maximale de la profondeur de peau avec le champ magnétique. En effet, à basse fréquence, l'effet de peau est négligeable parce que la profondeur de peau est beaucoup plus grande que l'épaisseur de la couche magnétique. En revanche, à haute fréquence, l'effet de peau est localisé à proximité de la surface, ce qui limite la variation d'impédance. Ainsi la profondeur de peau optimale est de l'ordre de grandeur de l'épaisseur de la couche magnétique. Dans ce cas, à fréquence donnée l'effet de peau est moins marqué dans le conducteur central que dans la couche magnétique qui possède une perméabilité importante. La figure 5-11 (a) montre que la fréquence optimale ne dépend pas de largeur du capteur, ce qui montre que la perméabilité transversale maximale ne dépend pas de largeur du film magnétique. La fréquence optimale ne diminue qu'avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche magnétique (figure 5-12 (a)). Le produit de la fréquence et de l'épaisseur carrée reste alors quasiment constant (2.5 MHz pour une épaisseur de 3 µm et 1 MHz pour une épaisseur de 5 µm), ce qui reflète que la perméabilité transversale maximale ne dépend pas de l'épaisseur du film non plus. Ainsi les résultats montrent que les propriétés intrinsèques, comme la perméabilité magnétique, ne sont pas affectés par la géométrie et la mesure de la fréquence d'excitation optimale est une méthode appropriée pour sa détermination.



(a) MI en fonction de la fréquence (b) MI en fonction du champ magnétique

Figure 5-11 : Variation d'impédance en fonction de la fréquence et du champ magnétique appliqué. La longueur du capteur est 5 mm.

La figure 5-11 (b) représente la variation d'impédance en fonction du champ appliqué à la fréquence optimale pour les quatre mêmes capteurs. Nous pouvons remarquer que le champ d'anisotropie augmente avec l'épaisseur du film magnétique, ce qui a été validé pour l'ensemble des capteurs étudiés (voir la figure 5-12 (b)). Nous pouvons supposer que pour un film épais, l'énergie nécessaire pour aligner les moments dans la direction du champ est plus importante que pour un film mince. L'effet de MI est aussi affecté par la géométrie. Il augmente avec l'épaisseur du film magnétique et diminue avec sa largeur.



(a) Influence sur fréquence optimale (b) Influence sur champ d'anisotropie

Figure 5-12 : L'influence de l'épaisseur du film magnétique sur la fréquence optimale et le champ anisotropie.

Parmi tous les capteurs fabriqués, l'effet de magnéto-impédance le plus important a été observé avec les capteurs les plus longs. Les résultats sont présentés dans la figure 5-13 pour différentes configurations en largeurs de la piste de cuivre et des couches de NiFe.

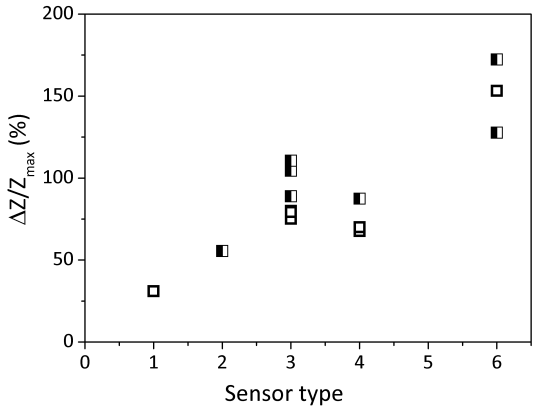


Figure 5-13 : La variation d'impédance maximale en fonction de la géométrie du capteur

La géométrie la plus favorable est celle qui correspond au type 6, c'est-à-dire les capteurs les plus étroits. La variation maximale d'impédance est proche de 170% pour le capteur

possédant une section carrée de 10 µm×10 µm de cuivre, dont la géométrie serait donc la plus proche de la structure d'un fil.

Comme pour les caractérisation sur les capteurs à base de Finemet, nous pouvons également mesurer les capteurs à base de permalloy avec un circuit résonant afin d'améliorer leur sensibilité. La Figure 5-14 représente l'effet de MI et la sensibilité du capteur de type A6 en fonction de la fréquence d'excitation avec un circuit résonant. Nous observons que la sensibilité maximale du capteur (en Ω/T) est obtenue autour de 31 MHz (proche de la fréquence de résonance). En revanche, l'effet de MI maximale (%/Oe) est observé à la basse fréquence d'excitation (loin de la fréquence de résonance). Parmi tous les capteurs réalisés, la sensibilité maximale (en Ω/T) est de 7200 Ω/T, ce qui est observé sur le capteur de type D6. Celle-ci est plus élevée que les capteurs fabriqués à base de Finemet.

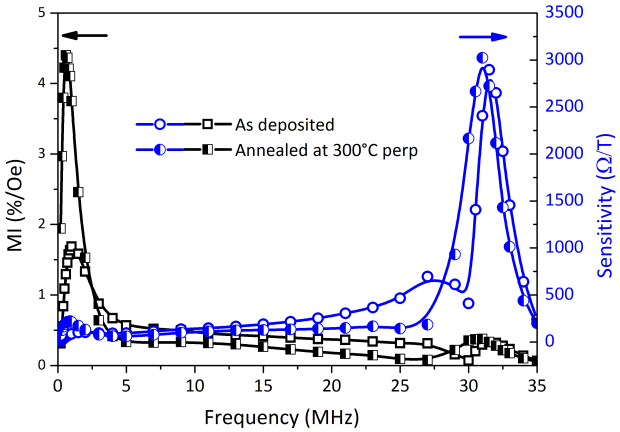


Figure 5-14: Sensibilité du capteur en fonction de la fréquence d'excitation avec un circuit résonant

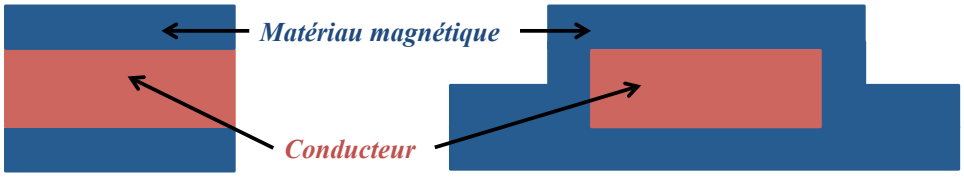
5.5 Etude théorique des capteurs

D'après les chapitres précédents, nous pouvons voir que l'effet MI est un phénomène complexe dépendant des différentes caractéristiques du capteur telles que les dimensions de la couche magnétique et celles de la couche de cuivre ainsi que la composition de ces couches et les traitements effectués. De plus, la fréquence d'excitation doit être également prise en compte. Par conséquent, une étude par simulation du capteur est nécessaire pour comprendre les résultats obtenus expérimentalement. Pour cela, nous avons développé une méthode de simulation du capteur MI en fonction du champ magnétique externe. Le modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) permet de calculer la perméabilité en fonction du champ magnétique et a été implanté dans un code de calcul électromagnétique par éléments finis fournissant l'impédance du capteur. Avec ce modèle de simulation, nous pourrons comparer les résultats obtenus dans ce chapitre et de modélisation (les comparaisons ne pourront être effectuées que pour les mesures à fréquence d'excitation sans résonance).

5.5.1 Description du modèle pour la simulation

Plusieurs travaux portant sur la modélisation des capteurs MI ont été publiés [BETA 03, CHEN 98, DONG 02, MACH 96, MENA 00]. Une première étape de la modélisation est de trouver une méthode pour approximer la variation de la perméabilité effective en fonction du champ appliqué dans un matériau. Deux phénomènes, rotation d'aimantation et déplacement de parois, participent à modifier cette perméabilité. Le modèle quasi-statique présenté par Atkinson prend en compte ces deux phénomènes dans son calcul [ATKI 97]. Cependant, il n'est validé que dans les basses fréquences parce qu'il ne considère pas les effets dynamiques. Selon les études menées par Panina et Mohri, les déplacements des parois sont amortis par les courants de Foucault lorsque la fréquence d'excitation augmente [PANI 94 2]. Ainsi les parois de domaine magnétique deviennent rigides. Pour simplifier le modèle, il n'y a donc que la rotation d'aimantation à considérer à haute fréquence d'excitation (~ MHz). Dans ce cas, en considérant l'effet dynamique à haute fréquence, le modèle consiste à résoudre les équations de Maxwell et l'équation de Landau-Lifshitz linéarisée en négligeant l'interaction d'échange. L. Kraus a présenté une méthode analytique pour calculer l'impédance en fonction du champ magnétique sur un ruban à l'anisotropie uni-axiale [KRAU 99]. Il remplace la perméabilité magnétique par la perméabilité effective obtenue en résolvant l'équation de Landau-Lifshitz. Cette méthode peut être développée pour calculer l'impédance d'un capteur MI pour une structure de multicouches (magnétique/conducteur/magnétique). Par contre, le calcul d'impédance par cette méthode n'est validé que sur la structure ouverte

(figure 5-15 (a)). Le capteur MI réalisé dans le cadre de cette thèse est une structure bien fermée (figure 5-15 (b)). Le modèle analytique de L. Kraus n'est donc pas utilisable et une modélisation numérique est utilisée ici pour modéliser le capteur MI. La méthode des éléments finis est bien connue comme étant une méthode numérique efficace qui permet de résoudre de manière approchée des équations aux dérivées partielles et de modéliser le comportement de systèmes physiques variés (mécanique, thermique, acoustique …). Dans notre cas, il s'agit d'un problème d'électromagnétisme et nous nous plaçons dans une approximation des régimes quasi-stationnaires. Dans cette approximation, les courants de déplacement sont négligés.



(a) Structure ouverte (b) Structure fermée

Figure 5-15 : Différentes structures de capteur MI

La figure 5-16 présente une description globale de la simulation pour le calcul de l'impédance Z(H) du capteur MI en fonction du champ externe H.

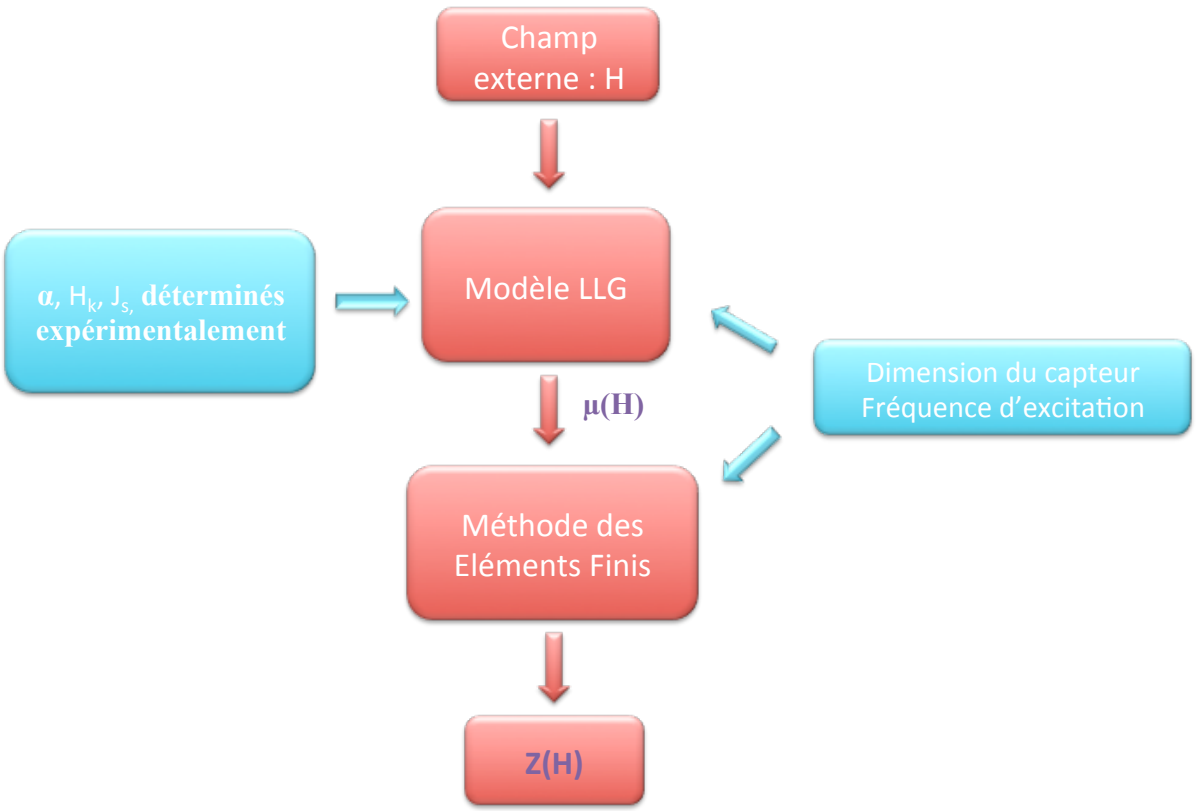


Figure 5-16 : Description globale de la simulation du capteur MI

Il y a deux parties principales dans le programme de calcul réalisé sous le logiciel Matlab pour modéliser le capteur MI:

- Un code de calcul analytique en utilisant le modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert qui permet d'obtenir la perméabilité effective en fonction du champ appliqué (logiciel Matlab). Ce code a été écris à partir du modèle développé dans la thèse de Bensalah [BENS 05] (voir Annexe I).
- Un code de simulation électromagnétique basée sur la méthode de éléments finis donnant l'impédance du capteur en fonction de la perméabilité effective (logiciel ANSYS piloté à partir de Matlab). Ce code de calcul est développé durant la thèse.

Les paramètres d'entrés dans ce programme sont les dimensions et la fréquence d'excitation du capteur et les paramètres des propriétés magnétiques intrinsèques du matériau magnétique qui sont mesurables expérimentalement : le champ d'anisotropie H_k et la polarisation à saturation J_s.

5.5.2 Calcul de l'impédance du capteur en fonction de la perméabilité magnétique

La méthode des éléments finis permet de résoudre des équations aux dérivées partielles pour une géométrie pouvant être complexe. Cette méthode est couramment utilisée pour modéliser numériquement des comportements physiques complexes. De manière générale, cette méthode consiste à découper le domaine d'étude en petites mailles, appelées éléments, et à rechercher une formulation simplifiée du problème (système linéaire) sur chaque élément. Chaque élément porte des inconnues pouvant être définies, par exemple, sur les nœuds ou sur les arêtes de l'élément. La discrétisation conduit à l'obtention d'un système matriciel dont la résolution donne une solution approchée du problème. Le logiciel ANSYS a été utilisé pour notre calcul.

La figure 5-17 représente la structure fermée à modéliser par la méthode des éléments finis. La structure est considérée bidimensionnelle, car la longueur du capteur est beaucoup plus grande que les autres dimensions. De plus, compte tenue de la symétrie, seule une moitié de la structure sera prise en compte.

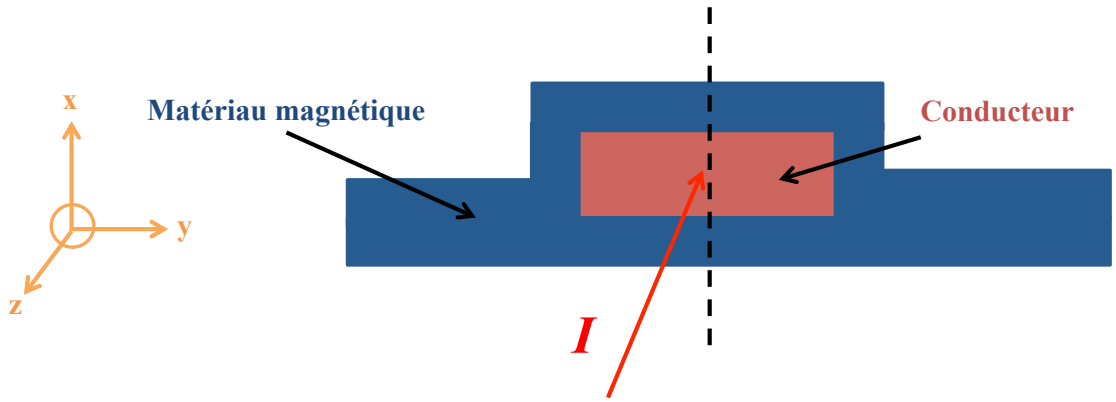


Figure 5-17 : Structure fermée à modéliser par la méthode des éléments finis

En appliquant un courant alternatif d'excitation sur le conducteur, la répartition des courants dans la structure est régie par les équations de Maxwell suivantes écrites dans l'approximation des régimes quasi-stationnaires:

$$rot\ \boldsymbol{H} = \boldsymbol{J} \quad (Maxwell - Ampère)$$
$$div\ \boldsymbol{B} = 0 \quad (Concervation\ du\ flux\ magnétique)$$
$$rot\ \boldsymbol{E} = -\frac{\partial \boldsymbol{B}}{\partial t} \quad (Maxwell - Faraday)$$

Avec $\boldsymbol{H}$ et $\boldsymbol{B}$: vecteurs de champ et d'induction magnétique, $\boldsymbol{E}$: vecteurs de champ électrique, $\boldsymbol{J}$: vecteur de densité de courant

Plutôt que de calculer directement les champs, des potentiels électromagnétiques peuvent être introduits lorsque nous somme en présence de rotationnel ou de divergence nuls. La formulation utilisée dans ce travail est ainsi la formulation $\boldsymbol{A}$-Ψ où le vecteur $\boldsymbol{A}$ est le potentiel vecteur magnétique et le scalaire ψ est une primitive dans le temps du potentiel scalaire électrique ν. En effet, d'après la conservation du flux magnétique, un potentiel vecteur magnétique est introduit tel que:

$$\boldsymbol{B} = rot\ \boldsymbol{A}$$

La relation de Maxwell-Faraday permet alors d'écrire le champ électrique $\boldsymbol{E}$ comme :

$$\boldsymbol{E} = -\frac{\partial \boldsymbol{A}}{\partial t} - \boldsymbol{grad}\ \nu = -\frac{\partial(\boldsymbol{A} + \boldsymbol{grad}\ \psi)}{\partial t}$$

où

$$\nu = \frac{\partial \psi}{\partial t}$$

En remplaçant les expressions du champ électrique $\boldsymbol{E}$ et du champ magnétique $\boldsymbol{H}$ dans l'équation de Maxwell-Ampère et dans la loi de conservation de la densité de courant div $\boldsymbol{J}$ = 0, qui s'en déduit, nous obtenons la formulation telle que :

$$rot\left(\frac{1}{\mu} rot\, \boldsymbol{A}\right) + \sigma \frac{\partial(\boldsymbol{A} + \boldsymbol{grad}\, \psi)}{\partial t} = \boldsymbol{J_0}$$

$$div\left(\sigma \frac{\partial(\boldsymbol{A} + \boldsymbol{grad}\, \psi)}{\partial t}\right) = 0$$

Avec $\boldsymbol{J_0}$ la densité de courant de source, μ la perméabilité magnétique et σ la conductivité électrique du milieu.

Avec la méthode des éléments finis, nous discrétisons l'ensemble du domaine étudié. Le domaine d'étude, Ω, est donc divisé en éléments de nombre fini. Les champs magnétique et électrique sont exprimés en termes d'un nombre fini de degrés de liberté. Nous calculons les grandeurs physiques dans un élément selon les équations de Maxwell à support local, et les sommons pour une grandeur globale. Nous travaillons sur la valeur aux nœuds du maillage, ou sur la circulation le long des arêtes des éléments.

Avec la discrétisation géométrique apportée par le découpage du domaine d'étude en éléments. La formulation se développe en une forme matricielle [CHOU 09]. Dans notre étude, les inconnues sont aux nœuds du maillage et la résolution du système matriciel conduit à la détermination des inconnues en ces nœuds. Les champs peuvent alors être déduits par interpolation au sein de chaque élément.

Après avoir calculé l'induction magnétique et la densité de courant dans le domaine d'étude, l'impédance Z du capteur est déduite. Elle se décompose en une partie réelle déterminée à partir de la puissance dissipée par effet Joule dans les milieux conducteurs et en une partie imaginaire déterminée à partir de l'énergie magnétique stockée dans l'ensemble du domaine d'étude:

$$I^2 Re(Z) = \iiint \frac{1}{\sigma} |\boldsymbol{J}|^2 \, d\Omega$$

$$I^2 Im(Z) = \omega \iiint \frac{1}{\mu} |\boldsymbol{B}|^2 \, d\Omega$$

Où $\boldsymbol{J}$ et $\boldsymbol{B}$ sont respectivement la densité du courant et l'induction magnétique. I est le courant d'excitation, μ et σ sont respectivement la perméabilité et la conductivité. ω est la pulsation du courant d'excitation.

La modélisation de l'impédance du capteur en fonction de la perméabilité du matériau magnétique par ANSYS se fait en plusieurs étapes :

- Définition et création de la géométrie du capteur : nous modélisons les champs en deux dimensions. La structure réalisée est comme la structure présentée dans la figure 5-16.

- Définition et attributions des propriétés des matériaux : l'air, le cuivre et le matériau magnétique. La perméabilité du matériau magnétique obtenue par le modèle LLG est introduite dans cette partie.

- Maillage du domaine d'étude : En deux dimensions, les triangles et les quadrangles sont utilisés pour le maillage. Le maillage doit être suffisamment fin pour obtenir une solution proche de la réalité. Nous utilisons les quadrangles pour le cuivre et les triangles pour les autres milieux (air et matériau magnétique)

- Application des conditions aux limites : Champ magnétique parallèle aux frontières du domaine d'étude

- Application de l'excitation : courant d'excitation appliqué sur le cuivre.

- Résolution du problème : analyse de type harmonique

- Calcul de l'énergie magnétique stockée et de la puissance dissipée par effet Joule dans le domaine d'étude

5.5.3 Modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert pour calculer la perméabilité en fonction du champ magnétique

Il existe deux phénomènes lorsque nous appliquons un champ externe : ce sont la rotation de l'aimantation et le déplacement des parois magnétiques. Nous obtenons généralement un effet de MI élevé à une haute fréquence d'excitation (~ MHz). Dans cette gamme de fréquence, le déplacement de parois de domaine magnétique est négligeable. Ainsi nous ne considérons que la rotation d'aimantation dans les domaines magnétiques. Pour simplifier notre calcul, les domaines magnétiques sont supposés parfaitement transversaux, c'est-à-dire que la direction des domaines magnétiques est perpendiculaire à la direction du champ appliqué (champ à mesurer par le capteur). Le calcul de la perméabilité en fonction du champ magnétique est basé sur la linéarisation de l'équation de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) dans une couche magnétique (méthode développée dans la thèse de Bensalah [BENS 05], voir Annexe I).

5.5.4 Comparaison entre l'expérimentation et la simulation

Nous avons fait quelques simulations sur les capteurs MI à base de de permalloy pour les comparer avec les résultats expérimentaux présentés dans le chapitre 5.4. La figure 5-18 représente la fréquence optimale d'excitation en fonction de l'épaisseur de la couche magnétique. La tendance de l'évolution montre un bon accord entre les résultats expérimentaux et ceux théoriques. La fréquence d'excitation optimale diminue avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche magnétique. De plus, l'hypothèse de la constance du produit fréquence optimale × épaisseur carrée a été confirmée par cette modélisation. Les dimensions du capteur simulé sont : longueur du permalloy de 5 mm, largeur du permalloy de 125 µm, largeur du cuivre de 50 µm et épaisseur avec un rapport de 1/2/1 pour la structure permalloy/cuivre/permalloy.

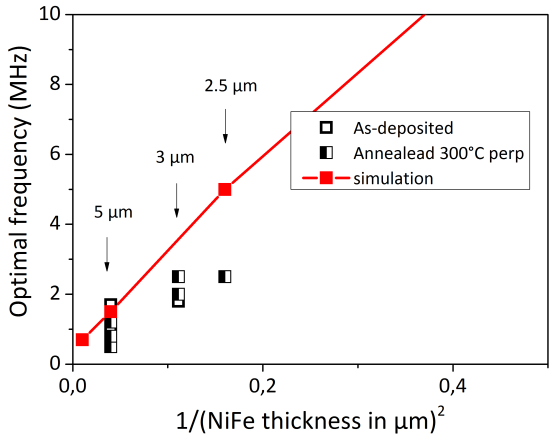
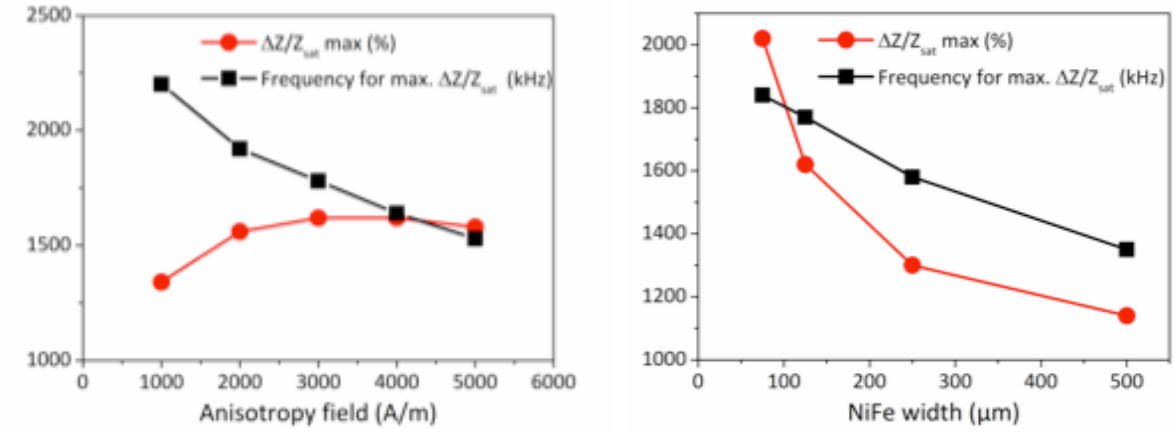


Figure 5-18 : Fréquence optimale en fonction de l'épaisseur de la couche magnétique

La variation d'impédance en fonction du champ d'anisotropie et de la largeur de la couche magnétique ainsi que de la fréquence optimale correspondante est présentée dans la figure 5-19. Elle montre que l'effet de MI atteint une valeur maximale avec un champ d'anisotropie entre 3000 A/m et 4000 A/m, ce qui est cohérent avec les mesures (voir figure 5-12 (b), capteur NiFe largeur × épaisseur : 125 µm × 5 µm, qui possède un champ d'anisotropie proche de 3000 A/m). L'effet de MI diminue également avec l'augmentation de la largeur de la couche magnétique. Nous obtenons les mêmes tendances d'évolution que celles obtenues expérimentalement dans le chapitre 5.4. Cela est dû à l'effet du champ démagnétisant qui modifie la perméabilité effective dans la couche magnétique. Nous pouvons également observer que la fréquence d'excitation optimale diminue avec l'augmentation du champ d'anisotropie et avec l'augmentation de la largeur de la couche magnétique.

Les paramètres des capteurs présentés dans la Figure 5-19 sont :
(a) Epaisseur du permalloy et du cuivre de 5 µm et de 10 µm respectivement, longueur du permalloy de 5 mm, largeur du permalloy de 125 µm et largeur du cuivre de 50 µm.
(b) Epaisseur du permalloy et du cuivre de 5 µm et de 10 µm respectivement, longueur du permalloy de 5 mm, largeur du cuivre de 50 µm et champ d'anisotropie de 3000 A/m.



(a) Influence du champ d'anisotropie (b) L'influence de la largeur du permalloy

Figure 5-19: Variation d'impédance en fonction du champ d'anisotropie et de l'épaisseur de la couche magnétique ainsi que la fréquence optimale correspondante

Les résultats obtenus montrent la même tendance de variation entre les expérimentations et les simulations, mais il existe un écart sur les valeurs réelles. Il est dû premièrement à la différence entre la structure réalisée et celle simulée. Deuxièmement, les résistivités des matériaux utilisés dans la simulation sont celles des matériaux massifs qui sont probablement sous-estimées par rapport aux matériaux déposés en couche mince. Troisièmement, nous négligeons les parois des domaines magnétiques.

5.6 Conclusion

Dans ce chapitre, un second type de capteur MI tri-couche à base de permalloy a été réalisé par croissance électrolytique en utilisant les conditions du dépôt ayant été optimisés à l'IEF. Cette technique de fabrication permet de réaliser des couches épaisses de quelques dizaines de microns. Ceci permet de diminuer la fréquence d'excitation optimale du capteur. La caractérisation électrique du capteur en champ continu a été réalisée à basse fréquence d'excitation et sans circuit résonant, et permet d'étudier les propriétés intrinsèques du capteur. Les résultats montrent que la fréquence optimale du capteur ne dépend pas de largueur du film magnétique. Elle ne diminue qu'avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche magnétique. De plus, le champ d'anisotropie augmente avec l'épaisseur du film magnétique parce que pour un film épais, l'énergie nécessaire pour aligner les moments dans la direction du champ est plus importante que pour un film mince. L'effet de MI est aussi affecté par la géométrie du capteur. Il augmente avec l'épaisseur du film magnétique et diminue avec sa largeur. Parmi tous les capteurs fabriqués, l'effet de MI le plus important a été observé avec les capteurs les plus longs. La géométrie la plus favorable est celle des capteurs les plus étroits. La variation maximale d'impédance est proche de 170% pour le capteur possédant une section carrée de 10 µm×10 µm de cuivre, dont la géométrie serait donc la plus proche de la structure d'un fil. La sensibilité maximale du capteur atteint 7200 Ω/T avec un circuit résonant. Enfin, une étude par simulation du micro-capteur MI a été effectuée pour la conception géométrique d'une structure tri-couche afin de la confronter aux résultats obtenus expérimentalement. Pour cela, nous avons développé une méthode de simulation du capteur en fonction du champ magnétique externe. Le modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) qui permet de calculer la perméabilité en fonction du champ magnétique a été implanté dans un code de calcul électromagnétique par éléments finis fournissant l'impédance du capteur. Avec ce code de calcul, nous avons simulé les capteurs MI à base de permalloy. Les résultats obtenus montrent des tendances identiques entre les résultats expérimentaux et la simulation, mais il existe un écart sur les valeurs réelles. Il est dû premièrement à la différence entre la structure réalisée et celle simulée (défauts liés à la fabrication). Deuxièmement, les résistivités des matériaux utilisés dans la simulation sont celles des matériaux massifs qui sont probablement sous-estimées par rapport aux matériaux déposés en couche mince. Troisièmement, nous négligeons les parois de domaine magnétique dans le matériau magnétique.

Conclusion et perspectives

La thématique de ce travail était l'étude de l'effet de magnéto-impédance et le développement des capteurs magnétiques pour la détection de défauts enterrés dans les matériaux métalliques en utilisant la technique du contrôle non destructif par courants de Foucault. Elle a conduit à développer une filière technologique de réalisation de microsolénoïdes 3D autour d'un capteur magnétique en utilisant le transfert du film par report. La fabrication et la caractérisation ainsi que la simulation des micro-capteurs MI ont été menées pendant la thèse.

Dans un premier temps, nous nous sommes focalisés sur les procédés de microfabrication des capteurs à base de Finemet. Des capteurs de structure de tri-couches, c'est-à-dire deux couches ferromagnétiques enserrant une couche de cuivre, ont été réalisés. Les films sont élaborés par pulvérisation cathodique et structurés par une méthode de lift-off en bicouche. Les conditions de dépôt par pulvérisation ont été optimisées en considérant la contamination en oxygène et la contrainte résiduelle dans la couche magnétique, qui influence la coercivité du matériau magnétique. La méthode du lift-off en bicouche (silice déposée par PECVD à basse température et LOR30b) implique une sous-gravure latérale plus importante permettant d'éviter le dépôt sur le bord du film. L'influence du traitement thermique sans champ et sous champ magnétique a été également étudiée. Le traitement thermique sous champ magnétique permet de diminuer le champ coercitif du matériau magnétique et d'introduire une anisotropie transversale ou longitudinale dans la couche magnétique selon la direction du champ appliqué. La caractérisation dimensionnelle par MEB confirme que cette méthode de fabrication permet d'obtenir un bon recouvrement entre la couche magnétique et la couche de cuivre et de créer un circuit magnétique fermé, ce qui est une condition importante pour un effet de MI élevé et une grande sensibilité du capteur.

La détection de défauts par CND CF implique de travailler dans un régime alternatif, donc d'effectuer une mesure de champ magnétique alternatif de faible amplitude. Ainsi la réponse dynamique des capteurs MI a besoin d'être caractérisée. Les réponses du capteur en champ magnétique statique et dynamique sont obtenues par les caractérisations en mode DC et AC en terme de la sensibilité, linéarité, directivité et bande passante. Un circuit résonant avec un condensateur en parallèle du capteur a été élaboré afin d'améliorer la réponse du capteur. Une méthode basée sur une double démodulation d'amplitude a été employée pour la

caractérisation fréquentielle du capteur. Le meilleur capteur à base de Finemet présente une bonne sensibilité (de l'ordre de 4200 Ω/T avec nécessité d'un champ de polarisation faible de 1.5 mT pour travailler en zone linéaire sans hystérésis) avec une plage de linéarité de plusieurs centaines de µT et une réponse directive préférentiellement longitudinale. La plage de fréquence de fonctionnement (bande passante) obtenue par analyse spectrale à ce jour du DC à 300 kHz rend le capteur utilisable pour des applications de CND basses fréquences visant à détecter des défauts profonds.

En raison de la présence d'une non-linéarité et d'un hystérésis dans la réponse des micro-capteurs réalisés, un microsolénoïde localisé autour du capteur est nécessaire afin d'effectuer une polarisation du capteur. Dans le cadre de cette thèse, grâce à la résine épaisse (AZ4562) développée à l'IEF, des microsolénoïdes à section rectangulaire constitués de trois niveaux (pistes inférieures, piliers et pistes supérieures) ont été réalisés par croissance électrolytique de cuivre. La caractérisation dimensionnelle des microsolénoïdes a été effectuée par MEB. En raison de problèmes de découpe du substrat, les microsolénoïdes n'ont pas pu être caractérisés électriquement. De plus, une étude préliminaire sur le transfert par report (intégration du capteur dans le microsolénoïde) a été effectuée. Les dépôts du film sur deux types de substrat donneur à adhérence contrôlée ont été réalisés. Le premier est un substrat de silicium recouvert d'une couche fluorocarbonée déposée à l'aide d'un bâti de DRIE. Le deuxième est un substrat de silicium recouvert de carbone déposé par pulvérisation cathodique. Les influences de traitement thermique et par plasma sur la couche fluorocarbonée ont été étudiées. Cela permet de modifier l'épaisseur et l'adhérence de la couche fluorocarbonée. L'assemblage des substrats donneur et récepteur est assuré par insertion dans un bâti de soudure de substrat, en utilisant un adhésif intermédiaire de BCB. L'assemblage des substrats est basé sur la polymérisation du BCB grâce à un traitement thermique réalisé entre 200°C et 300°C. Toutefois les résultats ne sont pas suffisamment encourageants. Pour les structures déposées sur substrat de carbone, peu de motifs sont transférés (~5%). Concernant les structures réalisées sur le substrat recouvert d'une couche fluorocarbonnée, durant le traitement thermique de la résine LOR30b, un problème de bulles apparaît sur la surface d'échantillon, ce qui empêche les étapes suivantes. Ces bulles sont liées au problème d'adhérence entre la couche fluorocarbonée et la couche de LOR30b à haute température. Le traitement par plasma argon peut résoudre ce problème mais il dégrade également la couche de fluorocarbonée. Pour cette situation, aucun motif n'est transféré même avec une force plus élevée de 7000 N.

En parallèle, un second type de capteur MI tri-couche à base de permalloy a été réalisé par croissance électrolytique en utilisant les conditions du dépôt ayant été optimisés à l'IEF.

Cette technique de fabrication permet de réaliser des couches épaisses de quelques dizaines de microns. Ceci permet de diminuer la fréquence d'excitation optimale du capteur. La caractérisation électrique du capteur en champ continu a été réalisée à basse fréquence d'excitation et sans circuit résonant, et permet d'étudier les propriétés intrinsèques du capteur. Les résultats montrent que la fréquence optimale du capteur ne dépend pas de largueur du film magnétique. Elle ne diminue qu'avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche magnétique. De plus, le champ d'anisotropie augmente avec l'épaisseur du film magnétique parce que pour un film épais, l'énergie nécessaire pour aligner les moments dans la direction du champ est plus importante que pour un film mince. L'effet de MI est aussi affecté par la géométrie du capteur. Il augmente avec l'épaisseur du film magnétique et diminue avec sa largeur. Parmi tous les capteurs fabriqués, l'effet de MI le plus important a été observé avec les capteurs les plus longs. La géométrie la plus favorable est celle des capteurs les plus étroits. La variation maximale d'impédance est proche de 170% pour le capteur possédant une section carrée de 10 µm×10 µm de cuivre, dont la géométrie serait donc la plus proche de la structure d'un fil. La sensibilité maximale du capteur atteint à 7200 Ω/T avec un circuit résonant. Enfin, une étude par simulation du micro-capteur MI a été effectuée pour la conception géométrique d'une structure tri-couche afin de la confronter aux résultats obtenus expérimentalement. Pour cela, nous avons développé une méthode de simulation du capteur en fonction du champ magnétique externe. Le modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) qui permet de calculer la perméabilité en fonction du champ magnétique a été implanté dans un code de calcul électromagnétique par éléments finis fournissant l'impédance du capteur. Avec ce code de calcul, nous avons simulé les capteurs MI à base de permalloy. Les résultats obtenus montrent des tendances identiques entre les résultats expérimentaux et la simulation, mais il existe un écart sur les valeurs réelles. Il est dû premièrement à la différence entre la structure réalisée et celle simulée (défauts liés à la fabrication). Deuxièmement, les résistivités des matériaux utilisés dans la simulation sont celles des matériaux massifs qui sont probablement sous-estimées par rapport aux matériaux déposés en couche mince. Troisièmement, nous négligeons les parois de domaine magnétique dans le matériau magnétique.

Certaines perspectives sont proposées pour la poursuite de ces travaux :

(1) Pour le capteur à base de Finemet, les propriétés magnétiques du matériau doivent être optimisé en modifiant les conditions du dépôt ou/et le post-traitement. Par exemple, la distance entre cathode et cible du bâti pourra être augmentée afin d'améliorer la directivité du dépôt, ce qui permet de réduire les défauts sur les bords liés au dépôt non directif.

(2) La limite dans la détermination de la réponse en fréquence est notamment liée à la fréquence de résonance de la bobine d'excitation. Ainsi un nouveau dispositif permettant une mesure sur une gamme de fréquence beaucoup plus élevée, par exemple une bobine avec moins de spires et donc une fréquence de résonance plus élevée, doit être réalisée pour finaliser la mesure de bande passante.

(3) Concernant le microsolénoïde, le contact entre les piliers et les pistes supérieures pourra être amélioré. Ceci est lié à l'étape de l'aplanissement des piliers débordés. La méthode que nous avons utilisée est la gravure chimique par « Cr etch ». C'est une méthode rapide et efficace mais la planéité de surface obtenue est réduite. Une méthode plus performante de polissage pourra être utilisée. Le premier essai se fait par un polissage mécanique. Un papier abrasif est utilisé mais il ne permet pas de polir le cuivre débordé. Ensuite une solution de grain alumine de 0.3µm est ajouté mais tous les motifs sont partir pendant le polissage. En changeant par des grains alumine plus fins (0.04µm), cela permet de polir le cuivre légèrement mais la résine est également polie et beaucoup plus vite que le cuivre. Par conséquent, nous proposons le polissage mécanique chimique, qui est plus sélectif dans les prochains essais (CMP).

Le principe du CMP est de venir transformer par une réaction chimique dans la surface que nous voulons polir, et ensuite enlever cette surface transformée par abrasion mécanique. La solution chimique à utiliser pour le CMP de cuivre pourra être un mélange de H_2O_2 avec acide acétique. Un aplanissement de surface sera effectué par oxydation de cuivre par H_2O_2 et la dissolution dans l'acide acétique. Ensuite un polissage sera réalisé par un papier abrasif.

(4) Pour la technique de transfert par report, la force appliquée par le piston, peut être plus forte avec les couches de carbone sans abîmer les structures. Nous pourrons également essayer de déposer le Finemet directement sur le carbone sans couche d'adhérence de titane afin de diminuer l'adhésion entre les motifs et le substrat. Concernant le substrat recouvert d'une couche fluorocarbonée, d'une part, nous pourrons élaborer les motifs en utilisant un lift-off classique car la température de traitement thermique après « spin-coating » est plus

faible (par exemple la résine de type AZ5214 ou TI35). Avec ce type de résine, nous n'aurons pas besoin de procéder à une étape de traitement par plasma d'argon qui dégrade la couche fluorocarbonée. D'autre part nous pourrons tester un polymère fluorocarboné liquide déposé par « spin-coating », qui pourrait être compatible avec la résine de LOR30b.

La prochaine étape de travail est de fabriquer les deux types de capteurs avec le microsolénoïde intégré. Les performances de ces capteurs bobinés seront comparées avec celles obtenues en utilisant un macro-solénoïde. La caractérisation du capteur MI en cas réel de CND par CF sera réalisée en collaboration avec notre partenaire CEA-LIST. Dans le futur, une étude de bruit du capteur sera également nécessaire pour caractériser sa résolution en champ.

Annexe I : Modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert pour le calcul de la perméabilité en fonction du champ magnétique [BENS 05]

Le modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert a été utilisé pour calculer la perméabilité transversale effective du capteur MI en fonction du champ magnétique en se basant sur la thèse [BEN 05]

Perméabilité transversale effective

La variation d'impédance du capteur en fonction du champ magnétique appliqué vient de la variation de sa perméabilité transversale effective. Celle-ci entraine une variation de l'épaisseur de peau dans le matériau magnétique. La perméabilité effective est définie par le tenseur de perméabilité qui relie l'induction magnétique $\boldsymbol{B}$ et le champ magnétique $\boldsymbol{H}$:

$$\boldsymbol{B} = \begin{pmatrix} \mu_{xx} & \mu_{xy} & \mu_{xz} \\ \mu_{yx} & \mu_{yy} & \mu_{yz} \\ \mu_{zx} & \mu_{zy} & \mu_{zz} \end{pmatrix} \boldsymbol{H}$$

où les directions x, y et z correspondent respectivement à la direction d'épaisseur, de largeur et de longueur de la couche magnétique respectivement.

Nous supposons que dans la couche magnétique l'induction magnétique dans la direction x est nulle (l'épaisseur de la couche magnétique est beaucoup plus petite par rapport à sa largeur) ainsi que la couche magnétique est suffisamment longue. Nous simplifions alors le modèle dans une dimension uni-axiale. Ainsi, la perméabilité transversale effective est définie comme la formule présentée ci-après :

$$\mu_t = \mu_{yy} - \frac{\mu_{xy}\mu_{yx}}{\mu_{xx}}$$

Pour calculer le tenseur de perméabilité, nous utilisons l'équation de LLG qui va être présentée dans la partie suivante.

Equation de LLG

L'équation de LLG décrit une évolution temporelle du mouvement de l'aimantation entre

deux états équilibres. Elle se présente comme la formule ci-dessous :

$$\frac{\partial \boldsymbol{M}}{\partial t} = -\mu_0 \gamma (\boldsymbol{M} \times \boldsymbol{H}) + \frac{\alpha}{M_s} (\boldsymbol{M} \times \frac{\partial \boldsymbol{M}}{\partial t})$$

Où $\boldsymbol{M}$ est l'aimantation magnétique et $\boldsymbol{H}$ est le champ magnétique effectif. M_s est l'aimantation à saturation et α est le coefficient d'amortissement du matériau magnétique. γ est le facteur gyromagnétique qui se présente selon la formule :

$$\gamma = \frac{g|e|}{2m_e}$$

Avec g le facteur de Landé qui est proche de 2, e valeur de la charge de l'électron et m_e la masse de l'électron.

La première partie de précession dans l'équation de LLG montre que le moment magnétique est considéré comme une réaction gyroscopique alors que la deuxième partie concerne les pertes d'énergie (amortissement). Le champ magnétique effectif est déterminé par l'énergie libre du système, qui est la somme de l'énergie démagnétisante, de l'énergie de Zeeman et de l'énergie d'anisotropie magnétocristalline en négligeant l'énergie d'échange si nous considérons que l'épaisseur de peau est plus grande que la longueur d'échange.

Energie libre d'un système magnétique

Dans un système magnétique, l'énergie libre représente des interactions intrinsèques et externes en utilisant une approche thermodynamique. Le système doit minimiser son énergie pour atteindre un état d'équilibre. Le comportement microscopique présenté par l'orientation des moments magnétiques locaux provoque la variation d'aimantation (comportement macroscopique). Trois énergies sont prises en compte dans notre système de calcul. Ce sont l'énergie démagnétisante, l'énergie de Zeeman et l'énergie d'anisotropie cristalline.

Energie démagnétisante : Dans le cas où l'aimantation magnétique dans le matériau est non uniforme, une énergie démagnétisante est présente, ce qui correspond à l'interaction entre l'aimantation et le champ démagnétisant du matériau magnétique :

$$U_d = -\frac{1}{2}\mu_0 \int \boldsymbol{H_d}(\boldsymbol{r}) \boldsymbol{M}(\boldsymbol{r}) dV$$

Energie de Zeeman : C'est une énergie liée à la contribution d'un champ magnétique externe à l'aimantation du matériau. L'aimantation a tendance à s'aligner vers la direction du champ appliqué :

$$U_z = -\mu_0 \int \boldsymbol{H_{ext}}\, \boldsymbol{M}(\boldsymbol{r}) dV$$

Energie d'anisotropie magnétocristalline : C'est un couplage des moments magnétiques avec le réseau cristallin dans un matériau magnétiquement ordonné. Elle oriente l'aimantation (moments magnétiques) selon certains axes cristallographique définis, appelé directions de facile d'aimantation (plus haute symétrie du cristal) :

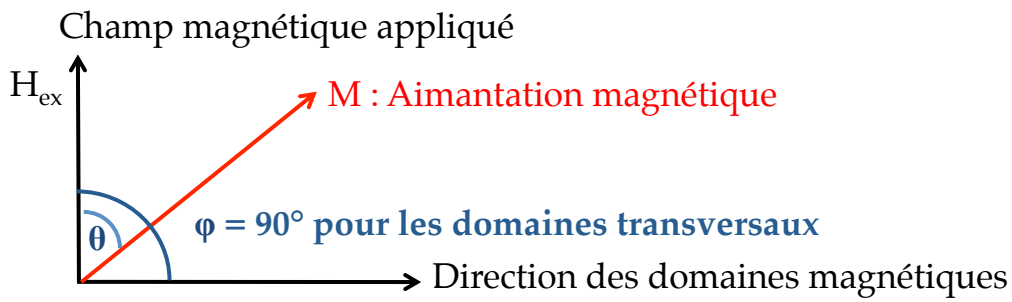
$$U_a = K \int (1 - (\boldsymbol{a}(\boldsymbol{r})\boldsymbol{m}(\boldsymbol{r}))^2) dV$$

avec K la constante d'anisotropie magnétocristalline, ***a*** un vecteur unitaire de la direction de facile aimantation et ***m*** un vecteur unitaire de la direction de l'aimantation.

L'énergie totale dans le système est représentée par :

$$U = U_d + U_Z + U_a$$

La figure ci-dessous représente des hypothèses dans notre calcul. Nous ne considérons que la rotation d'aimantation dans le système en négligeant à haute fréquence le déplacement des parois. Le champ magnétique (selon z) appliqué au long de la couche magnétique est perpendiculaire à l'axe de facile l'aimantation (selon y).



Hypothèse mono-domaine avec un champ appliqué perpendiculaire à l'axe de facile d'aimantation

L'angle θ est déterminé lorsque le système est en état d'équilibre correspondant à une énergie

libre minimale. Considérons une petite variation de la direction d'aimantation $\delta \boldsymbol{m}$ impliquant une variation δU de l'énergie totale :

$$\delta U = -\mu_0 M_s \int \delta \boldsymbol{m}(\boldsymbol{r}) \left[\frac{2K \sin\theta}{\mu_0 M_s} \boldsymbol{a} + \boldsymbol{H_{ext}} + \boldsymbol{H_d} \right] dV$$

Alors le champ effectif est défini par :

$$\boldsymbol{H_{eff}} = \frac{2K \sin\theta}{\mu_0 M_s} \boldsymbol{a} + \boldsymbol{H_{ext}} + \boldsymbol{H_d}$$

Linéarisation de l'équation de LLG

Pour obtenir le tenseur de susceptibilité (ou de perméabilité), nous avons linéarisé l'équation de LLG en utilisant le champ effectif. Elle consiste à faire un changement de repère lié à la direction d'aimantation pour simplifier l'analyse (du repère Oyz au repère Oy'z', où la direction de z' correspond à la direction d'aimantation). Pour linéariser l'équation de LLG, nous considérons que le champ effectif et l'aimantation sont constitués d'une partie continue et d'une partie alternative.

Le tenseur de susceptibilité qui lie les composantes alternatives de l'aimantation et du champ magnétique est présenté, dans le repère Oxy'z' et dans le repère d'origine, par :

$$\bar{\chi}_{Oxy'z'} = \begin{pmatrix} \overline{\chi_1} & j\overline{\chi_a} & 0 \\ -j\overline{\chi_a} & \overline{\chi_2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \; ; \; \bar{\chi}_{Oxyz} = \begin{pmatrix} \overline{\chi_1} & j\overline{\chi_a}\cos\theta & -j\overline{\chi_a}\sin\theta \\ -j\overline{\chi_a}\cos\theta & \overline{\chi_2}\cos^2\theta & -\overline{\chi_2}\sin\theta\cos\theta \\ j\overline{\chi_a}\sin\theta & -\overline{\chi_2}\sin\theta\cos\theta & \overline{\chi_2}\sin^2\theta \end{pmatrix}$$

Les composantes du tenseur de susceptibilité peuvent s'écrire sous la forme suivante :

$$\begin{cases} \overline{\chi_1} = \dfrac{\omega_M(\omega_1 + j\alpha\omega)}{\bar{\Delta}} \\ \overline{\chi_2} = \dfrac{\omega_M(\omega_2 + j\alpha\omega)}{\bar{\Delta}} \\ \overline{\chi_a} = \dfrac{\omega_M \omega}{\bar{\Delta}} \end{cases}$$

Avec

$$\begin{cases} \omega_M = \mu_0 \gamma M_s \\ \omega_1 = \mu_0 \gamma [H_{ex} \cos\theta + H_k \cos^2(\varphi - \theta) + M_s N_z \sin^2\theta] \\ \omega_2 = \mu_0 \gamma [H_{ex} \cos\theta + H_k \cos^2(\varphi - \theta) + M_s N_x] \\ \omega = 2\pi f \\ \bar{\Delta} = (\omega_1 + j\alpha\omega)(\omega_2 + j\alpha\omega) - \omega^2 \end{cases}$$

Où N_x, N_y, N_z sont les coefficients du champ démagnétisant (ici, $N_y = 0$). Une formule approchée a été développée par Aharoni pour déterminer ces coefficients dans le cas d'une plaque rectangulaire [AHAR 98].

L'angle θ est donné par la minimisation de l'énergie libre, ce qui conduit à :

$$\begin{cases} \theta = \arccos\left(\frac{H_{ex}}{H_k}\right) \; pour \;\; H_{ex} \leq H_k \\ \theta = 0 \;\; pour \;\; H_{ex} \geq H_k \end{cases}$$

H_k est le champ d'anisotropie et H_{ex} est le champ externe appliqué.

Finalement, nous trouvons que l'expression de la perméabilité transversale effective pour une excitation alternative est donnée par :

$$\bar{\mu_t} = \frac{\overline{\chi_1}}{1 + \overline{\chi_1}} + \cos^2\theta \left(\overline{\chi_2} - \frac{\overline{\chi_a}^2}{1 + \overline{\chi_1}} \right) + \overline{\chi_2} \sin^2\theta$$

Annexe II : Communications scientifiques

Articles de revues internationales

T. Peng, J. Moulin, F. Alves, Y. Le Bihan, "Fabrication and AC characterization of magneto-impedance microsensors for alternating magnetic field measurement", International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics, vol. 45, pp. 809-816, 2014.

M. Cortes, J. Moulin, M. Couty, T. Peng, O. Garel, T.H.N. Dinh, Y. Zhu, M. Souadda, M. Woytasik, E. Lefeuvre, "Micromolding of NiFe and Ni Thick Films for 3D Integration of MEMS", Journal of Electrochemical Society, vol. 161, pp. B3038-B3043, 2014.

M. Cortes, T. Peng, M. Woytasik, J. Moulin, "Permalloy-based magneto-impedance sensors fabricated by micromolding", IEEE Transactions on Magnetics, Accepté.

M. Cortes, T. Peng, M. Woytasik, J. Moulin, "Shape Anisotropy In Magneto-impedance NiFe-based Microsensors", Journal of Electrochemical Society, Soumis.

Conférences internationales

T. Peng, J. Moulin, F. Alves, Y. Le Bihan, "AC characterization of magneto-impedance microsensors for eddy current non-destructive testing", EMSA 2012, Prague, juillet 2012

T. Peng, J. Moulin, Y. Le Bihan, F. Alves, " Development of magneto-impedance microsensors for the detection of deep-lying defects using eddy current testing", SPIE NDE & Smart Structures, San Diego, mars 2013.

T. Peng, J. Moulin, F. Alves, Y. Le Bihan, "Fabrication and AC characterization of magneto-impedance microsensors for alternating magnetic field measurement", ISEM 2013, Québec, juillet 2013.

Conférences nationales

T. Peng, J. Moulin, M. Woytasik, F. Alves, Y. Le Bihan, " Capteurs magnétiques micro-intégrés basés sur le phénomène de magnéto-impédance", GDR Onde 2011, Nice,

octobre 2011.

T. Peng, J. Moulin, F. Alves, Y. Le Bihan, “Fabrication and characterization of magneto-impedance microsensors for eddy current non-destructive testing”, GDR Onde 2013, Dijon, octobre 2013

JNRDM 2013, Grenoble, juin 2013, “Etude et développement de micro-capteurs à l’effet de magnéto-impédance (MI) pour le contrôle non destructif (CND)”.

Bibliographies

[AHAR 98] A. Aharoni, “Demagnetizing factors for rectangular ferromagnetic prisms”, Journal of Applied Physics, vol. 83, 3432, 1998.

[AHN 94] C.H. Ahn, M.G. Allen, “ A new toroidal-meander type integrated inductor with a multilevel meander magnetic core”, IEEE Transactions on Magnetics, vol. 30 (1), pp. 73-79, 1994.

[AICHI] http://www.aichi-mi.com

[ALVE 05] F. Alves, F. Simon, S.N. Kane, F. Mazaleyrat, T. Waeckerlé, T. Save, A. Gupta, “Influence of rapid stress annealing on magnetic and structural properties of nanocrystalline $Fe_{74.5}Cu_1Nb_3Si_{15.5}B_6$ alloy, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 294, pp. e141-e144, 2005.

[ANTO 01] A. Antonenco, V. Manov, L. Shepelev, E. Sorkine, J. Tarakanov, “Annealing induced evolution of structure and high frequency magnetic properties in nanocrystalline glass-coated microwires”, Materials Science and Engineering A, vol. 304-306, pp.975-978, 2001.

[ATKI 97] D. Atkison, P.T. Squire, “Experimental and phenomenological investigation of the effect of stress on magneto-impedance in amorphous alloys”, IEEE Transactions on Magnetics, vol. 33, pp. 3364-3366, 1997.

[BAIB 88] M.N. Baibich, J.M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas, “Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices”, Physical Review Letters, vol. 61, pp. 2472-2475, 1988.

[BARA 04] J.M. Barandianran, A. Hernando, “Magnetostriction influence on the giant magnetoimpedance effect: A key parameter”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 268, pp. 309-314, 2004.

[BENS 05] A-D. Bensalah, "Thèse: Contibution à l'étude théorique et expérimentale de l'effet de magnéto-impédance géante (GMI) dans les alliages nanocristallins, en vue de réaliser des capteurs magnétiques de haute sensibilité", 2005.

[BENS 06] A-D. Bensalah, F. Alves, R. Barrué, F. Simon, S.N. Kane, "GMI sensors based on stress-annealed iron based nanocrystalline ribbons", Sensors and Actuators A, vol. 129, pp. 142-145, 2006

[BETA 03] I. Betancourt, R. Valenzuela, M. Vazquez, "Domain model for the magnetoimpedance of metallic ferromagnetic wires", Journal of applied Physics, vol. 93, pp. 8110-8112, 2003.

[BLAN 09] F. Blanc-beguin, S. Nabily, J. Gieraltowski, A. Turzo, S. Ouerellou, P.Y. Salaun, "Cytotoxicity and GMI bio-sensor detection of maghemite nanoparticles internalized into cells", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 321, pp. 192-197, 2009.

[BOZO 51] R.M. Bozorth, "Ferromagnetism", 1ère Edition, D. VAN Nostrand Company, INC, 1951.

[BRAU 06] S. Brault, X. Leroux, M. El-Amrani, E. Dufour-Gergam, F. Parrain, S. Lani, A. Bosseboeuf, "BCB wafer bonding technologies for wafer-level packaging with an integrated MEMS resonator", Proceeding 39th International Symposium on Microelectronics IMAPS, 2006.

[BRAU 10] S. Brault, O. Garel, G. Schelcher, N. Isac, F. Parrain, A. Bosseboeuf, F. Verjus, M. Desgeorges, E. Dufour-Gergam, "MEMS packaging process by film transfer using an anti-adhesive layer", Microsystem Technologies, vol. 16 (7), pp. 1277-1284, 2010.

[BRIS 97] P. Brissonneau, "Magnétisme et matériaux magnétiques pour l'électronique", Editions Hermes, 1997.

[CHAR 00] M. Charbonnier, M. Romand, M. Alami, T.M. Duc, "Surface modification of poly(tetrafluoroethylene) in RF glow-discharge (H_2, He, O_2, N_2, NH_3) plasmas. XPS characterization", Polymer Surface Modification: Relevance to Adhesion, vol. 2, pp. 3-27, 2000.

[CHEN 98] D.X.Chen, J.L. Munoz, A. Hernando, M. Vazquez, "Magnetoimpedance of

metallic ferromagnetic wires", Physical Review B, vol. 57, pp. 10699, 1998.

[CHOU 09] Y. Choua, "Thèse : Application de la méthode des éléments finis pour la modélisation de configuration de contrôle non destructif par courants de Foucault", 2009.

[COIS 04] M. Coisson, P. Tiberto, F. Vinal, S.N. Kane, "Effect of thermal treatments on the high-frequency magnetic permeability of glass-covered $Co_{83.2}Mn_{17.6}Si_{5.9}B_{3.3}$ wires", Materials Science and Engineering: A, vol. 375-377, pp. 1036-1039, 2004

[CORT 14] M. Cortes, J. Moulin, M. Couty, T. Peng, O. Garel, T.H.N. Dinh, Y. Zhu, M. Souadda, M. Woytasik, E. Lefeuvre, "Micromolding of NiFe and Ni Thick Films for 3D Integration of MEMS", Journal of Electrochemical Society, vol. 161, pp. B3038-B3043, 2014.

[COST 95] J.L. Costa-Kramer, K.V. Rao, "Influence of magnetostriction on magneto-impedance in amorphous soft ferromagnetic wires", IEEE Transactions on Magnetics, vol. 31, pp. 1261-1265, 1995.

[COST 97] V. Costa Kieling, "Parameters influencing the electrodeposition of Ni-Fe alloys", Surface and Coating Technology, vol. 96, pp. 135-139, 1997.

[COUT 03] A-L. Coutrot, "Thèse: Etude du procédé de fabrication de microbobines par micromoulage pour des applications en IRM et CND", 2003.

[DAHM 65] H. Dahms, I.M. Croll, "The Anomalous Codeposition of Iron-Nickel Alloys", Journal of the Electrochemical Society, vol. 112, pp. 771-775, 1965.

[DECO 08] D. de Cos, V.N. Lepalovskij, G.V. Kurlyandskaya, A. Garcia-Arribas, J.M. Barandiaran, "High-frequency magnetoimpedance in multilayer thin films with longitudinal and transverse anisotropy", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 320, pp. e954-e957, 2008.

[DOHI 07] T. Dohi, K. Kuwana, K. Matsumoto, I. Shimoyama, "A standing micro coil for a high resolution MRI", Transducers&Eurosensors, pp. 1313-1316, 2007.

[DONG 02] C. Dong, S. Chen, T.Y. Hsu, "A simple model of giant magneto-impedance effect in amorphous thin films", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 250, pp.

288-294, 2002.

[DOW 05] “Processing procedures for cyclotene 4000 series photo BCB resins”, Dow Chemical Datasheet, 2005.

[DUFA 09] B. Dufay, S. Saez, C. Dolabdjian, D. Seddaoui, A. Yelon, D. Menard, “Improved GMI Sensors Using Strongly-Coupled Thin Pick-Up Coils”, Sensor Letters, vol. 7, pp. 334-338, 2009.

[DUFA 11] B. Dufay, S. Saez, C. Dolabdjian, A. Yelon, D. Menard, “Impact of Electronic Conditioning on the Noise Performance of a Two-Port Network Giant Magnetoimpedance Magnetometer”, Sensors Journal IEEE, vol. 11, pp. 1317-1324, 2011

[FANG 06] D-M. Fang, X-N. Wang, Y. Zhou, X-L. Zhao, “Fabrication and performance of a micromachined 3-D solenoid inductor”, Microelectronics Journal, vol. 37, pp. 948-951, 2006.

[FESS 04] A. Fessant, J. Gieraltowski, C. Tannous, R. Valenzuela, “A novel broadband measurement method for the magnetoimpedance of ribbons and thin films”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 272-276, pp. 1871-1872, 2004.

[GARC 98] C. Garcia, J.L. Munoz, G. Kurlyandskaya, M. Vazquez, M. Ali, M.R.J. Gibbs, “Induced anisotropy, magnetic domain structure and magnetoimpedance effect in CoFeB amorphous thin films”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 191, pp. 339-344, 1999.

[GARC 06] D. Garcia, V. Raposo, O. Montero, J.I. Iniguez, “Influence of magnetostriction constant on magnetoimpedance-frequency dependence. Sensors and Actuators A, vol. 129, pp. 227-230, 2006.

[GARC 07] C. Garcia, A. Chizhika, A. Zhukova, V. Zhukovab, J. Gonzaleza, J.M. Blancoc, L.V. Panina, “Influence of torsion and tensile stress on magnetoimpedance effect in Fe-rich amorphous microwires at high frequencies, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 316, pp. e896-e899, 2007.

[GIER 04] J. Gieraltowski, A. Fessant, R. Valenzuela, C. Tannous, “Giant magnetoimpedance in Vitrovac amorphous ribbons over [0.3-400 MHz] frequency range”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 272-276, pp. 1873-1874, 2004.

[GRUN 86] P. Grunberg, R. Schreiber, Y. Pang, M.B. Brodsky, H. Sowers, "Layered Magnetic Structures: Evidence for Antiferromagnetic Coupling of Fe Layers Across Cr Interlayers", Physical Review Letters, vol. 57, pp. 2442-2445, 1986.

[HAIS 97] W. Haiss, R.J. Nichols, J-K. Sass, "In situ monitoring of intrinsic stress changes during copper electrodeposition on Au (111)," Surface Science, vol. 388, pp. 141-149, 1997.

[HARR 35] E.P. Harrison, G.L. Turney, H. Rowe, "Electrical Properties of Wires of High Permeability", Nature, Vol. 135, 3423, pp. 961, 1935.

[He 01] J. He, H.Q. Guo, B.G. Shen, K.Y. He, H.W. Zhang, "Influence of annealing on the magnetic properties and magneto-impedance response in $Fe_{84}Zr_7B_8Cu_1$ ribbons", Materials Sciences and Engineering A, vol. 304-306, pp. 988-991, 2001.

[HITA 05] HITACHI, Nanocrystalline soft magnetic material Finemet, Technical Report, www.hitachi-metals.co.jp, 2005.

[JIAN 08] L. Jiang, L.S. Tan, J.Z. Ruan, W.Z. Yuan, X.P. Li, Z.J. Zhao, " Intermittent deposition and interface formation on the microstructure and magnetic properties of NiFe/Cu composite wires", Physica B, vol. 403, pp. 3054-3058, 2008.

[JOUR 05] A. Jourdain, P. De Moor, I. De Wolf, H.A.C. Tilmans, "Mechanical and electrical characterization of BCB as a bond and seal material for cavities housing (RF-) MEMS devices", Journal of Micromechanics and Microengineering, vol. 15, pp. 89-96, 2005.

[KANE 06] Y. Kaneko, K. Hashimoto, T. Horiuchi, "Fabrication of micro-coils using laser scan lithography on copper pipes", Microelectronic Engineering, vol. 83, pp. 1249-1252, 2006.

[KELL 89] A.J. Kellock, J.E.E. Baglin, "Role of the Interface in the Adhesion of Cu to SiO2", MRS Spring Meeting, 1989.

[KIM 02] D.J. Kim, D.A Park, J.H. Hong, "Nondestructive evaluation of reactor pressure vessel steels using the giant magnetoimpedance sensor", Journal of Applied Physics, vol. 91, pp. 7421-7423, 2002.

[KITT 46] C. Kittel, “Theory of the Structure of Ferromagnetic Domains in Films and Small Particles”, Physical Review, vol. 70, 1946.

[KLEI 04] R. Kleiner, D. Koelle, F. Ludwig, J. Clarke, “Superconducting quantum interface devices: State of the art and applications”, Proceedings of the IEEE, vol. 92, 2004.

[KLEI 07] M.J.K. Klein, T. Ono, M. Esashi, J.G. Korvink, “RIE of solenoidal microcoil glass mould with integrated sample container for micro-MRI”, MEMS, pp. 345-348, 2007.

[KNOB 96] M. Knobel, M.L. Sanchez, C. Gomez-Polo, P. Marin, M. Vazquez, A. Hernando, “ Giant magneto-impedance effect in nanostructured magnetic wires”, Journal of Applied Physics, vol. 79, pp. 1646-1648, 1996.

[KNOB 02] M. Knobel, K.R. Pirota, “Giant magnetoimpedance: concepts and recent progress”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 242-245, pp. 33-40, 2002.

[KRAT 08] K. Kratt, J.G. Korvink, U. Wallrabe, “Micro Coil Manufacturing”, 11th International Conference on New Actuators, Bremen, Germany, 2008.

[KRAU 99] L. Kraus, “Theory of giant magneto-impedance in the planar conductor with uniaxial magnetic anisotropy”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 195, pp. 764-778, 1999.

[KURL 02] G.V. Kurlyandskaya, J.L. Munoz, J.M. Barandiaran, A. Garcia-Arribas, A.V. Svalov, V.O. Vas’kovskiy, “Magnetoimpedance of sandwiched films: experimental results and numerical calculations”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 242-245, pp. 291-293, 2002.

[KURL 09] G.V. Kurlyandskaya, “Giant magnetoimpedance for biosensing: advantages and shortcomings, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 321, pp. 659-662, 2009.

[KURL 14] G.V. Kurlyandskaya, E. Fernandez, A. Garcia-Arribas, V.N. Lepalovsij, S.O. Volchkov, “Comparative study of magnetic, microwave properties and giant magnetoimpedance of FeNi-based multilayers with different structure”, Journal of Alloys and Compounds, 2014

[LAND 75] L.D. Landau, E.M. Lifshitz, “Electrodynamics of continuous media”, Oxford:

Pergamon, 1975

[LEE 01] H.B. Lee, K.J. Kim, Y.K. Kim, K.S. Kim, S.C Yu, "Ultra-soft magnetic properties in nanocrystalline $Fe_{81}B_{11}Nb_7Cu_1$ alloy", Journal of alloys and compounds, vol. 326, pp. 313-316, 2001.

[LEE 02] H. Lee, Y-S. Kim, S-C. Yu, "Supergiant magnetoimpedance effect of a LC-resonator using a glass-coated amorphous microwire", Journal of Magnetic, vol. 7 (4), pp. 160-164, 2002.

[LISE 06] X.P. Li, H.L. Seet, J. Fan, J.B. Yi, "Electrodeposition and characteristics of $Ni_{80}Fe_{20}$/Cu composite wires", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 304, pp. 111-116, 2006.

[LÖCH 96 1] B. Löchel, A. Maciossek, M. Rothe, W. Windbracke, "Microcoils fabricated by UV depth lithography and galvanoplating", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 54 (1-3), pp. 663-668, 1996.

[LÖCH 96 2] B. Löchel, A. Maciossek, "Electrodeposited magnetic alloys for surface micromachining", Journal of Electrochemical Society, vol. 143, pp. 3343-3348, 1996.

[MACH 96] F.L.A. Machao, S.M. Rezende, "A theoretical model for the giant magnetoimpedance in ribbons of amorphous soft-ferromagnetic alloys", Journal of Applied Physics, vol. 79, 6558, 1996.

[MAKH 00] D.P. Makhnovskiy, L.V. Panina, " Size effect on magneto-impedance in layered films", Sensors and Actuators A, vol. 81, pp. 91-94, 2000.

[MAKH 04] D.P. Makhnovskiy, L.V. Panina, N. Fry, D.J. Mapps, "Magneto-impedance in NiFe/Au/NiFe sandwich films with different types of anisotropy", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 272-276, pp. 1866-1867, 2004.

[MALA 05] M. Malatek, P. Ripka, L. Kraus, "Double-core GMI current sensor", IEEE Transaction on Magnetics, vol. 41, pp. 3703-3705, 2005.

[MALA 10] M. Malatek, L. Kraus, "Off-diagonal GMI sensor with stress-annealed amorphous ribbon", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 164, pp. 41-45, 2010.

[MALA 13] M.Malatek, B. Dufay, S. Saez, C. Dolabdjian, “Improvement of the off-diagonal magnetoimpedance sensor white noise”, Sensors and Actuators A, vol. 204, pp. 20-24, 2013.

[MENA 00] D. Ménard, L.G.C. Melo, M.R. Britel, P. Ciureanu, A. Yelon, M. Rouabhi, R.W. Cochrane, “Modeling the magnetoimpedance in anisotropic wires”, Journal of Applied Physics, vol. 87, 4801, 2000.

[MISH 11] Amaresh Chandra Mishra, Trilochan Sahoo, V. Srinivas, Awalendra K. Thakur, “Investigation of magnetoimpedance effect on electrodeposited NiFe/Cu wire using inductance spectroscopy”, Physica B: Condensed Matter, vol. 406, pp. 645-651, 2011

[MISH 12] Amaresh Chandra Mishra, “Microstructure, magnetic and magnetoimpedance properties in electrodeposited NiFe/Cu and CoNiFe/Cu wire with thiourea additive in plating bath”, Physica B: Condensed Matter, vol. 407, pp. 923-934, 2012.

[MOHR 97] K. Mohri, T. Uchiyama, L.V. Panina, “Recent advances of micro magnetic sensors and sensing application”, Sensors and Actuators A: Physical, vol. 59, pp. 1-8.

[MORI 97] T. Morikawa, Y. Nishibe, H. Yamadera, Y. Nonomura, M. Takeuchi, Y. Taga, “Giant magneto-impedance effect in layered thin films”, IEEE Transactions on Magnetics, vol. 33, pp. 4367-4372, 1997.

[MORI 02] T. Morikawa, Y. Nishibe, H. Yamadera, Y. Nonomura, M. Takeuchi, J. Sakata, Y. Taga, “Enhancement of giant magneto-impedance in layered film by insulator separation”, IEEE Transactions on Magnetics, vol. 32, pp. 4965-4967, 2002.

[MOUL 09] J. Moulin, E. Dufour-Gergam, E-H. Oubensaid, F. Alves, B. Kaviraj, A. Gupta, V.R. Reddy, R. Barrué, “Realization of Micro-Patterned Multi-Element Magneto-Impedance Sensors for Non Destructive Testing”, Sensor Letters, vol. 7, pp. 272-275, 2009.

[MOUL 11 1] J. Moulin, M. Woytasik, I. Shahosseini, F. Alves, “Micropatterning of sandwiched FeCuNbSiB/Cu/FeCuNbSiB for the realization of magneto-impedance microsensors”, Microsystem Technologies, vol. 17, pp. 637-644, 2011.

[MOUL 11 2] J. Moulin, I. Shahosseini, F. Alves, F. Mazaleyrat, “Ultrasoft Finemet thin films for magneto-impedance microsensors”, Journal of Micromechanics and

Microengineering, vol. 21, 2011.

[MOUT 07] J. Moutoussamy, C. Coillot, G. Chanteur, F. Alves, “Feasibility of a Giant Magnetoimpedance Sandwich magnetometer for space applications, Sensors IEEE, pp. 1013-1016, 2007.

[MOUT 13] J. Moutoussamy, C. Coillot, G. Chanteur, F. Alves, “Various Coiled Magnetoimpedance Based on Differential Magnetic Permeability Variation”, Sensor Letters, vol. 11, pp. 40-43, 2013.

[NABI 09] S. Nabily, J. Gieraltowski, F. Alves, B. Kaviraj, “Giant magneto impedance sensors based on microwire and sandwiched structures for non destructive testing applications”, Sensor Letters, vol.7, pp. 278-281, 2009.

[PANI 94 1] L.V. Panina, K. Mohri, K. Bushida, M. Noda, “Giant magneto-impedance and magneto-inductive effects in amorphous alloys”, Journal of Applied Physics, vol. 76, 6198, 1994.

[PANI 94 2] L.V. Panina, K. Mohri, “Magneto-impedance effect in amorphous wires”, Applied Physics Letters, vol. 65, 1189, 1994.

[PANI 95] L.V. Panina, K. Mohri, T. Uchiyama, M. Noda, K. Bushida, “Giant Magneto-Impedance in Co-Rich Amorphous Wires and Films”, IEEE Transactions on Magnetics, vol. 31 (2), pp. 1249-1250, 1995.

[PANI 96] L.V. Panina, K. Mohri, “Effect of magnetic structure on giant magneto-impedance in Co-rich amorphous alloys”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 157/158, pp.137-140, 1996.

[PANI 97] L.V. Panina, K. Mohri, T. Uchiyama, “Giant magneto-impedance (GMI) in amorphous wire, single layer film and sandwich film”, Physica A, vol. 241, pp. 429-438, 1997.

[PANI 00] L.V. Panina, K. Mohri, Sensors and Actuators, “Magneto-impedance in multilayer films”, vol. 81, pp. 71-77, 2000.

[PERE 01] J-P. Pérez, R. Carles, R. Fleckinger, “Electromagnétisme: Fondements et

applications", 4ème édition, Dunod, 2001

[PHAN 06] M-H. Phan, H-X. Peng, M.R. Wisnom, S-C. Yu, N. Chau, "Effect of annealing on the microstructure and magnetic properties of Fe-based nanocomposite materials", Composites: Part A, vol. 37, pp. 191-196, 2006.

[PIRO 99] K.R. Pirota, M.L. Sartorelli, M. Knobel, J. Gutierrez, J.M. Barandiaran, "Influence of induced anisotropy and magnetostriction on the giant magnetoimpedance effect and its aftereffect in soft magnetic amorphous ribbons", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 202, pp. 431-444, 1999.

[PIRO 00] K.R. Pirota, L. Kraus, H. Chiriac, M. Knobel, "Magnetic properties and giant magnetoimpedance in a CoFeSiB glass-covered microwire", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 221, pp. L243-L247, 2000.

[POPO 04] R.S. Popovic, "Hall Effect Devices", Institute of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia, 2004.

[QUEM 99] J.M. Quemper, S. Nicolas, J.P. Gilles, J.P. Grandchamp, A. Bosseboeuf, T. Bourouina, E. Dufour-Gergam, "Permalloy electroplating through photoresist molds", Sensors and Actuators A, vol. 74, pp. 1-4, 1999.

[RAKH 06] A.A. Rakhmanov, A.S. Antonov, N.A. Buznikov, A.F. Prokoshin, "Study of surface magnetic structure in Co-based amorphous microwires by means of off-diagonal magnetoimpedance effect", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 300, pp. e37-e40, 2006.

[RAND 00] R.J. Randler, D.M. Kolb, B.M. Ocko, I.K. Robinson, "Electrochemical copper deposition on Au (100): a combined in situ STM and in situ surface X-ray diffraction study", Surface Science, vol. 447, pp. 187-200, 2000.

[RASM 01] F.E. Rasmussen, J.T. Ravnkilde, P.T. Tang, O. Hansen, S. Bouwstra, "Electroplating and characterization of cobalt-nickel-iron and nickel-iron for magnetic microsystems applications", Sensors and Actuators A, vol. 92, pp. 242-248, 2001.

[RASS 03] R.J. Rassel, C.F. Hiatt, J. De Cramer, S.A. Campbell, "Fabrication and characterization of solenoid-type microtransformer", IEEE Transactions on Magnetics, vol.

39, pp. 553-558, 2003.

[RIPK 03] P. Ripka, “Advances in fluxgate sensors”, Sensors and Actuators A, vol. 106, pp.8-14, 2003.

[RIVE 03] M.A. Rivero, M. Maicas, E. Lopez, C. Aroca, M.C. Sanchez, P. Sanchez, “Influence of the sensor shape on permalloy/Cu/permalloy magnetoimpedance”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 254-255, 636-638, 2003.

[ROGE 97] J.A. Rogers, R.J. Jackman, G.M. Whitesides, “Constructing single- and multiple-helical microcoils and characterizing their performance as components of microinductors and microelectromagnets”, Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 6 (3), pp. 184-192, 1997.

[ROGG 95] B. Rogge, J. Schulz, J. Mohr, A. Thommes, W. Menz, “Fully batch fabricated magnetic microactuators using a two layer LIGA process”, Tranducers&Eurosensors, pp. 320-323, 1995.

[SASA 98] K.Y. Sasaki, J.B. Talbot, “Electrodeposition of iron-group metals and binary alloy from sulfate baths: Experimental study”, Journal of the Electrochemical Society, vol. 145, pp. 981-990, 1998.

[SCHE 11] G. Schelcher, F. Fabbri, E. Lefeuvre, S. Brault, P. Coste, E. Dufour-Gergam, F. Parrain, “Modeling and characterization of micro Pirani vacuum gauges manufactured by a low temperature film transfer process”, Journal of Microelectromechanical System, vol. 20 (5), pp. 1184-1191, 2011.

[SCHE 12] G. Schelcher, “Thèse: Le transfert de films : vers une intégration hétérogène des micro et nanosystèmes”, 2012.

[SCHL 00] M. Schlesinger, M. Paunovic, “Modern Electroplating: Fourth Edition”, John Wiley and sons inc., 2000.

[SOUA 13] M. Souada, “Réalisation d’un micro capteur à magnéto-impédance par croissance électrolytique pour la détection des nanoparticules magnétiques”, Rapport de stage, 2013.

[TANN 04] C. Tannous, J. Gieraltowski, “Giant magneto-impedance and its applications”,

Journal of Materials Science: Materials in Electronics, vol. 15, pp. 125-133, 2004.

[TUMA 01] S. Tumanski, "Thin Film Magnetoresistive Sensors", Institute of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia, 2001

[VACH 07] F. Vacher, F. Alves, C. Gilles-Pascaud, "Eddy current non destructive testing with giant magneto-impedance sensor, NDT& E International, vol. 40, pp. 439-442, 2007.

[VALE 96] R. Valensuela, M. Vazquez, A. Hernando, "A position sensor based on magnetoimpedance", Journal of Applied Physics, vol. 79, 6549, 1996.

[VALE 97] R. Valensuela, JJ. Freijo, A. Salcedo, M. Vazquez, A. Hernando, "A miniature dc current sensor based on magnetoimpedance", Journal of Applied Physics, vol. 81, pp. 4301-4303, 1997.

[VELL 07] J. Velleuer, A.G. Munoz, H. Yakabchuk, C. Schiefer, A. Hackl, E. Kisker, "Giant magneto impedance in electroplated NiFeMo/Cu microwires", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 311, pp. 651-657, 2007.

[WEIS 00] K. Weiss, S. Riedel, S.E. Schulz, M. Schwerd, H. Helneder, H. Wendt, T. Gessner, " Development of different copper seed layers with respect to the copper electroplating process", Microelectronic Engineering, vol. 50, pp. 433-440, 2000.

[WILL 99] K. Williams, J. Maxwell, K. Larsson, M. Boman, "Freeform fabrication of functional microsolenoids, electromagnets and helical springs using high-pressure laser chemical vapor deposition", in MEMS, pp. 232-237, 1999.

[WOEH 12] M. Woehrmann, M. Toepper, "Polymerization of Thin Film Polymers", book "New Polymers for Special Applications, Chapter 4, 2012.

[WOYT 06] M. Woytasik, J.P. Grandchamp, E. Dufour-Gergam, J.P. Gilles, S. Megherbi, E. Martincic, H. Mathias, P. Crozat, "Two- and three-dimensional microcoil fabrication process for three-axis magnetic sensors on flexible substrates", Sensors and Actuators A, vol. 132, pp. 2-7, 2006.

[XIAO 99] S.Q. Xiao, Y.H. Liu, Y.Y. Dai, L. Zhang, S.X. Zhou, G.D. Liu, “Giant magnetoimpedance effect in sandwiched films”, Journal of Applied Physics, vol. 85, pp. 4127-4130, 1999

[XIAO 00] S.Q. Xiao, Y.H. Liu, S.S. Yan, Y.Y. Dai, L. Zhang, L.M. Mei, “Giant magnetoimpedance and domain structure in FeCuNbSiB films and sandwiched films”, Physical Review B, vol. 61, 2000.

[YOSH 88] Y. Yoshizawa, S. Oguma and K. Yamauchi, “New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure”, Journal of Applied Physics, vol. 64, pp. 6044-6046, 1988.

[YOSH 10] Y. Yoshizawa, S. Oguma and K. Yamauchi, “internal stress influence on the coercivity of FeCuNbSiB thin films”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 322, pp. 1275-1278, 2010.

[YU 00] J.Q. Yu, Y. Zhou, B.C. Cai, D. Xu, “Giant magneto-impedance effect in amorphous magnetostrictive FeSiB thin films”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 213, pp. 32-36, 2000

[ZHOU 08] Zhimin Zhou, Yong Zhou, Ying Cao, “The investigation of giant magnetoimpedance effect in meander NiFe/Cu/NiFe film”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 320, pp. e967-e970, 2008.