HAL
open science

Anisotropie magnétique induite par modulation de surface et étude de la propagation de parois de domaines dans des nanostructures magnétiques

Joel Briones Hernandez

To cite this version:

Joel Briones Hernandez. Anisotropie magnétique induite par modulation de surface et étude de la propagation de parois de domaines dans des nanostructures magnétiques. Matière Condensée [cond-mat]. Université Henri Poincaré - Nancy 1, 2008. Français. NNT : 2008NAN10095 . tel-01748547v2

HAL Id: tel-01748547

https://theses.hal.science/tel-01748547v2

Submitted on 26 Jan 2009

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.

U.F.R. Sciences et Techniques de la Matière et des Procédés
Ecole Doctorale Energie, Mécanique et Matériaux
Département de Formation doctorale de Physique et Chimie de la Matière et des Matériaux

Thèse

Présentée pour l'obtention du titre de

Docteur de l'Université Henri Poincaré, Nancy I

En Physique et Chimie de la Matière et des Matériaux

Par Joel BRIONES HERNANDEZ

Anisotropie magnétique induite par modulation de surface et étude de la propagation de parois de domaines dans des nanostructures magnétiques

Soutenue le 10 novembre 2008 devant le jury composé de

Président:
M. Jean-François BOBO — Directeur de recherches CNRS, LNMH, Toulouse

Rapporteurs :
M. Giancarlo FAINI — Directeur de recherches CNRS, LPN, Marcoussis
M. Frédéric NGUYEN VAN DAU — Ingénieur de recherches THALES, Palaiseau

Examinateurs :
M. Michel HEHN — Professeur, Université Henri Poincaré, Nancy I
M. François MONTAIGNE — Maître de Conférences, U. H.P., Nancy I

Laboratoire de Physique des Matériaux, UMR7556
Université Henri Poincaré – Faculté des Sciences et Techniques – 54506 Vandœuvre-lès-Nancy

A Mis Padres.
A Mis Hermanos.
A Pilar.

Remerciements

Je tiens d'abord à remercier Frédéric Nguyen Van Dau et Giancarlo Faini d'avoir accepté être les rapporteurs de cette thèse et Jean-François Bobo d'en avoir assuré la présidence.

I'd like to thank the Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (MEXICO) by the financial support given through the scholarship 172580.

Je remercie au Prof. Luis Martinez d'avoir été le lien administratif entre le Mexique et la France me permettant l'obtention d'une bourse de thèse ainsi que l'accueil à l'université Henri Poincaré Nancy I.

Merci ensuite à Michel Piecuch, Daniel Malterre et Bertrand Berche par son accueil au sein du Laboratoire de Physique de Matériaux.

Merci à Alain Schuhl d'avoir accepté d'être mon directeur de thèse au sein de l'équipe de nano-magnétisme et électronique de spin. Merci à Michel Hehn et François Montaigne d'avoir assuré la continuation de la direction de ce travail.

Je remercie une deuxième fois à François Montaigne d'avoir encadré mon travail de thèse. Auprès de lui j'ai énormément appris au niveau scientifique (sa rigueur scientifique ne peut que assurer du travail de énorme qualité) et technologique (c'est avec un très grand plaisir que j'ai découvert avec lui la subtilité de la lithographie) mais aussi au niveau de gestion de ressources (un simple coup d'œil à son agenda suffit pour se rendre compte de la multitude de projets, activités, manipes et cours qu'il doit assurer, tout en laissant le temps d'aller à l'opéra).

Merci à Daniel Lacour de m'avoir appris la manipulation et utilisation du M-AFM, son inestimable aide avec les manipes de transport – indispensables pour la réalisation de ces études - et surtout merci par son optimisme, bon humeur et encouragement tout au long de ces années.

Je remercie encore Michel Hehn pour sa disponibilité pour la réalisation des couches, sa passion et intérêt lors de discussions scientifiques, sa patience et ses conseils.

L'élaboration des échantillons à été grandement facilité par les compétences techniques de Gwladys Lengaigne. Merci Gwladys pour ta disponibilité et ta gentillesse.

Un grand merci à Laurent Bouvot par son aide et formation en l'utilisation du *micro-bonding*.

Merci à Christian Senet pour sa disponibilité pour résoudre les problèmes informatiques et pour partager avec enthousiasme ses connaissances.

Un grand merci à Danielle Pierre et Hamid Majhed pour leur aide lorsque quelques petits soucis de manipe sont arrivés.

Je tiens à remercier à Martine Gaulier pour sa gentillesse.

Merci à tout le personnel du Laboratoire de Physique des Matériaux pour leur disponibilité, intérêt et jovialité. Merci et bon continuation aux thésards, ex-thésards et post-docs: Muriel Sicot, Grégory Malinowski, Tomas Hauet, Aymeric Avisou, Olivier Jambois, Clement Didiot, Fanny Greullet, Ganye Wora, Madi Ardyanian, Silvia, Mathias Grun, Luis Alfonso Cardenas, Beatrice N., Alex B.

Merci à tous les courageux pour les bons moments passés en sa compagnie durant ces derniers années : Luis Peñaranda, Hugo, Rebekka, Gaby, Diego, Yolanda, Luis Alfonso, Gilberto, Sinuhé, Yahir, Luis F. Camacho, Silvia y Pedro, Juan Prado, Manuel Adam, Cristian Duran, Carlos e Isabel, Andrés Vejar.

Merci à Armando Encinas, Ricardo Guirado, Yuri Nahmad, Edgar Briones et Viridiana Briones pour leur soutien et encouragement tout au long de ces années.

J'aimerais finalement remercier à Pilar, ma femme, pour sa lecture attentive du manuscrit de thèse et surtout pour son amour, soutien, patience et pour l'immense enrichissement que ma vie a connu grâce à elle.

Table des matières

Chapitre 1. Introduction ……..…….…..… 1

A. Introduction ……...3
B. Anisotropie magnétique induite par une pré-structuration de la surface ….……..4
C. Contrôle d'une paroi de domaines dans une piste submicronique …….……...5
D. Mesure d'une nanostructure unique ……..…6
E. Objectifs de la thèse et organisation du manuscrit ……7

Chapitre 2. Réalisation des Nanostructures ……..…9

A. Introduction…….…… 11
B. La lithographie par faisceau d'électrons……...……12
B.1. Principe……...……12
B.2. La lithographie électronique dans une résine organique…….…..13
B.2.1. Les résines organiques ……..…….13
B.2.2. Dépôt de la résine……..….14
B.2.3. Recuit de la résine…….…….15
B.2.4. Exposition au faisceau d'électrons…….……16
B.2.5. Développement……..17
B.3. Description du système de lithographie utilisé…….……19
B.3.1. Principales caractéristiques du microscope utilisé…….20
B.3.2. Les lentilles de déflexion……...21
B.3.3. Le beam blanker…….21
B.3.4. La platine porte-échantillon……...22
B.3.5. Le module de pilotage du faisceau……23
B.4. Réglages du faisceau …….……...24
B.5. Les systèmes de coordonnées……..……..26
B.6. Gestion de l'insolation……..…….28
B.6.1. Les paramètres de l'exposition …….…….…28
B.6.2. Gestion des paramètres d'insolation …….…….29
C. Transfert du motif…… 31
C.1. Le lift-off……..…….32
C.1.1. Le principe du lift-off…….……32
C.1.2. Critères de réalisation…….…32
C.1.3. Le lift-off avec une simple couche de résine…….….33
C.1.4. Le lift-off avec une bicouche de résine…….….33
C.1.5. L'influence du dépôt…….….36
C.1.6. Les techniques de dépôt du matériau…….…38
C.2. La Gravure…….…39
C.2.1. Les critères de réalisation…….…..39
C.2.2. Les différentes méthodes de gravure…….……40
D. Mise en ouvre de l'exposition……..……41

D.1. Reproductibilité de l'exposition ……41
D.2. Marques d'alignement et systèmes de repérage ……43
D.2.1. Le système des marques développé……44
D.2.2. Réalisation des marques d'alignement……46
D.3. Autofocus……48
D.3.1. Le principe……48
D.3.2. Mise en place de l'autofocus ……49
D.4. Positionnement précis des motifs ……50
D.4.1. Alignement global ……50
D.4.2. Alignement individuel……51
D.5. Optimisation des croix d'alignement……52
D.6. Prise de contacts ……53
E. Conclusions……54
F. Références……55

Chapitre 3. Films Magnétiques à Topologie Modulée……57

A. Introduction …… 59
A.1. Anisotropie magnétique …… 59
A.2. Systèmes ayant une anisotropie induite dans le plan …… 60
A.2.1. Couches déposées sur des surfaces à topologie en forme de V …… 60
A.2.2. Couches déposées sur des surfaces vicinales régulières ……60
A.2.3. Couches structurées après le dépôt sur une surface …… 61
A.3. Objectifs et réalisation dans le cadre de la thèse …… 61
B. Fabrication …… 62
B.1. Présentation du procédé. …… 62
B.2. Elaboration des réseaux …… 63
B.2.1. Conception des structures …… 63
B.2.2. Les effets de proximité …… 63
B.2.3. Optimisation de la dose …… 67
B.3. Le transfert …… 69
B.3.1. Le choix du masque…… 69
B.3.2. Résumé sur les expériences associées au transfert……72
B.4. Dépôt de la couche magnétique……72
B.5. Réalisation de contacts de mesure……74
B.6. Résumé du procédé de fabrication ……76
C. Mise en évidence par magnéto-transport…… 77
C.1. Analyse d'une anisotropie uniaxiale par AMR ……77
C.1.1. Matériau monodomaine présentant une anisotropie uniaxiale ……77
C.1.2. L'astroïde de Stoner-Wohlfarth……78
C.1.3. Les solutions analytiques du modèle de Stoner-Wohlfarth ……81
C.1.4. Solutions numériques du modèle de Stoner-Wohlfarth ……82
C.1.5. Simulations de courbes d'AMR ……83
C.2. Résultats expérimentaux : Propriétés de la couche simple ……85
C.3. Résultats expérimentaux : Dispositifs à topologie modulée ……87
C.3.1. Mise en évidence d'une anisotropie intrinsèque ……87
C.3.2. Mise en évidence d'une anisotropie uniaxiale induite par la modulation ……88
C.3.3. Rotation de l'axe d'anisotropie ……89

C.3.4. Influence des paramètres de la modulation ……...90
C.4. Détermination du champ d'anisotropie ……....91
C.4.1. Le champ de saturation ……91
C.4.2 Ajustement à une parabole à de bas champs ……92
C.4.3. Les courbes d'AMR pour les solutions numériques ……..93
C.5. Mesures angulaires ……..……...……...95
C.5.1. Comportement théorique ……..……95
C.5.2. Confirmation de la présence d'une anisotropie uniaxiale ……96
C.6. Evolution du champ d'anisotropie …….....98
C.6.1. Dispositifs à géométrie longitudinale …….……...98
C.6.2. Dispositifs à géométrie transverse ……99
D. Application à un capteur à effet Hall planaire bidimensionnel……...…….. 101
D.1. Le principe……...…….. 103
D.2. Réalisation…….. 104
D.3. Résultats……. 105
E. Conclusions du chapitre……..…….. 109
F. Références……..... 110

Chapitre 4. Contrôle d'une paroi de domaines ……115

A. Introduction …….……..……... 117
B. Réalisation des dispositifs ……..... 118
B.1. Principe du dispositif …… 118
B.2. Structures vannes de spin …….. 119
B.2.1. Composition ……..... 119
B.2.2. Propriétés magnétiques et de transport …….. 120
B.3. Fabrication des dispositifs ……..…….. 120
B.3.1. Présentation et choix du procédé …….…….……...120
B.3.2. Réalisation de motifs sur la résine …….…..121
B.3.3. Réalisation du masque ……122
B.3.4. Transfert du motif dans la structure multicouche ……...…123
B.4. Prise de contacts ……124
B.5. Résume du procédé de réalisation ……. 125
C. Modélisation de la paroi ……...……126
C.1. Présentation du système …….....126
C.2. Résultats ……..……127
C.2.1. Types de paroi et configurations à l'équilibre ……127
C.2.2. Evolution des configurations …….……..129
C.2.3. Résumé de résultats ……131
D. Observation …….……. 132
D.1. Détection de la paroi ……..132
D.2. Nature stochastique …….…...134
D.2.1. Mise en évidence d'une nature stochastique …….…..134
D.2.2. Analyse statistique …….....135
D.3. Injection indirecte ……..137
E. Asymétrie ……..……..……...139
E.1. Mise en évidence d'une asymétrie …….……139

E.2. Asymétrie pour un blocage dans la constriction ……..……...140
E.3. Influence de la couche dure ……....141
E.3.1. Origine …….…141
E.3.2. Influence du champ dipolaire sur la configuration de la paroi ……..……..142
E.3.3. Influence du champ dipolaire sur l'évolution des configurations ……...143
E.3.4. Evolution temporelle des dispositifs ……..……145
F. Dynamique …… ……..... 147
F.1. Fluctuations des champs de dépiégeage: l'activation thermique ……147
F.2. Mesures de relaxation …….....148
F.2.1. Principe de la mesure ……...148
F.2.2. Méthode expérimentale ……148
F.3. Résultats …….....…149
F.3.1. Présence de deux types de parois …….…149
F.3.2. Présence de plusieurs types de parois. …….151
F.3.3. Présence d'une seule paroi ……...…152
G. Conclusions …….……..157
H. Références ……...……..…158

Chapitre 5. Conclusions et perspectives ……...161

A. Substrats à topologie modulée – contrôle de l'anisotropie ……...…163
A.1. Utilisation dans des dispositifs à électronique de spin ……..163
A.2. Poursuite de la réalisation de capteur à effet Hall 2D ……163
A.3. Vers les anisotropies d'ordre supérieur ……..…164
B. Contrôle de parois de domaines dans des nanofils ……..…164
B.1. Mesure en température ……...……...164
B.2. Aimantation perpendiculaire ……..165
B.3. Matériaux à aimantation réduite …….…165
B.4. Transfert de spin …….…165
C. Nanostructures magnétiques ……..166
C.1. Configuration d'aimantation dans des nanostructures individuelles ……..166
C.2. Configuration d'aimantation dans des nanostructures en interaction …….…168

Chapitre 1

Introduction

A. Introduction.

Ces vingt dernières années de recherches en physique du solide ont permis des avancées considérables dans la croissance et l'étude de couches minces, multicouches et nanostructures magnétiques. Les configurations magnétiques, les processus de retournement de l'aimantation, la dynamique de l'aimantation qui avaient été étudiés intensivement par le passé dans le cas des matériaux massifs, sont aujourd'hui revisités expérimentalement pour des objets magnétiques de dimension réduite inférieure au micron.

En effet, avec les récents progrès faits dans les techniques de nano-fabrication, les dimensions des objets magnétiques réalisables peuvent désormais être amenées à une échelle nanométrique, où la taille et le nombre des domaines magnétiques deviennent contrôlables. De nouvelles propriétés, intéressantes d'un point de vue tant fondamental qu'appliqué, sont attendues lorsque ces dimensions deviennent comparables aux longueurs d'échelle caractéristiques du magnétisme (taille de domaines, la dizaine de micromètres ; largeur de parois, la dizaine de nanomètres). Une réduction de taille latérale a pour effet une redistribution des rôles joués par les différentes énergies contrôlant le comportement magnétique (énergies d'échange, d'anisotropie et magnétostatique). Elle peut conduire à des états fondamentaux et à des processus de retournement de l'aimantation totalement différents de ceux rencontrés dans les matériaux massifs et les films minces.

Ces études micromagnétiques sont menées en parallèles de celles qui ont pour objet la mesure de la résistance électrique lorsqu'un tel nano-objet est traversé par un courant électrique. Différentes architectures peuvent alors être utilisées pour faire des mesures d'anisotropie de magnétorésistance (AMR), d'effet Hall extraordinaire (EHE), d'effet Hall planaire (EHP), de magnétorésistance géante (GMR) et de magnétorésistance tunnel (TMR). Dans ce cas, la mesure de la résistance peut être utilisée en tant que sonde de l'état magnétique, comme c'est le cas dans les MRAM par exemple, permettant notamment de déterminer la présence de parois de domaines.

L'acquisition d'un système de lithographie électronique dans la centrale de Micro et Nanotechnologie Lorraine, MiNaLor, en début d'année 2004 fut le point de départ de mon travail de thèse. Avec son microscope électronique à cathode chaude JEOL 6500F et son système de contrôle RAITH ELPHY, nous avons montré dans le cadre de la thèse que la résolution latérale permet de transférer par gravure ou par *lift-off* des motifs de dimensions comparables aux longueurs d'échelle caractéristiques du magnétisme. Cette démonstration nous a permis d'adresser deux thématiques tout au long de ce travail de thèse : l'anisotropie magnétique induite par une pré-structuration de la surface et le contrôle d'une paroi dans une piste sub-micronique.

B. Anisotropie magnétique induite par une pré-structuration de la surface.

Un bon contrôle des propriétés magnétiques des couches est essentiel pour les études de transport dépendant du spin. En effet, la simple détermination de la magnétorésistance repose sur la possibilité de réaliser les configurations parallèle et antiparallèle des aimantations. Si ce contrôle des propriétés magnétiques est essentiel pour nos études fondamentales de transport dépendant du spin, elle l'est encore plus pour la réalisation de capteurs magnétiques. En effet, la sensibilité d'un capteur magnétique linéaire est directement liée à l'anisotropie magnétique de la couche sensible. La réversibilité du capteur requiert également une absence complète d'hystérésis et des configurations magnétiques bien définies, généralement monodomaines.

Plusieurs façons d'obtenir une anisotropie contrôlée ont été utilisées par le passé. Le dépôt sous champ des couches polycristallines est la manière la plus répandue d'induire une anisotropie magnétique bien contrôlée. Des effets analogues peuvent être obtenus par recuit sous champ après croissance. L'anisotropie des couches épitaxiées, dominée par l'anisotropie magnéto-cristalline, est affectée principalement par la structure mais peut être également sensible à l'anisotropie de contraintes ou de défauts. Même dans les couches amorphes, il est possible d'induire une anisotropie grâce à la géométrie du dépôt. Enfin, le couplage à un autre matériau possédant lui-même une anisotropie, par exemple un antiferromagnétique, est une autre voie d'induire et de contrôler une anisotropie magnétique.

Toutes ces anisotropies sont liées directement ou indirectement à la microstructure. Néanmoins, il est également possible d'obtenir des anisotropies magnétostatiques soit en conservant une géométrie de film par une *rugosité* anisotrope, soit en diminuant une dimension latérale (anisotropie dite de forme). Dans l'approximation d'une aimantation uniforme, valable si les périodes de modulations sont inférieures aux longueurs d'échange, l'anisotropie magnétostatique est purement uniaxiale. Si ce n'est l'anisotropie de forme définie éléments par éléments par des techniques de lithographie, toutes ces méthodes de contrôle de l'anisotropie s'appliquent à la totalité de l'échantillon de façon plus ou moins homogène. Pourtant, il est particulièrement intéressant d'intégrer dans un même capteur de façon monolithique des détections dans des directions différentes, ce qui nécessite une variation locale de l'anisotropie magnétique. Dans notre étude, nous avons recherché une méthode qui permette un contrôle local de l'anisotropie. Cette dernière doit pouvoir être modulée spatialement à la fois en intensité et en direction. Elle doit être versatile, facile à mettre en œuvre sans bloquer pour autant l'architecture de la multicouche. Parmi les exemples évoqués ci-dessus, la seule solution repose sur l'utilisation de l'anisotropie induite par la forme de la multicouche magnétique.

Nous proposons de développer une nouvelle approche en préstructurant le substrat sous forme de bandes. Le substrat de départ est composé de Si et à l'aide de la lithographie électronique et de la gravure ionique, nous allons transférer ce motif dans le substrat de Si. D'un point de vue magnétostatique, la technique est donc analogue à celle des couches déposées sur substrat vicinal avec l'avantage de pouvoir moduler spatialement la direction et l'intensité de l'anisotropie.

Nous avons ainsi étudié les propriétés magnétiques de couches de FeNi déposées sur des substrats de silicium dont la surface a été préalablement structurée par lithographie électronique et gravure ionique.

C. Contrôle d'une paroi de domaines dans une piste submicronique.

Une paroi magnétique entre deux domaines magnétiques dans une piste sub-micrométrique est par nature un nano-objet de dimensions déterminées par une longueur d'échange, la largeur de la piste et l'épaisseur du film ferromagnétique. Ce nano-objet est manipulable en tant que tel grâce à un champ magnétique ou à un courant parcourant la piste. La forme de la piste peut alors être utilisée pour influencer sa propagation. Les propriétés de ces nano-objets soulèvent encore bien des questions tant en ce qui concerne leur propagation (vitesse de propagation, changement de nature de la paroi, influence des défauts…) que leur interaction avec un courant polarisé en spin (magnétorésistance de paroi, couple dû au transfert de spin, cohérence…). Ces études sont en partie motivées par des applications potentielles dans le domaine du stockage magnétique de l'information ou de la logique magnétique.

Les études dans ce domaine se sont multipliées ces dernières années et il faut admettre que dans un premier temps elles ont posé plus de questions qu'apporté de réponses! Dans le cadre de cette thèse, je me suis particulièrement intéressé au dépiégeage d'une paroi d'une constriction présente dans une piste. La compréhension des phénomènes de dépiégeage est importante puisque la présence de défauts le long d'une piste va quasi inexorablement influencer la propagation. Un aspect important est le caractère stochastique de ce dépiégeage. Une analyse précise du phénomène doit reposer sur l'analyse statistique d'un grand nombre de mesures individuelles. Comme expliqué plus bas, les mesures de magnéto-transport sont un des seuls moyens d'avoir accès à une telle information.

D. Mesure d'une nanostructure unique.

Dans le cadre de mon travail de thèse, j'ai donc été amené à faire des mesures sur des petits objets magnétiques. En ce qui concerne les parois de domaines, cela paraît évident : c'est intrinsèquement un nano-objet ; en ce qui concerne les anisotropies définies par pré-structuration des substrats, cela provient du choix des surfaces préstructurées de dimensions limitées par les champs d'écriture de la lithographie électronique.

La mesure des propriétés magnétiques de ces objets est alors au cœur même de ce travail de thèse et des choix ont dus être faits.

D.1. Magnétométrie "classique" : (SQUID, susceptométrie, VSM…)

Lorsque l'on parle de mesure des propriétés magnétiques de films minces, on pense dans un premier temps aux mesures de magnétométrie classique. Ces dernières ont été largement éprouvées et l'interprétation des mesures est directe. Cependant, le signal de mesure dans ces techniques est proportionnel au volume magnétique de l'échantillon ce qui pose un problème de résolution pour la mesure d'une nanostructure unique. Plusieurs millions d'objet sont alors mesurés en même temps ce qui pose le problème de la distribution des propriétés intrinsèques de chaque nanostructure. Etant donné que nous voulons avoir accès aux propriétés de paroi unique, ces méthodes n'ont pas été considérées.

D.2. Mesures locales et imagerie.

Afin de mesurer des nanostructures uniques pour accéder aux propriétés intrinsèques, il faut alors se concentrer sur l'utilisation de techniques de mesures locales. Un moyen d'accéder aux propriétés locales consiste à faire de l'imagerie. Plusieurs techniques étaient utilisables dans le champ des collaborations de l'équipe nanomagnétisme et électronique de spin :

Microscopie Kerr. L'utilisation de la microscopie Kerr permet d'obtenir avec beaucoup de souplesse la configuration d'aimantation dans des échantillons peu épais. Il est alors possible de faire des études en température, sous champ magnétique avec des vitesses d'acquisition très grandes. Le seul inconvénient de cette technique est la résolution limitée par l'utilisation d'une lumière dans le domaine visible. S'il est possible de localiser une paroi de domaines, il n'est pas possible d'accéder à sa nature (vortex ou transverse). La mesure de la configuration d'aimantation est directe.

Microscopie à Force Magnétique (MFM). L'utilisation de la microscopie à force magnétique permet de palier à ce manque de résolution. Mais dans ce cas, les champs magnétiques appliqués sont souvent limités mais par-dessus tout, il y a souvent une influence non négligeable de la pointe sur la configuration en domaines. Cette interaction pointe-échantillon est à la base même de la mesure. Il se trouve alors que les observations sont altérées et les configurations mesurées ne reflètent pas la réalité. De plus, l'acquisition des données est lente, ce qui limite les mesures de statistiques. La mesure de la configuration d'aimantation est indirecte. Le MFM pourra cependant être utilisé comme technique de caractérisation complémentaire.

X-PEEM. Cette technique, qui repose sur le dichroïsme dans les matériaux magnétiques, offre une résolution actuelle de la vingtaine de nanomètres avec un atout considérable qui est la sélectivité chimique. Cependant, l'accès au rayonnement synchrotron limite le temps de faisceau et de plus, l'imagerie doit être fait sans champ magnétique appliqué. Enfin, l'acquisition des données est lente ce qui limite les mesures de statistiques. La mesure de la configuration d'aimantation est directe.

Nous voyons avec cette liste non exhaustive de techniques d'imagerie qu'à elles seules, elles ne permettent pas de faire une étude de la statistique intrinsèque du renversement de l'aimantation dans des nanostructures. Il nous faut utiliser une technique rapide, versatile permettant des mesures sous champ magnétique, avec une grande sensibilité pour permettre la mesure de petits objets.

Notre choix s'est porté sur l'utilisation de l'anisotropie de magnétorésistance (AMR) et de la magnétorésistance géante (GMR). La mesure de la résistance peut être utilisée en tant que sonde de l'état magnétique et permet soit de regarder le renversement d'une couche magnétique unique (AMR), soit de regarder la propagation d'une paroi dans une valve de spin ou la couche magnétique de référence est monodomaine. Dans ce cas, nous avons toute la souplesse de l'utilisation d'une mesure électrique, rapide, sous champ, en température. Cependant, la prise de contacts électriques au plus près de la nanostructure rend le procédé d'élaboration encore plus complexe et la mesure des configurations magnétiques passe par la modélisation de la réponse électrique. C'est donc une mesure indirecte du renversement de la nanostructure.

E. Objectifs de la thèse et organisation du manuscrit.

Mon travail de thèse est donc divisé en deux parties essentielles. La première consiste en l'étude de la modification de l'anisotropie d'une couche magnétique déposée par pulvérisation cathodique en préstructurant le substrat. La seconde partie importante de mon travail est dédiée à l'étude du blocage et déblocage de parois de domaines magnétiques dans des constrictions réalisées dans des films submicroniques. Ce mémoire est organisé de la manière suivante.

Je présente dans le **Chapitre 2** l'ensemble des techniques expérimentales qui ont été mises en œuvre et optimisées afin de réaliser les nanostructures étudiées dans le cadre de mon travail de thèse. Cette partie a pris une grande place dans le développement de mon travail de thèse. En effet, ce travail de thèse est le premier à être mené au Laboratoire de Physique des Matériaux sur le système de lithographie électronique de la centrale de Micro et Nanotechnologie Lorraine, MiNaLor. Un ensemble d'optimisations a donc été nécessaire.

Le **Chapitre 3** est entièrement consacré à l'influence de la nanostructuration d'un substrat sur l'anisotropie magnétique développée dans une couche magnétique. Je présente dans un premier temps les étapes nécessaires à la nanostructuration de la surface et aux prises de contacts électriques sur la couche mince. Je démontre ensuite l'effet de la nanostructuration sur les propriétés magnétiques. A la lecture du chapitre 3, il apparaît que la rotation de 90° de l'axe de facile aimantation d'un film mince a été obtenue et qu'il est possible, sur un même substrat, de définir localement n'importe quelle direction de facile aimantation. L'intensité de l'anisotropie a ensuite pu être contrôlée en modifiant les profondeurs de la modulation ou la période de la modulation. Les mesures d'AMR en angle ont ensuite permis une détermination quantitative de la constante d'anisotropie et il apparaît qu'une variation linéaire de la constante d'anisotropie est obtenue en fonction de la profondeur de gravure pour une période donnée. En point d'orgue de ce chapitre, un capteur bidimensionnel à effet Hall planaire a été élaboré et les premières mesures rapportées.

Le **Chapitre 4** est entièrement consacré à l'étude de la propagation d'une paroi de domaines dans un nanofils contenant une constriction. Je présente dans un premier temps les étapes nécessaires à la nanostructuration des fils et aux prises de contacts électriques sur le fils. Je démontre ensuite le piégeage et le dépiégeage d'une paroi sur la constriction. Des études statistiques montrent que ces piégeages et dépiégeages ont des structures complexes en champ et dépendent de la configuration de la valve de spin : le dépiégeage lors du passage de l'état parallèle de la spinvalve à l'état antiparallèle n'a pas la même statistique que lors du passage de l'état antiparallèle de la spinvalve à l'état parallèle. Ceci montre pour la première fois l'influence de la couche de référence d'une vanne de spin sur le piégeage et dépiégeage d'une paroi dans une constriction. Ensuite, les études de dynamique de dépiégeage montrent que différents modes de dépiégeage peuvent apparaître avec le passage par des états intermédiaires. L'ensemble de ces analyses est supporté par des calculs micromagnétiques démontrant les états possibles du système

Le **Chapitre 5** donne une vue des perspectives issues de ce travail de thèse ainsi que des thématiques parallèles qui ont été abordées ces 4 dernières années à l'aide des optimisations de mon travail.

Chapitre 2

Réalisation des Nanostructures

A. Introduction.

A l'échelle micrométrique les matériaux présentent la plupart du temps les mêmes propriétés physiques qu'à l'échelle macroscopique. En revanche, à l'échelle nanométrique les matériaux peuvent présenter des propriétés physiques typiquement différentes de celle du volume. Afin d'explorer des nouvelles propriétés et des nouveaux phénomènes physiques ainsi que d'envisager des applications potentielles des nanostructures et des matériaux, la capacité de fabriquer et de développer des nanomatériaux constitue la pierre angulaire en nanotechnologie.

Les matériaux nanostructures sont ceux possédant au moins une de ses dimensions de la taille des nanomètres : nanorods, clusters, nanofils, couches minces et ultraminces, des matériaux composés de nanostructures, etc. Afin de fabriquer ces nanostructures et nanomatériaux, plusieurs technologies ont été explorées. Ces approches techniques peuvent être groupées en plusieurs manières: selon les médias de croissance (croissance en phase vapeur, liquide ou solide; croissance hybride), selon la forme du produit qui en résulte (particules colloïdales, fils, couche minces, particules auto-assemblées). Toutefois, la façon la plus habituelle de grouper les techniques de fabrication est celle considérant les approches dites *top-down* et *bottom-up*. L'approche *bottom-up* fait allusion à l'édification d'un matériau à partir d'unités élémentaires : atome par atome, molécule par molécule, ou agglomérat par agglomérat. En revanche dans l'approche *top-down*, allant du plus grand au plus petit, les nanostructures sont réalisées par une succession d'étapes technologiques issues de la microélectronique. Parmi ces dernières l'on trouve la lithographie électronique ou lithographie par faisceau d'électrons. La lithographie par faisceau d'électrons est la technique la plus souvent employée pour fabriquer des dispositifs dont la taille est inférieure à 100nm. Ainsi, dans l'une des résines dont l'utilisation est très répandue, le PMMA, des motifs ayant des dimensions inferieures à 30nm son couramment obtenus avec une bonne reproductibilité [1]. En même temps, des résolutions aussi petites que 3-5nm ont été obtenues dans des couches de PMMA d'épaisseur égale à 150 nm [2]. La lithographie électronique est une technique d'une grande souplesse qui permet de réaliser des motifs de géométrie diverse avec une haute résolution. L'alignement de différents niveaux de lithographie les uns par rapport aux autres rend possible l'élaboration de dispositifs complets. En plus la lithographie électronique est une technique très versatile, et donc particulièrement adaptée aux besoins de la recherche.

La fabrication de dispositifs étudiés au cours de ce travail se thèse repose sur l'utilisation de la lithographie électronique.

Ce chapitre est consacré à la présentation de la procédure de fabrication des nanostructures. Dans un premier temps le principe de la lithographie par faisceau d'électrons est présenté. Les différentes techniques de transfert des motifs sont ensuite abordées. Finalement, la mise en œuvre de l'exposition ainsi que son optimisation sont détaillées.

B. La lithographie par faisceau d'électrons.

Cette section est dédiée à la présentation du principe de la technique de lithographie électronique ainsi qu'au système de lithographie utilisé au Laboratoire de Physique des Matériaux. La mise en place de cette technique pour la réalisation de nanostructures dans une résine organique est ensuite abordée.

B.1. Principe.

La lithographie par faisceau d'électrons consiste à irradier localement un matériau électro-sensible à l'aide d'un faisceau d'électrons finement localisé. Ce matériau, généralement déposé en couche mince sur un substrat, désigné usuellement par le terme résine, constitue le support de l'écriture électronique.

L'irradiation de la résine provoque des modifications chimiques au sein du matériau. Ces modifications sont à l'origine de l'apparition de différences de solubilité ou de vitesse d'attaque chimique entre les parties intactes et les parties irradiées de la résine. Cette "image latente" créée dans la résine peut donc être révélée par attaque ou dissolution des parties irradiées (Fig. 2.1.) On parle de résine positive dans les cas où les zones insolées sont solubilisées et de résine négative dans le cas inverse où les zones insolées sont durcies et donc conservées.

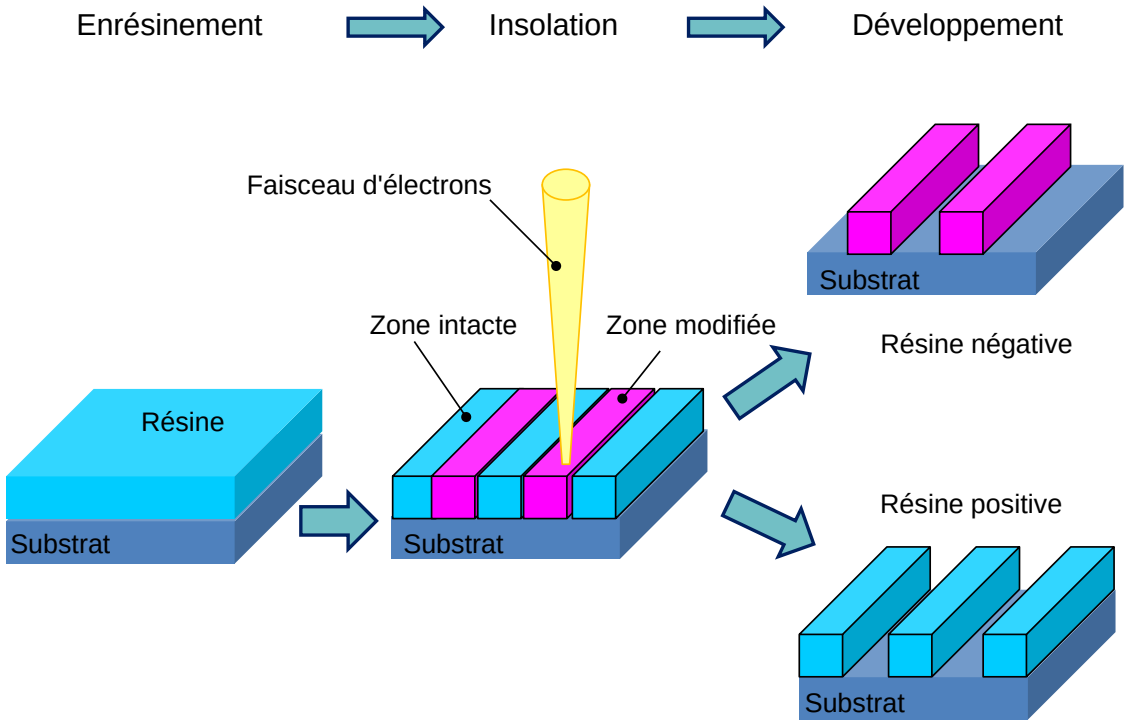


Fig. 2.1. Schéma représentant le principe de la lithographie par faisceau d'électrons (ou lithographie électronique). Un faisceau d'électrons finement localisé est utilisé pour écrire directement des motifs dans une fine couche de résine pré-déposée sur le substrat.

B.2. La lithographie électronique dans une résine organique.

B.2.1. Les résines organiques.

Une résine organique est généralement composée d'un polymère dissout dans un solvant. Un polymère est un matériau composé de chaînes linéaires, appelées macromolécules, formées de la répétition de groupes chimiques simples, qualifiés des monomères, reliés entre eux par des liaisons covalentes (Fig. 2.2). La masse molaire d'une macromolécule i formée par ni unités est :

$$M_i = n_i \bullet M_0 \qquad (2.1)$$

où M_0 est la masse molaire de l'unité constitutive.

Le polymère peut être caractérisé par la distribution en taille ou en masse molaire des chaînes constituant le matériau. De cette façon, il est possible de définir le poids moléculaire Mn :

$$M_n = \frac{\sum_i M_i N_i}{\sum_i N_i} \qquad (2.2)$$

où Mi représente la masse molaire d'une chaîne i et Ni le nombre de ces chaînes.

La cohésion de polymères est due à deux types de liaisons : les liaisons covalentes (fortes) qui forment le squelette des longues chaînes carbonées, et aux liaisons du type Van der Waals qui relient ces chaînes moléculaires entre elles (Fig. 2.2). Ces dernières représentent l'interaction la plus faible mais jouent un rôle important car ce sont les plus nombreuses.

Les propriétés physiques et chimiques du polymère (sans solvant) dépendent des caractéristiques des macromolécules [3]. La nature des liaisons C-C du squelette de la chaîne détermine sa raideur rhéologique et affecte ses propriétés physiques (propriétés mécaniques et thermodynamiques), alors que la nature des groupes latéraux de la macromolécule détermine ses propriétés chimiques (adhésion, résistance chimique). Le solvant dans lequel est dissout le polymère est choisi en fonction de son interaction avec le polymère, son caractère volatile et sa toxicité, de manière à obtenir une résine formant un film mince, uniforme et de caractéristiques reproductibles. Ce solvant, souvent organique, est partiellement évacué de la couche pendant l'étape d'enduction, puis définitivement à travers un recuit.

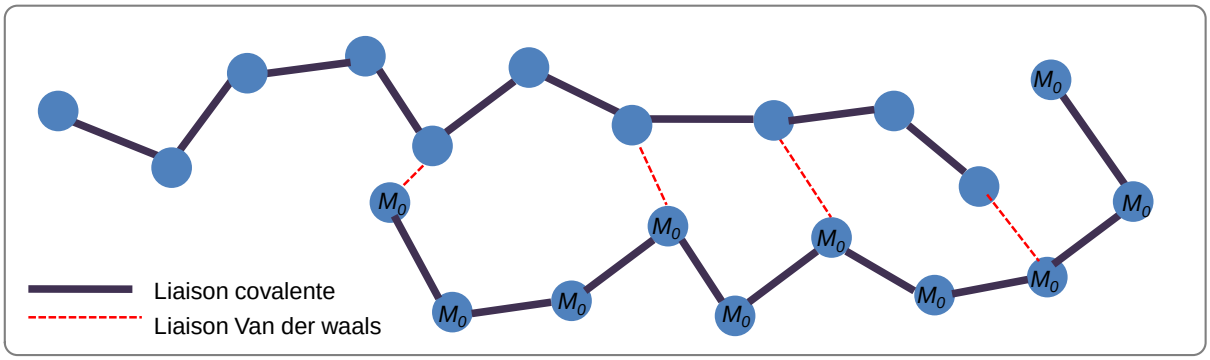


Fig. 2.2. Représentation schématique d'un polymère montrant les interactions entre les monomères dont il est constitué.

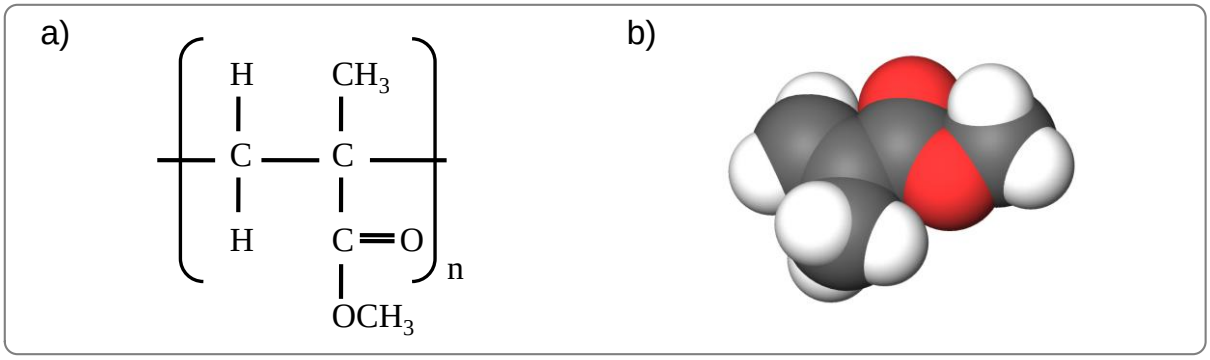


Fig. 2.3. a) Formule chimique du MethylMethaCrylate (MMA). b) Structure 3D du monomère

La résine PMMA.

Le Poly(MéthylMéthaCrylate) (PMMA) est resté, depuis les premiers développements de la lithographie électronique [4,5], la résine organique la plus utilisée et la plus connue par sa haute résolution intrinsèque. Son monomère constitutif est le MMA (Fig. 2.3). En plus d'être sensible aux électrons, la résine PMMA peut être aussi utilisée en photolithographie (DUV) et en lithographie par rayons X. Elle est très stable, très peu sensible à la lumière du jour et adhère parfaitement à de nombreux substrats. Par contre, elle a une faible résistance mécanique et, comme beaucoup de polymères hydrocarbonés, elle ne résiste pas bien aux environnements plasma.

B.2.2. Dépôt de la résine.

La première étape de la lithographie électronique consiste à revêtir la surface du substrat d'une couche mince de résine. Afin de minimiser toute contamination possible, l'éduction est faite en salle blanche (taux de poussières contrôlé). L'obtention de couches minces de résines organiques en solution par centrifugation à l'aide d'une tournette (dispositif tournant à grande vitesse) est une technique simple largement répandue. Une couche épaisse de solution est déposée sur le substrat préalablement placé sur la tournette. Lors de la rotation, la solution est étalée radialement vers l'extérieur. Pendant que la couche de solution s'amincit, l'évaporation du dissolvant fait augmenter la concentration des solides, ce qui entraine une plus grande viscosité et, finalement, la formation d'un film solide [6]. Cette technique permet un étalement uniforme de la résine, sans microbulles d'air incluses.

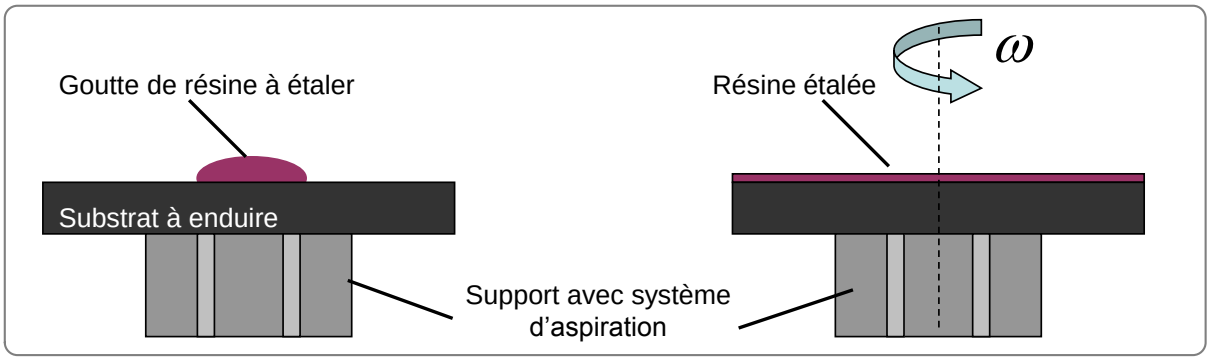


Fig. 2.4. Schéma représentant l'étape d'enduction de la résine. L'enrésinement est effectué par centrifugation à l'aide d'une tournette.

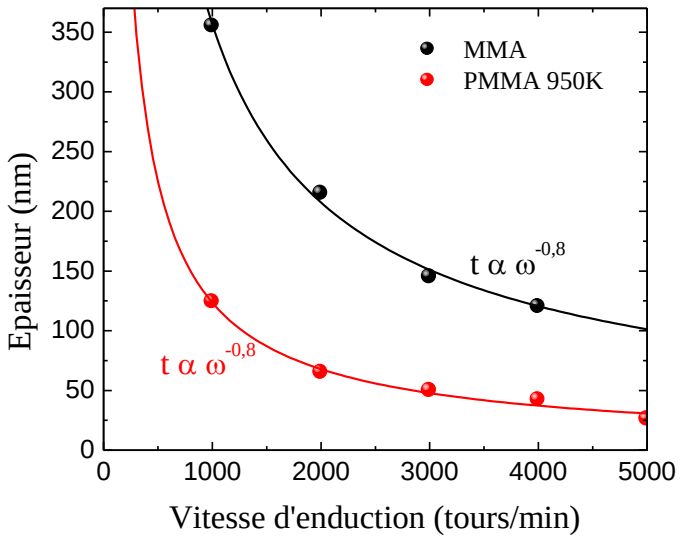


Fig. 2.5. Courbe montrant l'épaisseur de la résine (en nanomètres) en fonction de la vitesse de rotation d'enduction.

L'épaisseur *t* de la couche obtenue dépend des propriétés du polymère, de la concentration de la résine et des conditions du dépôt par centrifugation. Cette épaisseur peut être exprimée d'une façon approximative par :

$$t = \frac{KC^{\beta}}{\omega^{\alpha}} \qquad (2.3)$$

où C représente la concentration de la résine, ω la vitesse de rotation, et K, α et β sont des constantes déterminées expérimentalement.

Dans la pratique, les valeurs de l'accélération et du temps restent fixes, de sorte que l'épaisseur de la résine dépende uniquement de la vitesse de rotation. Une accélération de 1000 tr/min/s ainsi qu'un temps de 30 s ont été utilisés pour toutes les enductions réalisées. Il faut pourtant tenir en compte que la vitesse de rotation maximale, fournie par la tournette utilisée, est 5000 tours/min, ce qui impose une limite à l'épaisseur de la couche de PMMA qui peut être obtenue, étant celle-ci autour des 25 nm. La Fig. 2.5 montre l'épaisseur obtenue en fonction de la vitesse de rotation pour deux résines avec différentes compositions. Ces résultats ont été obtenus sur la tournette du CC Minalor (capot fermé).

B.2.3. Recuit de la résine.

Un recuit de l'échantillon après l'enduction de la résine permettra d'évacuer entièrement le solvant dans laquelle elle est dissoute. En plus, il permet aussi de relaxer les contraintes accumulées dans le film, de diminuer la rugosité de la résine, et d'améliorer son adhésion au substrat. Les conditions de recuit utilisées pour les résines utilisées sont :

- Une durée égale à 60 minutes.
- Une température égale à 180°.

A ce stade, l'échantillon est prêt pour la lithographie.

B.2.4. Exposition au faisceau d'électrons.

Lors de l'exposition de la résine PMMA au faisceau d'électrons, des collisions inélastiques entre les électrons incidents et les atomes du polymère provoquent l'ionisation des molécules constituant le polymère et la formation de radicaux et d'espèces non chargées de faible poids moléculaire [7,8] (Fig. 2.6). Ces ionisations déclenchent une série de réactions chimiques dans la résine. L'énergie nécessaire pour amorcer ces réactions étant très faible, de l'ordre de 5eV [9], tous les électrons ayant une énergie supérieure, c'est-à-dire les électrons du faisceau primaire, les électrons rétrodiffusées et secondaires, peuvent engendrer les modifications chimiques provoquant l'exposition de la résine.

Ces réactions chimiques initiées dans le PMMA sont assez complexes et conduisent à deux phénomènes distincts selon la dose d'exposition :

- Scission des liaisons carbone-carbone de la chaîne principal pour les résines positives : diminution de la masse molaire moyenne des macromolécules ;

- Formation de liaisons carbone-carbone entre les macromolécules (pontage) : augmentation de la masse molaire moyenne des macromolécules.

En réalité, les deux phénomènes, scission et pontage, surviennent simultanément dans le PMMA. Le nombre d'électrons détermine alors lequel d'entre eux sera prépondérant.

La principale conséquence de l'exposition est une modification localisée du poids moléculaire de la résine qui sera relevée lors du développement. Toutefois, d'autres changements chimiques ayant un effet sur la vitesse de dissolution de la résine, surviennent lors de l'exposition : la scission d'une chaîne ne se produit pas directement, elle est provoquée par la disparition de ses groupes latéraux [7]. La perte de ces fragments volatiles laisse des vides dans la résine, augmentant sa porosité. C'est pourquoi le PMMA exposé, dont la porosité facilite la diffusion des molécules du développeur dans le polymère, se dissout plus rapidement qu'une résine PMMA du même poids moléculaire non exposée [3].

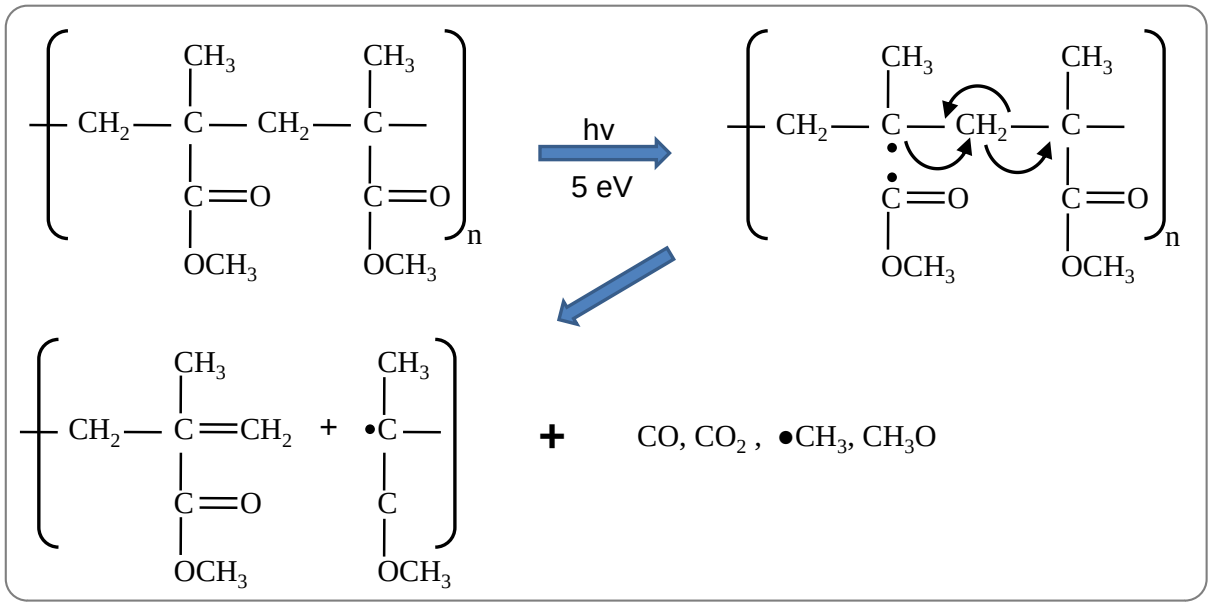


Fig. 2.6. Dégradation du PMMA.

Si le PMMA est fortement surexposé, ses portions non volatiles vont polymériser en formant un matériau robuste et insoluble. Ce matériau aura une épaisseur plus faible que la couche initiale en raison de la perte des portions volatiles des molécules [3].

Le paramètre fondamental mesurant le degré d'exposition de la résine est la densité d'énergie ε déposée exprimée en Jm^{-3}. En effet, cette grandeur est proportionnelle à la fraction de modifications induites par le faisceau d'électrons dans la résine. En un point d'impact, la répartition spatiale de cette quantité d'énergie absorbée par la résine est équivalente à celle de la diffusion électronique. Même si d'un point de vue expérimental ε est un paramètre difficilement accessible, il dépend essentiellement des paramètres pouvant être maitrisés tels que la densité des charges déposées (dose), l'énergie du faisceau et le coefficient de rétrodiffusion du substrat. Ces deux derniers facteurs étant fixés au début de la lithographie, la dose D est le paramètre qu'il reste à programmer en fonction de la résine (sensibilité), la taille et l'environnement du motif.

La dose D s'exprime généralement en Coulombs par m^2 ou encore $\mu C/m^2$ et définit la quantité de charges qui bombardent une surface unité de résine. Cette grandeur est facilement accessible à l'expérimentateur : elle repose sur la mesure du courant du faisceau d'électrons et sur la mesure du temps d'insolation en chaque point de la surface. Toutefois, le passage de la dose D, qui chiffre l'intensité du bombardement, à la densité d'énergie déposée ε, qui chiffre l'effet de ce bombardement dans la résine, n'est pas immédiat. Il passe en général par le calcul des sections efficaces de collisions élastiques et inélastiques des électrons avec les atomes de la résine et le suivi des trajectoires des électrons lors de leur pénétration dans la couche de résine et le substrat [10].

En lithographie électronique, il est possible de définir trois types de doses : dose surfacique, dose linéique et dose ponctuelle. Globalement ces doses expriment une densité de charges incidentes. Elles se calculent à partir du courant de la sonde électronique mesuré avec une cage de Faraday. Nous reviendrons sur ces types de dose ainsi que sur les paramètres de l'exposition dans le paragraphe B.5.

B.2.5. Développement.

La masse molaire finale des macromolécules de la résine dépend de la densité d'énergie qui y a été déposée lors de l'exposition au faisceau d'électrons. Le développement a pour but de révéler les variations de masse moléculaire du film de résine afin de différencier les zones exposées des zones non-exposées. Ceci est basé sur le principe que la solubilité d'un polymère dans un solvant, c'est-à-dire la vitesse de dissolution, dépend du poids moléculaire du polymère. En effet, les molécules du solvant devant s'infiltrer dans l'enchevêtrement des macromolécules pour dissoudre le polymère, leur action est d'autant plus facile que la longueur des macromolécules est petite (i.e. plus le poids moléculaire d'un polymère est faible plus sa vitesse de dissolution dans un solvant est rapide). Il est possible d'exprimer la vitesse de dissolution v de la résine en fonction de son poids moléculaire M_f par la relation empirique:

$$v = v_0 + \frac{\beta}{M_f^{\alpha}} \qquad (2.4)$$

où v_0 représente la vitesse de dissolution de la résine pour un poids moléculaire infini, α et β sont des constantes caractéristiques du polymère et du solvant, constantes déterminées expérimentalement [11,12].

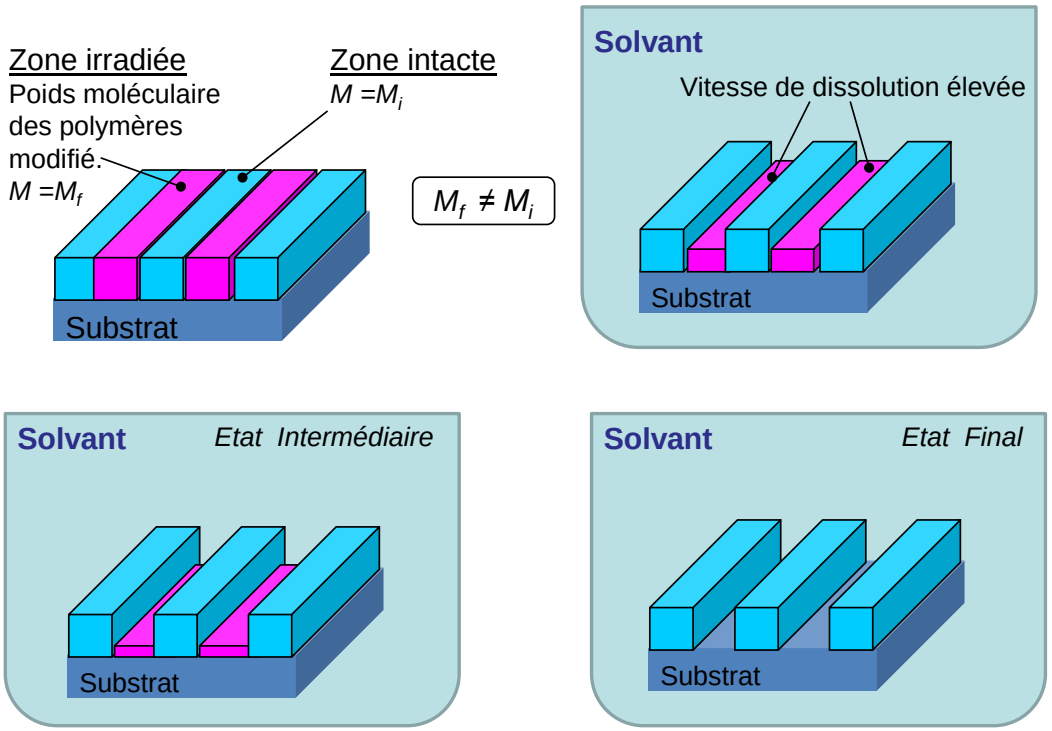


Fig. 2.7. Développement. La différence de poids moléculaire entre les parties irradiées et non irradiées de la résine entraîne une différence de vitesse de solubilité dans un solvant. Ceci se traduit par l'apparition d'un relief dans la couche de résine (i.e. le motif dessiné).

La différence de vitesse de dissolution du polymère dans le solvant, en fonction de la masse molaire des macromolécules, va se traduire par une variation de l'épaisseur du film de résine après développement par rapport à son épaisseur initiale. À la fin, les variations du poids moléculaire engendrées dans la résine lors de l'insolation se manifestent par une variation de la topographie de la surface. Le film de résine n'est plus continu, il définit un motif en relief.

Les conditions de développement (solvant, temps, température, agitation, etc.) doivent être choisies en fonction des conditions d'exposition afin qu'une faible différence d'exposition de la résine produise une grande variation dans la vitesse de dissolution.

Expérimentalement, il est possible de représenter une courbe, dite de contraste de la résine, qui relie les variations de l'épaisseur de la résine avant et après le développement avec la dose d'insolation (Fig. 2.8.). La sensibilité de la résine est définie comme le point où toute la résine a été enlevée. Idéalement, l'épaisseur du film décroît drastiquement à zéro à une dose critique D_1 (courbe bleue, Fig. 2.8.). Dans la pratique, l'épaisseur décroit graduellement (ligne rouge). Si D_1 représente la dose la plus grande pour laquelle l'épaisseur finale de résine n'est pas significativement différente de la valeur initiale de l'épaisseur avant l'insolation[a] et D_2 définit la dose pour laquelle la totalité du film a été dissout[b], on peut définir le contraste de la résine γ selon l'équation [13] :

$$\gamma = \frac{1}{|\log D_2 - \log D_1|} \qquad (2.5)$$

[a] Il s'agit, en réalité, de l'extrapolation de la partie linéaire de la courbe vers 100%.
[b] Encore une fois, il s'agit d'une extrapolation, dans ce cas vers le 0%.

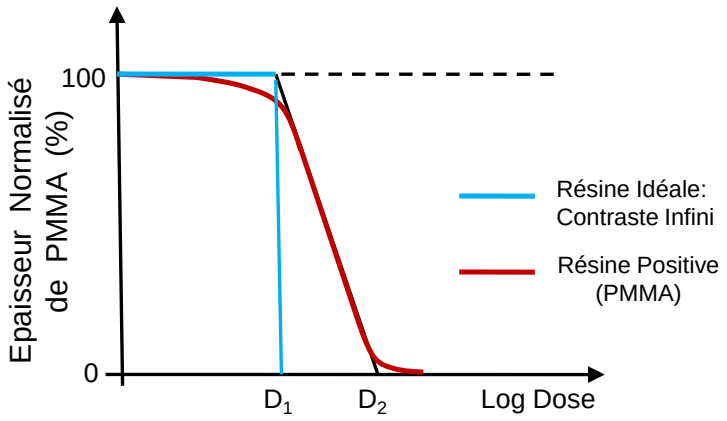


Fig. 2.8. Courbe de contraste d'une résine positive, représentant l'évolution de l'épaisseur (normalisé) de la résine après développement en fonction de la dose. Dans une résine idéale (ligne bleue) la sensibilité est définie par la dose limite D_1 au-delà de laquelle le polymère présente un poids moléculaire suffisamment faible pour être dissous. Dans un système réel (ligne rouge), la variation de la vitesse de révélation par rapport à la dose est une fonction continue. D_2 définit la dose à partir de laquelle l'épaisseur de la résine devient non mensurable et D_1 définit la dose à partir de laquelle l'épaisseur finale de résine est proche de l'épaisseur initialement déposée.

Plus le contraste est élevé, plus le développeur est capable de révéler une petite variation de dose dans la résine. Le contraste détermine, donc, la capacité de la résine à révéler des faibles écarts de poids moléculaire.

Dans le cadre de nos expériences, nous avons utilisé une solution basée sur un mélange de MIBK (Méthyle Isobutyl Cétone) et IPA (Isopropanol) dans les proportions 1 :3. Après l'exposition, l'échantillon est immergé dans cette solution pendant 60 s, puis il est rincé à l'isopropanol pendant 60 s et séché finalement à l'azote.

B.3. Description du système de lithographie utilisé.

On distingue deux grandes catégories de systèmes de lithographie électronique : D'une part, les systèmes exclusivement dédiés à la lithographie (i.e. le faisceau d'électrons est généré et piloté intégralement par le masqueur) et, d'autre part, les systèmes dits hybrides lesquels utilisent un microscope électronique à balayage (MEB) ou à transmission[c] (TEM) conventionnel associé à un système annexe de lithographie. Dans les systèmes hybrides, le faisceau d'électrons est généré par le microscope et son balayage est géré soit par le microscope, pour des observations, soit par le système annexe lors de la lithographie.

Dans les deux catégories citées, le faisceau d'électrons est généré à partir d'une source. Il est ensuite mis en forme à l'aide d'un système optique constitué de lentilles et de diaphragmes, puis balayé pour reproduire le motif sur l'échantillon. Dans la plupart des cas, le *spot* que l'on projette sur l'échantillon est la réduction d'une source dont on présume qu'elle a un profil obéissant à une loi de Gauss[d], on parle alors d'un faisceau Gaussien.

[c] Avec une plus grande énergie de faisceau disponible, 100-200 keV.
[d] Distribution gaussienne de la densité de courant, centrée sur le faisceau.

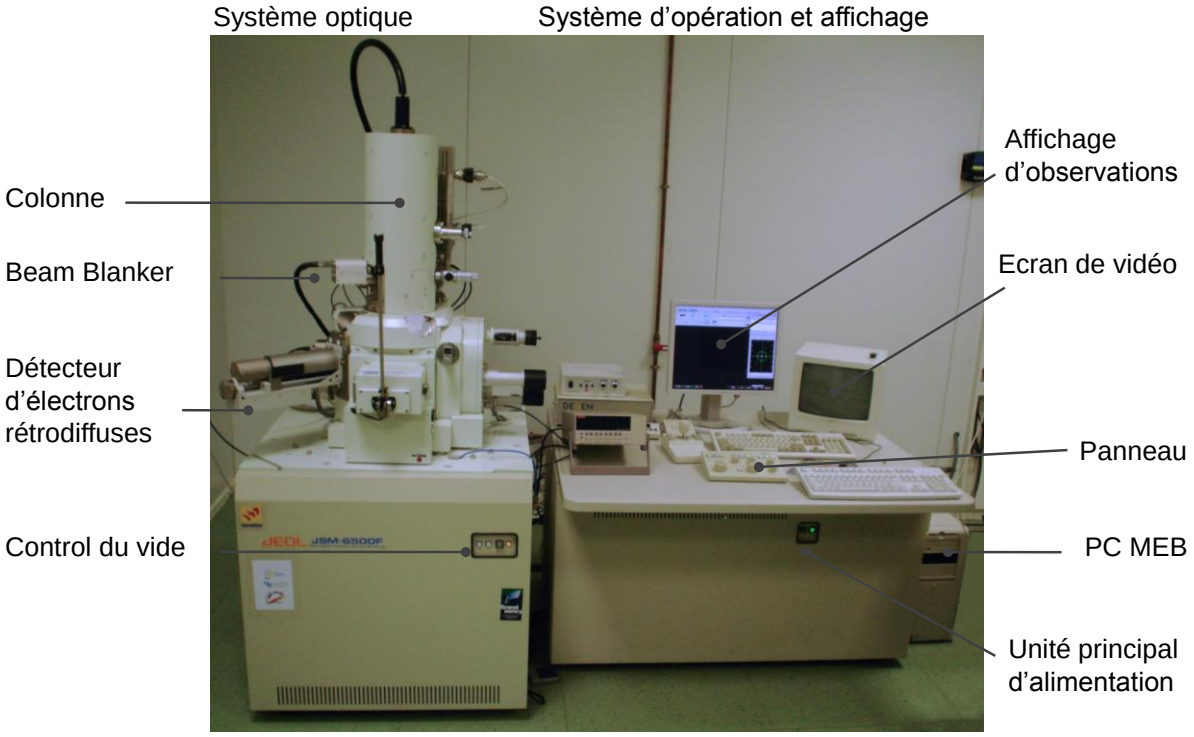


Fig. 2.9. Microscope électronique à balayage JSM-6500F de JEOL.

Le système de lithographie électronique utilisé au laboratoire est un système hybride, composé d'un microscope électronique à balayage JSM-6500F de JEOL, d'un module de pilotage du faisceau RAITH ELPHY Plus, ainsi que d'un module d'escamotage du faisceau d'électrons PCD Beam Blanker de DEBEN (Fig. 2.9).

L'utilisation du microscope pour la lithographie repose en partie sur ses capacités de fonctionnement en mode balayage. Lorsqu'il est utilisé pour l'imagerie, ce mode permet de balayer la surface de l'échantillon avec le faisceau d'électrons pour obtenir, en chacun des points de balayage, un signal provenant de l'interaction du faisceau avec l'échantillon.

Les différents détecteurs installés dans le microscope permettent de reconstituer point par point une image de l'échantillon, permettant donc l'observation et la mise au point des paramètres d'insolation. Le déplacement du faisceau sur la surface a lieu grâce à un ensemble de bobines électromagnétiques reparties le long de la colonne du microscope qui constituent « l'optique » du celui-ci.

B.3.1. Principales caractéristiques du microscope utilisé.

Le JSM-6500F est équipé d'une source à émission de champ assistée thermiquement (émetteur Schottky) travaillant avec une tension d'accélération de 1 à 30 kV. Le faisceau d'électrons fourni par cette source est très stable, ayant une gamme de courant de quelques pA jusqu'au 100 nA. Des résolutions 1.5 nm et 5.0 nm peuvent être obtenues à 15 kV et 1 kV respectivement. Les principales caractéristiques du JSM-6500F de JEOL sont présentées dans le tableau 2.1.

Source	Emission de champ thermique (Schottky)
Tension d'accélération	1 à 30 kV
Courant de sonde	1 pA à 100 nA
Résolution	1.5 nm à 15 kV 5.0 nm à 1 kV
Détecteurs	Electrons secondaires Electrons rétrodiffusés
Camera	
Grossissement	10 – 500 000 X
Déplacement XY	50 x 70 mm
Distance de travail	1.5 – 41 mm
Rotation	360°
Taille des échantillons	150 mm max.
Tilt	- 5° à 60°

Tableau 2.1. Principales caractéristiques du JSM-6500F de JEOL.

B.3.2. Les lentilles pour le faisceau d'électrons.

Les électrons peuvent être focalisés par des forces électrostatiques ou par des forces magnétiques. Bien que les lentilles électroniques se comportent de façon similaire aux lentilles optiques, on y trouve des différences. D'abord, à l'exception de quelques cas spéciaux, les lentilles d'électrons peuvent être faites seulement pour converger, non pas pour diverger le faisceau d'électrons. En outre, la qualité des lentilles d'électrons n'est pas aussi bonne que les lentilles optiques en termes d'aberration. La qualité, relativement inférieure des lentilles d'électrons, limite la taille de champ et l'angle de convergence (ou ouverture numérique) qui peuvent être employés. Les deux types d'aberrations critiques dans la lithographie par faisceau focalisé d'électrons sont les aberrations sphériques, où les zones externes de la lentille focalisent plus fortement que les zones intérieures, et les aberrations chromatiques, où les électrons d'énergies légèrement différentes sont focalisés dans des plans optiques différents.

B.3.3. Le beam blanker.

Dans un microscope électronique, l'émission d'électrons est continue. Il faut donc un mécanisme pour empêcher les électrons d'atteindre la résine électro-sensible dans les régions ne devant pas être exposées. Le dispositif ayant cette tâche est communément appelé beam blanker. L'escamotagee du faisceau d'électrons, c'est-à-dire, le fait d'allumer et d'éteindre le faisceau, est habituellement accompli en déviant le faisceau hors de l'axe central de la colonne à l'aide d'une paire de plaques, lesquelles constituent un simple déflecteur électrostatique.

[e] Blanking, *en anglais*.

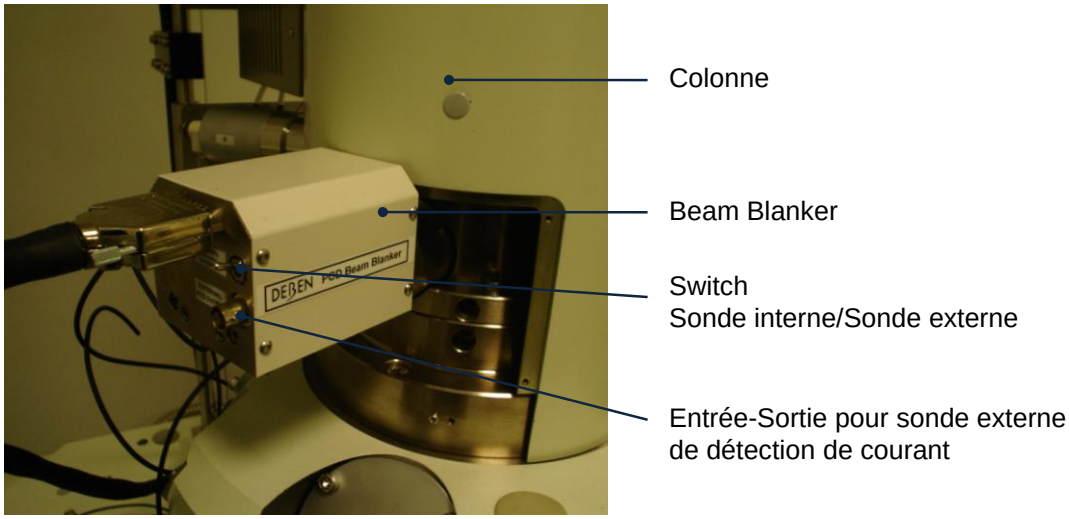


Fig. 2.10. Module d'escamotage du faisceau d'électrons PCD Beam Blanker de DEBEN.

Le PCD Beam Blanker de DEBEN (Fig. 2.10) est conçu pour fonctionner avec un faisceau d'électrons dans la gamme d'énergie de 0.5 kV à 40 kV, pouvant couper (ou allumer) le faisceau dans un temps de 50 ns typiquement [14].

B.3.4. La platine porte-échantillon.

L'exposition d'une très grande surface ne peut se faire sans dévier le faisceau au-delà des limites introduisant des erreurs intolérables, au détriment de la qualité des motifs (Fig. 2.11). Afin de réaliser des motifs de bonne qualité il faut donc réduire la surface exposée, appelé champ d'écriture (*writefield*, en anglais), de telle sorte que la variation de la taille de sonde, la déformation du motif exposé et la stabilité de positionnement du faisceau restent inférieures à un dixième de la taille minimal du motif dans toute la zone d'exposition. Pour cela, la taille du *writefield* ne doit pas excéder quelques millimètres. L'exposition de surfaces plus grandes s'effectue alors par la juxtaposition de plusieurs *writefields*.

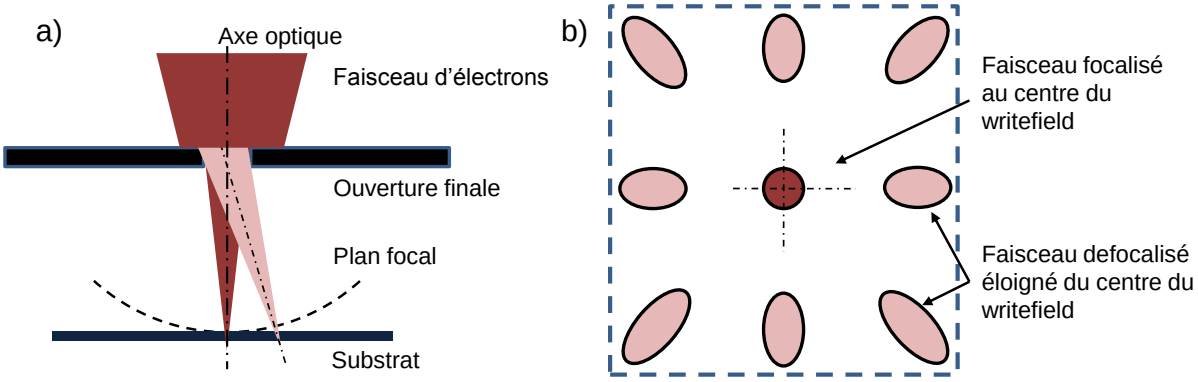


Fig. 2.11. Effets de la déflexion du faisceau lors de l'exposition d'une très grande surface. a) Le substrat ne se trouve plus dans le plan focal du faisceau. b) Variation de la taille et de la forme de la sonde lorsque le faisceau s'éloigne du centre du writefield.

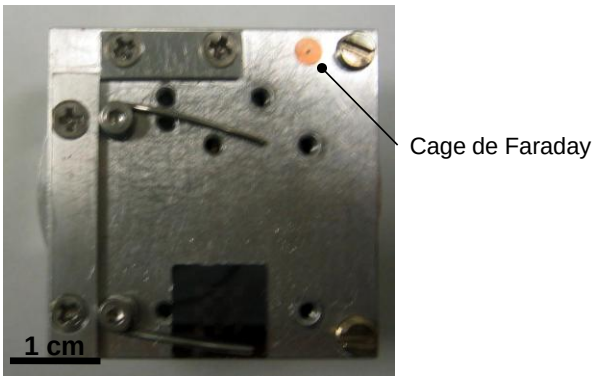


Fig. 2.12. Photo montrant la platine porte-échantillon utilisée. La cage de Faraday présente dans la platine permet de mesurer le courant afin d'ajuster les paramètres d'exposition.

Cette juxtaposition de plusieurs *writefields* introduit la nécessité de déplacer le substrat entre un writefield et un autre. Ce déplacement est réalisé à l'aide de la platine porte-échantillon (Fig. 2.12). Le *writefield* est donc insolé par la seule déflexion du faisceau d'électrons tandis que la platine porte-échantillon reste fixe. Ensuite, le faisceau est coupé par le *beam blanker* pendant que l'échantillon est déplacé pour permettre l'exposition du *writefield* adjacent. Cette opération est ainsi répétée jusqu'à ce que tout le substrat soit exposé. Si chaque *writefield* possède un motif indépendant des autres *writefields*, la précision du déplacement n'a pas de répercussions en ce qui concerne le motif lui même. Par contre, lorsque les *writefields* juxtaposés forment un motif global, il est impératif que le déplacement de l'échantillon soit précis et qu'il permette le raccord entre les différents *writefields*.

B.3.5. Le module de pilotage du faisceau.

Le pilote de lithographie est un ELPHY Plus de RAITH. Ce pilote est constitué d'un panneau électronique générateur du balayage et d'un logiciel d'opération (Fig. 2.13). Grâce aux deux DAC[f] de 16 bits, le générateur du balayage permet la conversion des données numériques de l'ordinateur en valeurs analogiques exploitables par le microscope et inversement (Fig. 2.14).

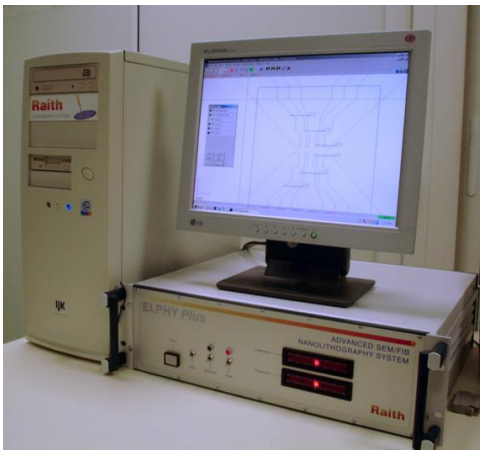


Fig. 2.13. Système de pilotage de lithographie Raith Elphy Plus.

[f] Digital-Analogic Converter (DAC), en anglais.

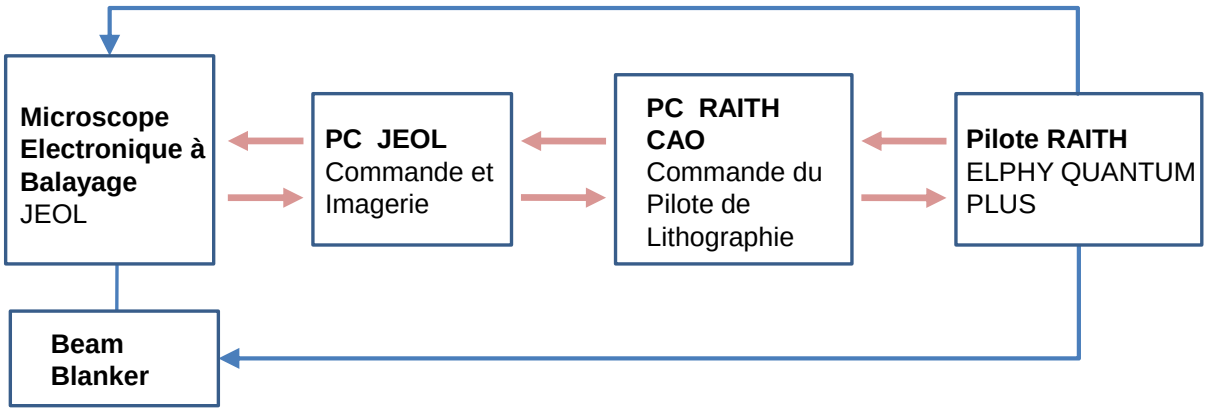


Fig. 2.14. Schéma représentant les interactions entre les différents modules de la lithographie électronique.

Ce périphérique est connecté en parallèle aux commandes des bobines du microscope électronique (Fig. 2.14). En pilotant les bobines de balayage on peut donc positionner le faisceau aux endroits à insoler. Il est aussi connecté à un *beam blanker*, qui permet de couper le faisceau à une vitesse maximale de 2 MHz.

Le logiciel d'opération non seulement constitue l'interface avec l'utilisateur mais en plus, grâce à sa partie CAO[g] (Conception Assistée par Ordinateur), il permet la conception des motifs à exposer (en format GDSII) ainsi qu'à exécuter leur exposition. Un seul dessin permet de définir le champ d'écriture (writefield), la forme et la dose des motifs pour les différents niveaux de lithographie.

B.4. Réglages du faisceau.

Tout au long de nos expériences les réglages suivantes ont été utilisés lors de l'exposition :

a) Une tension d'accélération de 30 keV est toujours utilisée. En effet, une tension élevée permet de limiter le forward scattering (élargissement de la sonde lors de la pénétration des électrons dans la résine).

b) Un diaphragme ayant le diamètre le plus petit. Ceci afin d'améliorer la résolution en limitant tant le courant comme la taille de la sonde.

c) Des distances de travail autour des 6.0 mm. Lorsque des forts grossissements sont utilisés, les meilleures résolutions sont obtenues avec des faibles distances de travail.

d) Des courants de sonde de l'ordre de 50 pA. Un courant faible entraine une faible taille de sonde et donc une meilleure résolution.

Il existe aussi certains réglages critiques qui changent d'une exposition à l'autre. C'est-à-dire, ces réglages seront les appropriés uniquement pour une seule session de lithographie en particulier. Parmi ces réglages on trouve le focus et l'astigmatisme.

[g] Computer-aided Design (CAD), en anglais.

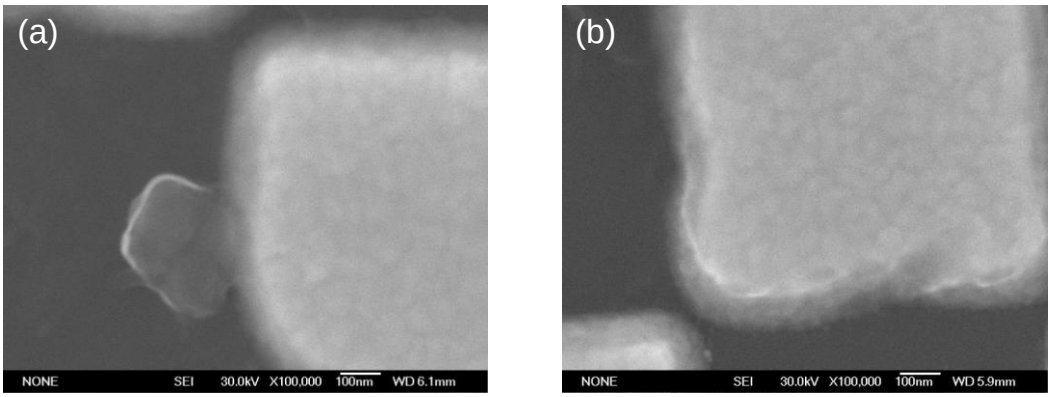


Fig. 2.15. Images par microscopie électronique à balayage illustrant la mise au point du focus. Le focus peut être réglé a) soit à l'aide des points de contamination présents sur la surface de la résine, b) soit à l'aide des motifs préalablement réalisés sur le substrat exclusivement dans le but de faire la mise au point.

I. Le focus.

Le focus est réglé soit à l'aide des points de contamination présents sur la surface de la résine soit à l'aide des motifs préalablement réalisés sur le substrat exclusivement dans le but de faire la mise au point. Bien évidemment, la taille des objets utilisés pour la mise au point doit être inferieure à celle de l'objet à dessiner par lithographie (Fig. 2.15). Il faut noter qu'un réglage approprié du focus requiert d'un réglage simultané de l'astigmatisme car la présence de celui-ci implique que ni la taille ni la forme de la sonde n'ont une bonne qualité.

II. L'astigmatisme.

Si la distance focale n'est pas identique pour deux diamètres perpendiculaires d'une lentille, la forme de la sonde n'est plus circulaire mais elliptique. Dans ces cas on dit qu'il y a un astigmatisme.

De cette façon, lors du réglage du focus, la mise au point ne sera isotrope. En effet, une direction de l'image défocalisée apparaîtra accentuée et étirée, puis elle semblera focalisé pour apparaitre encore une fois défocalisée et distordue, cette fois-ci dans la direction perpendiculaire à la première, preuve que la sonde n'est pas circulaire (Fig. 2.16).

Dans les deux plans focaux, le faisceau est réduit à un segment de droite (focale) ; tandis qu'entre le deux plans, le faisceau présent un diamètre minimum. La présence d'un astigmatisme peut provenir d'un défaut d'usinage ou d'inhomogénéités dans les propriétés magnétiques du métal employé pour fabriquer la lentille magnétique. Son importance varie aussi en fonction d'une contamination éventuelle des surfaces et des diaphragmes.

L'astigmatisme est réduit à l'aide des bobines de correction (stigmateurs) qui compensent en intensité et en orientation les variations du champ magnétique au sein de la lentille objectif.

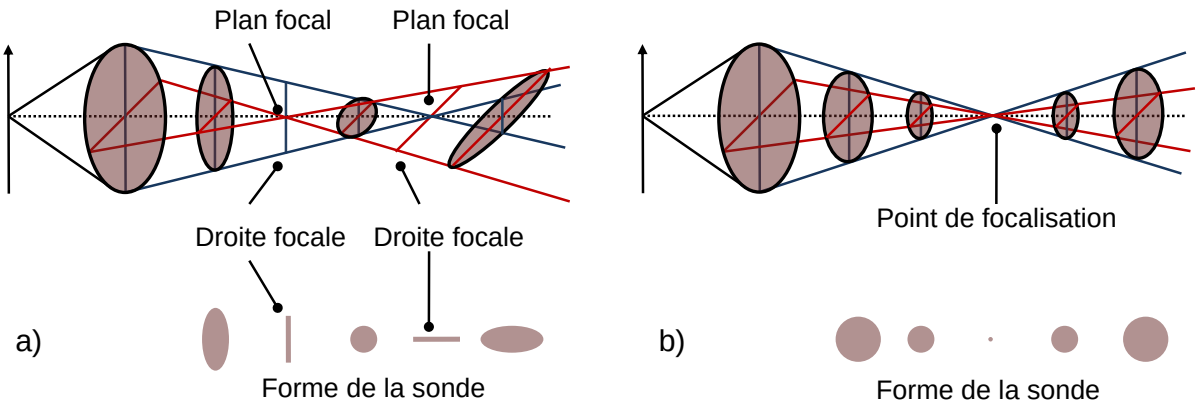


Fig. 2.16. a) Changement de la forme du faisceau d'électrons en présence d'astigmatisme : la distance focale est différente pour deux directions perpendiculaires, indiquées en bleu et en rouge respectivement. Dans les deux plans focaux la sonde apparaît comme un segment de droite orientée selon chaque direction. Entre ces deux plans, le faisceau présent un diamètre minimum (qui dépend du demi-angle d'ouverture du faisceau). En dehors ces trois points cités, le faisceau aura une forme elliptique. b) Changement de la forme du faisceau d'électrons en absence d'astigmatisme.

Le panneau d'opération du microscope JEOL JSM-6500F est muni de deux régulateurs indépendants (pour les directions X et Y respectivement) qui permettent de régler l'intensité de la correction. Le réglage de l'astigmatisme est suivi d'un nouveau réglage du focus. Cette opération est faite deux ou trois fois étant donné que la taille et la forme de la sonde sont un élément critique.

B.5. Les systèmes de coordonnées.

Le déplacement de la platine porte-échantillon est repéré par rapport à un système de coordonnées (XY), associé aux axes motorisés présents. Par la suite on l'appellera système de référence mécanique ou système de référence de la platine.

Comme cela a été évoqué précédemment, l'insolation de grandes surfaces sur un substrat est accomplie en mode *step and scan*, c'est-à-dire, par insolation de *writefields* successifs en déplaçant la platine. Bien que le système de référence de la platine serve à associer une position au writefield, il est plus pratique d'utiliser un système de coordonnées où la position du *writefield* à insoler est définie dans l'échantillon lui-même.

En effet, lorsqu'il a été envisagé de réaliser différents procédés technologiques sur un même échantillon, où plusieurs étapes de lithographie sont nécessaires, l'échantillon ne pourra pas être placé exactement dans la même position par rapport à la platine. De cette façon, les coordonnées XY du *writefiled* seront différentes pour chaque étape de lithographie. Par contre, en utilisant un système de coordonnées associé à l'échantillon (e. g. en faisant des marques) l'alignement entre différents niveaux de lithographie est possible. Le système associé à l'échantillon est appelé système UV.

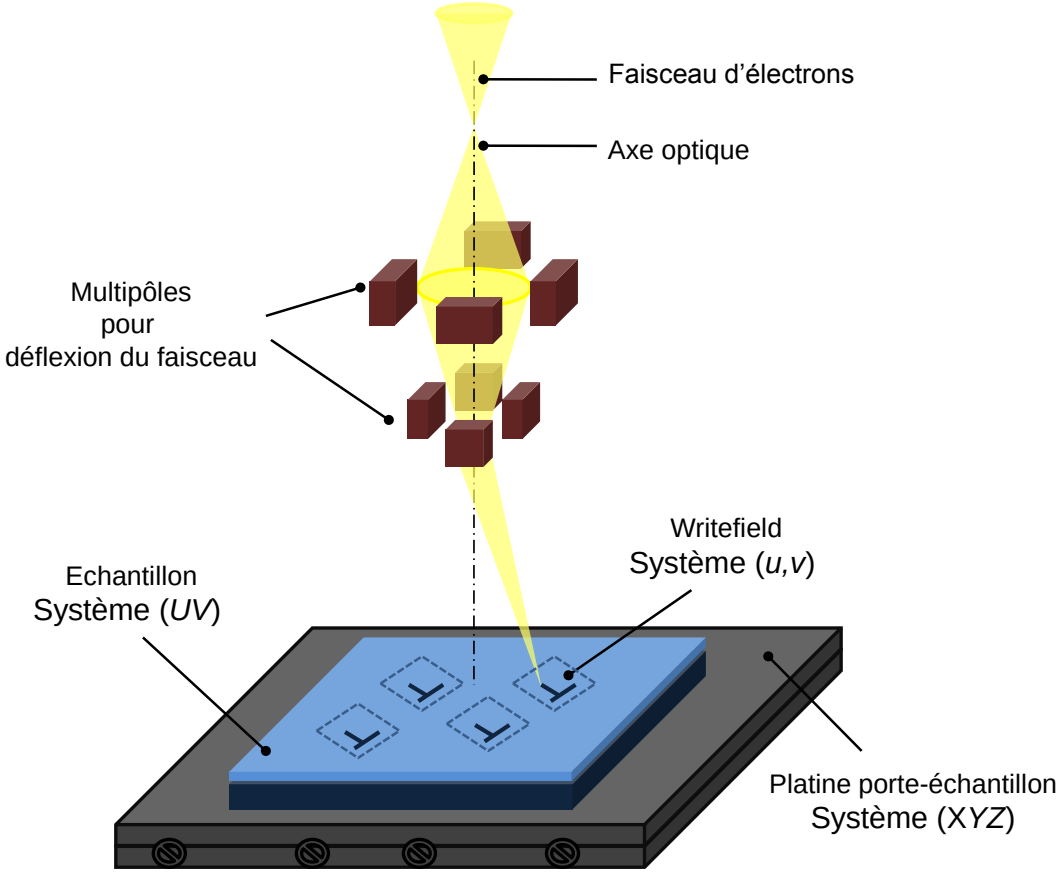


Fig. 2.17. Systèmes des cordonnées utilisés par le pilote de lithographie. Le système XY est associé au déplacement de la platine, Z étant parallèle à l'axe optique. L'échantillon se trouve dans le plan défini par les axes X et Y. Le système UV définit la position du writefiled dans l'échantillon. Le système uv est associé à la position du faisceau dans un writefield fixe.

Si un système de coordonnées associé à l'échantillon (*UV*) a été défini, il n'est pas forcément identique au système de coordonnées lié à la platine (*XY*). Par exemple, ces deux systèmes peuvent avoir des origines différentes, ou bien, le système *UV* peut être tourné par rapport au système *XY*. De plus, les systèmes peuvent avoir des échelles différentes. Le logiciel d'opération du pilote de lithographie est muni de routines d'ajustement qui servent à aligner le système de coordonnées de l'échantillon, aussi précis que requis pour une application spécifique, par rapport au système de coordonnées fixe de la platine. En particulier, deux routines d'ajustement sont disponibles : a) *la correction d'angle*, laquelle détermine tant le vector d'*offset* comme l'angle de rotation entre l'axe U et l'axe V ; b) *la correction à 3* points qui implique le calcul du vector d'*offset*, l'angle de rotation et le facteur d'échelle entre les systèmes de coordonnées XY et UV.

Finalement, un troisième système de coordonnées (*uv*) est nécessaire pour définir la déflexion du faisceau au sein du writefield, afin de déterminer les zones à insoler. Les coordonnées *uv* sont donc associées au système électrique responsable du balayage.

Les systèmes de coordonnées XY de la platine, UV de l'échantillon et uv du *writefield* sont montrés dans la Fig. 2.17.

B.6. Gestion de l'insolation.

B.6.1. Les paramètres de l'exposition.

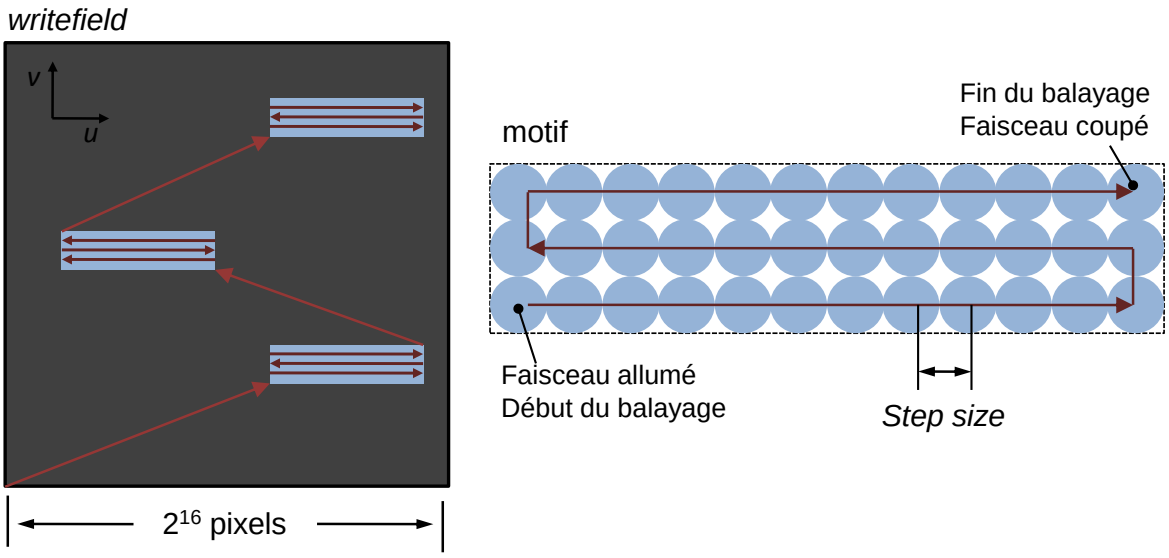


Fig. 2.18. Schéma illustrant les déplacements du faisceau d'électrons lors de l'insolation pour le mode de balayage dit vectoriel. Le writefield est décomposé en une matrice de 2^{16} x 2^{16} pixels. Le motif est formé par insolation de points successifs.

Comme cela a été évoqué précédemment, ce système de lithographie travaille avec la technique de déflexion dite du balayage vectoriel de faisceau Gaussien pour la définition des motifs. La stratégie consiste à placer le faisceau d'électrons dans chaque région préétablie du writefield pour la balayer. Chaque motif est alors formé par insolation des points successifs, le faisceau étant coupé lors du passage d'une région à l'autre (Fig. 2.18).

Avant de continuer la description de la gestion de l'insolation, considérons les définitions de quelques paramètres importantes.

a) La taille du writefield

Jusqu'à maintenant, le writefiled a été considéré comme la région à exposer sans considérer ses dimensions latérales. Dans la pratique, un *writefield* carré est utilisé de sorte que la largeur soit égale à sa hauteur, eux-mêmes dépendant du grossissement du MEB.

b) Le *step size*

Le dessin du motif doit être numérisé pour permettre au système de pilotage de le gérer via le DAC. La taille entière du *writefield* est divisée en 2^{16} = 65536 pixels (DAC de 16 bit). Le paramètre *step size* définit la distance entre les points d'exposition (en µm ou en pixels). La formule suivante montre le rapport entre la taille du writefield, le *step size* en µm et le *step size en pixels* :

$$\frac{step\ size\ (\mu m)}{longeurduwritefield} = \frac{step\ size\ (pixel)}{65536} \qquad (2.6)$$

c) Dwell Time.

Ce paramètre définit le temps pendant lequel chaque pixel est insolé. Le *dwell time* minimal est déterminé par l'électronique du système de pilotage, étant de 0.385 µs dans notre système (fréquence maximale 2,6 MHz).

d) **Area Dose**.

La dose définit la quantité de charges qui bombardent une unité de surface de résine. La dose suffisante pour provoquer l'exposition de la résine est appelée *sensibilité de la résine*. Dans le contexte de la gestion de l'insolation, l'*area dose* correspond à la sensibilité de la résine. Pour la résine utilisée ici, le PMMA, la valeur de ce paramètre est typiquement égale à 200 $\mu C/cm^2$.

e) Area settling time et line settling time.

Ces paramètres définissent le temps que le faisceau d'électrons doit attendre avant d'insoler l'élément suivant. Le settling time est nécessaire pour stabiliser le système de déflexion du microscope. Pendant cet intervalle de temps, le faisceau doit être coupé par le beam blanker (1 ms dans notre cas).

B.6.2. Gestion des paramètres d'insolation.

Dans le writefield, seulement les pixels formant le motif sont affectés d'un facteur de dose. Néanmoins, lors de l'exposition, tous ces pixels ne seront pas insolés. La stratégie d'insolation consiste donc à exposer un pixel tous les *p* pixels. Le faisceau reste un certain temps (fixé par le *dwell time*) sur le même pixel, puis il se déplace d'un nombre entier de pixels (défini par le *step size*) pour insoler un autre pixel du motif et ainsi successivement jusqu'à exposer la totalité du motif.

Le *dwell time* τ, le *step size p*, et le courant I du faisceau, sont liés à la dose reçue par la résine D à travers la relation suivante :

$$D = \frac{I \times \tau}{p^2} \qquad (2.7)$$

Suivant la géométrie du motif (aire, ligne ou point), la dose est définie différemment (Fig. 2.19):

a) Dose surfacique D_A (*area dose*): les pixels constituant le motif forment une surface (2D). Le step size (*area step size* dans ce cas) a la même valeur pour les directions *u* et *v* du writefield.

b) Dose linéique : D_{SPL} (*single pixel line dose*): le motif est formé par une ligne de pixels (1D). Le *dwell time* pour des lignes d'un seul pixel est généralement deux fois plus élevé que l'*area dwell time* à cause de la perte d'électrons par dispersion.

c) Dose ponctuelle : Le motif est formé par un seul pixel (0D). Le *dwell time* pour des points d'insolation (*dots*) est normalement plus grand que le *dwell time* pour des lignes en raison de la très élevé perte d'électrons par dispersion.

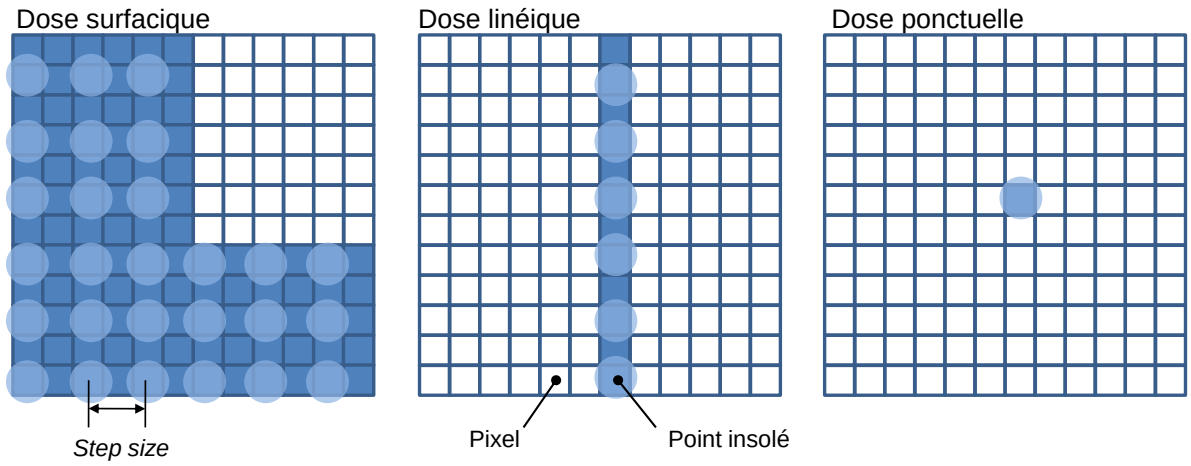


Fig. 2.19. Différents types de doses qui peuvent être définis en fonction de la nature du motif à réaliser.

En connaissant le courant de la sonde[h] et la sensibilité de la résine, l'utilisateur programme, à travers le module de gestion des paramètres d'insolation du logiciel, la dose délivrée à chaque motif (ou partie du motif) en réglant les valeurs du *dwell time* et du *step size*. Le *step size* est choisi suffisamment petit pour ne pas introduire d'effet de « pixellisation » sans préjudice pour la vitesse d'exposition. Typiquement pour une exposition sur un champ de 200 µm de large, nous utilisons un *step size* de 2 pixels correspondant à une taille de 6,1 nm.

Une fois présentée la technique de lithographie électronique dans une résine organique ainsi que le système et les réglages utilisés, nous allons aborder dans la section suivante les différentes techniques et moyens qui permettent le transfert dans un autre matériau du motif réalisée sur la résine.

[h] Le courant est mesuré à l'aide d'une cage de Faraday.

C. Transfert du motif.

La lithographie électronique est une technique qui permet de dessiner et de positionner des motifs avec une haute résolution dans une couche mince de résine. De cette façon, elle constitue l'étape de base du procédé de nano structuration. Après l'exposition et le développement correspondant, le motif sera présent en tant que moule dans la résine. La fonction de cette dernière sera alors d'agir comme intermédiaire pour le transfert ou reproduction du motif, soit dans un substrat, soit dans un autre matériau, afin de former la structure voulue.

Aussi crucial que l'étape de lithographie, l'étape de transfert du motif exige une reproduction autant fidèle que possible des motifs présents dans la résine. Des différentes approches peuvent ainsi être envisagées pour accomplir le transfert (Fig. 2.20) : le lift-off, la croissance électrolytique, la gravure humide (attaque chimique en solution) et la gravure sèche (attaque en milieux gazeux par plasma ou pas un faisceau de particules chargés, sous vide). On y distingue deux catégories :

1) *Les méthodes additives*, où un matériau est déposé sur l'échantillon après développement (soit par croissance électrolytique, soit par dépôt sous vide).

2) *Les méthodes soustractives*, où la résine est utilisée comme un masque pour enlever de la matière, à travers ses ouvertures, à l'aide d'une gravure.

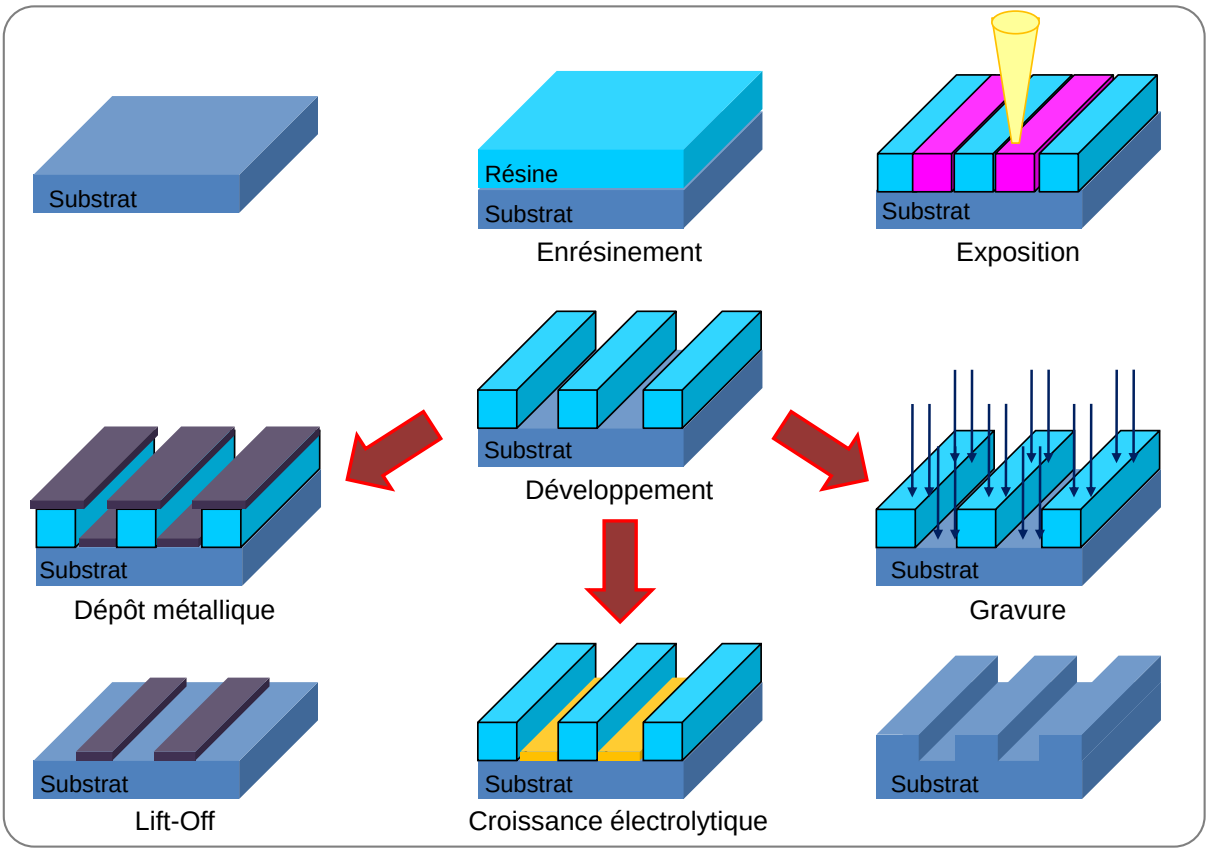


Fig. 2.20. Schéma représentant les différentes approches qui peuvent être utilisées pour transférer ou reproduire les motifs réalisés par lithographie électronique dans la résine.

Au cours de nos expériences, les techniques du *lift-off* et de gravure ionique ont été utilisées pour effectuer le transfert du motif. Ces techniques sont présentées par la suite.

C.1. Le lift-off.

C.1.1. Le principe du lift-off.

Le lift-off consiste à déposer sur l'échantillon une couche mince métallique, soit par évaporation sous vide (méthode de dépôt directionnel), soit par pulvérisation cathodique (*sputtering*), dans des conditions tolérables pour la résine. La couche de matériau se dépose tant sur la résine restant après le développement que sur la surface du substrat (Fig. 2.21b). Lorsque l'échantillon est immergé dans un solvant fort, la résine sera dissoute (Fig. 2.21c). Par conséquent, uniquement les parties du matériau étant directement en contact avec le substrat vont subsister et reproduire le motif (Fig. 2.21d).

C.1.2. Les critères de réalisation.

Dans une procédure de lift-off, le dépôt du métal est de bonne qualité lorsque le film déposé est discontinu sur le bord de la résine. C'est grâce à cette discontinuité que le solvant pourra être en contact avec la résine pour la dissoudre, révélant ainsi le motif. Pour que le passage du solvant se fasse proprement, deux conditions sont à considérer :

- Le rapport entre l'épaisseur de la résine et l'épaisseur de la couche déposée.

Dans la pratique, l'épaisseur du métal déposé doit être inferieur à un tiers de la hauteur de la résine.

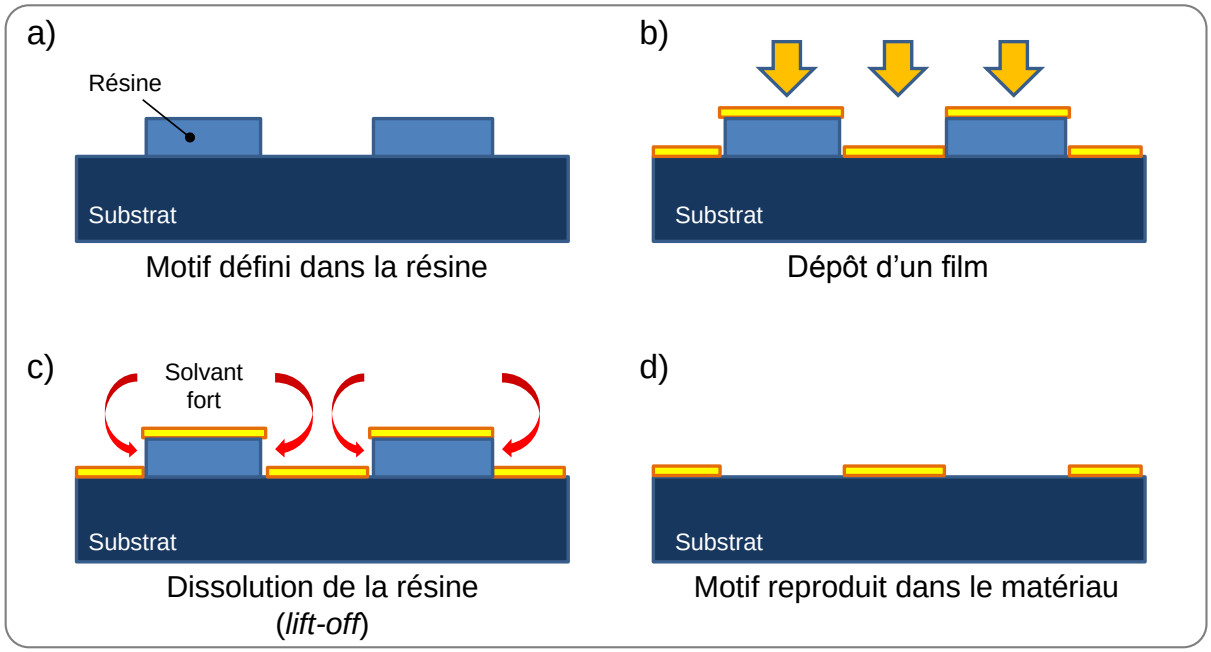


Fig. 2.21. Schéma représentant le principe du procédé dit du lift-off.

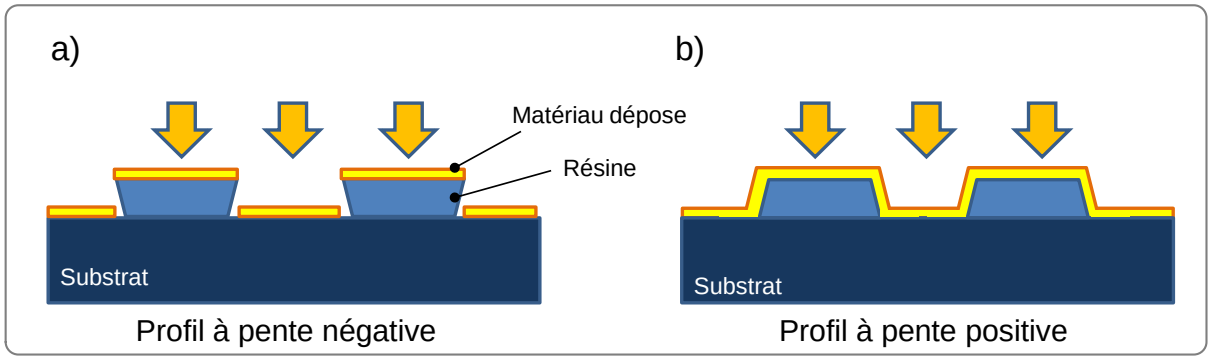


Fig. 2.22. Schéma représentant l'influence du profil de la résine sur la réalisation du lift-off d'un matériau : a) Profil avec pente négative. Ce profil assure une meilleure dissolution lors du lift-off. b) Profil avec pente positive.

- Le profil de la résine.

Les flancs de la résine doivent être inclinés de tel sorte que le matériau ne s'y dépose pas (Fig. 2.22a). En effet, si le matériau sur les flancs forme une couche continue avec le matériau en contact avec le substrat, les structures peuvent être endommagées au moment de la dissolution (Fig. 2.22b).

C.1.3. Le lift-off avec une simple couche de résine.

Lorsque une simple couche de résine est utilisée pour la réalisation du *lift-off*, la polarité de la résine aura une influence importante sur l'efficacité du procédé. En effet, une résine négative entraînera un profil dont la pente est négative, ce qui sera favorable au lift-off. Par contre, une pente positive posera des problèmes : formation de murs autour des motifs, besoin des longes durées d'immersion dans le solvant (Fig. 2.22). Afin de minimiser ces problèmes, l'épaisseur de la couche du matériau déposé doit rester beaucoup plus petite que l'épaisseur de la résine. Pour certaines résines organiques, notamment dans les cas de celles utilisées en lithographie optique, la polarité peut être invertie (i.e. passage d'une pente positive à une pente négative) à la suite d'une étape de recuit.

Malgré les inconvénients cités, un lift-off effectué à l'aide d'une simple couche de résine reste un procédé simple car peu d'étapes technologiques y sont impliquées. Cette méthode est particulièrement apte pour le transfert des motifs possédant une grande surface.

C.1.4. Le lift-off avec une bicouche de résine.

Il est possible d'obtenir un profil très approprié pour le *lift-off* en utilisant une bicouche de résines de différentes sensibilités. En effet, lorsque la bicouche est insolée, le nombre des scissions des chaînes constituant le polymère sera plus grand dans la couche la plus sensible que dans la couche de moins sensibilité. De cette façon, lors du développement, la largeur des zones dissoutes de résine sera différente pour chaque couche. Ceci va se traduire par un profil ayant une forme de casquette (Fig. 2.23). Grâce à la casquette obtenue avec une bicouche de résine, le film du matériau déposé sera discontinu, facilitant ainsi le passage du solvant vers les résines et donc le *lift-off*. Néanmoins, pour que la casquette soit obtenue, il est indispensable que la couche la plus sensible soit déposée la première.

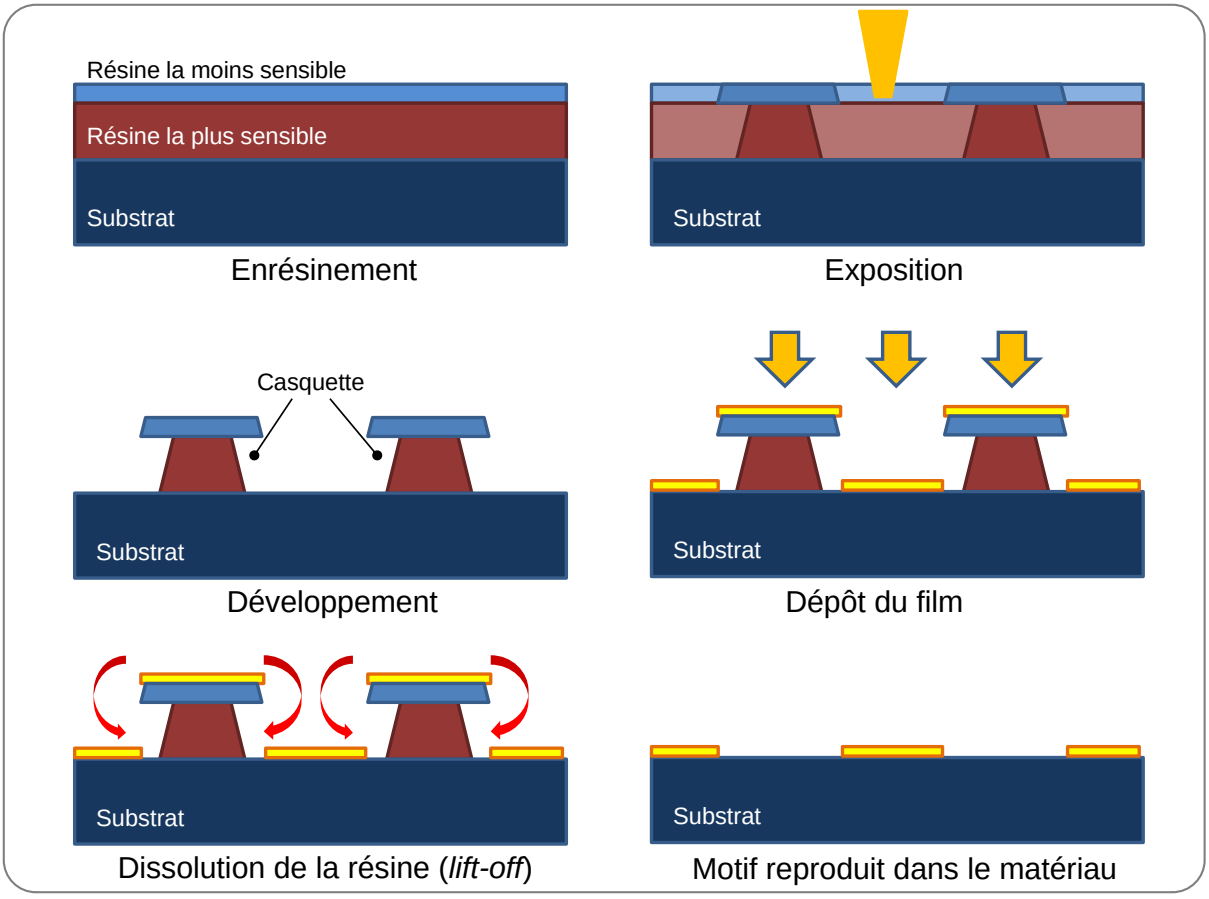


Fig. 2.23. Schéma représentant un procédé du lift-off basé sur l'utilisation de une bicouche de résines ayant des différentes sensibilités ou des différentes vitesses de dissolution dans un même solvant. Lors du développement ces différences se traduisent par un profil dit de casquette. La casquette va permettre d'obtenir un film discontinue pendant le dépôt du matériau, facilitant donc le passage du solvant lors du lift-off

Dans le cadre de nos expériences, des bicouches ayant la composition : a) //MMA/PMMA (950) et b) //PMMA(495)/PMMA (950), ont été utilisées. Dans ce dernier cas, la casquette est obtenue grâce à la différence en vitesse de solubilité entre les deux couches. En effet, le PMMA (495), ayant un poids moléculaire plus faible va se dissoudre plus rapidement que le PMMA 950.

Dans un cas idéal, avec une bicouche de résine, la taille nominale du motif final sera déterminée par la taille de la zone exposée dans la deuxième couche. En effet, la taille de la zone exposée correspondra à la taille de l'ouverture dans la résine à travers laquelle passera le matériau qui sera déposé sur le substrat. Toutefois, dans la pratique, l'exposition au sein de la première couche peut affecter la taille effective de la région où le matériau sera déposé sur le substrat. Afin de clarifier ceci considérons, par exemple, le cas d'un motif réalisé en utilisant une bicouche de résine : Substrat/MMA/PMMA. Dans ce système, il est possible que un facteur de dose D_1 donne une exposition correcte du motif dans la deuxième couche (PMMA), et que, pourtant, la première couche (MMA) ne soit pas proprement exposée. Ce scenario peut se présenter, par exemple, lorsque l'épaisseur de la première couche est trop grande (Fig. 2.24). De cette façon, une fois le développement effectué, la taille de l'ouverture obtenue dans le MMA au niveau du substrat sera plus petite que celle du PMMA. Lors du dépôt du matériau, une partie de lui sera déposé sur la deuxième couche et le reste passera à travers l'ouverture.

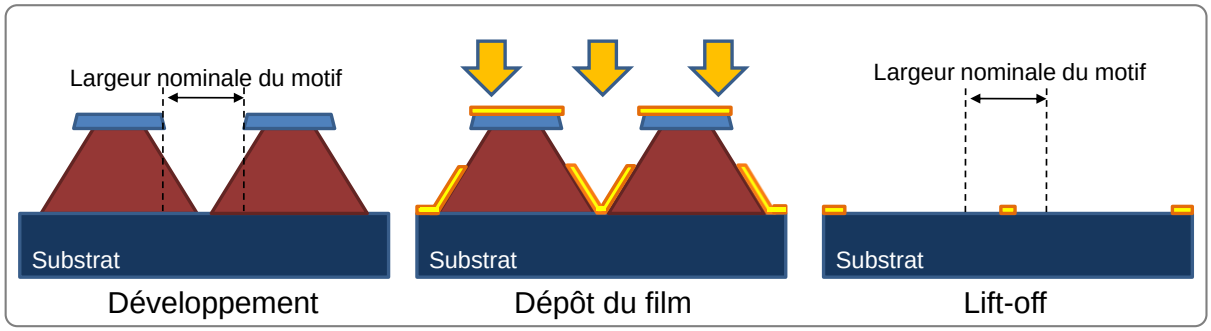


Fig. 2.24. Schéma montrant l'effet de sous-exposition de la résine sur le lift-off d'un matériau. Le procédé est réalisé avec une bicouche de résine MMA/PMMA. Lorsque l'épaisseur de la couche de MMA est trop grande, la dose reçue par celle-ci n'est pas la suffisante pour obtenir une exposition correcte. L'ouverture dans le MMA, permettant le dépôt du matériau sur le substrat, est alors plus petite que la taille du motif.

Une fraction du matériau qui traverse l'ouverture se déposera sur le substrat et le reste sur les flancs (Fig. 2.24). De cette façon, lorsque le lift-off sera effectué, la taille finale du motif sera plus petite que sa taille nominale. Un résultat similaire peut se présenter, même en appliquant des doses correctes pour l'exposition de la bicouche, si le temps du développement utilisé est inferieur au temps nécessaire pour dissoudre la totalité de la résine insolée, c'est-à-dire, lorsqu'il existe un sous-développement (Fig. 2.25a).

En revanche, si la dose fournie à la bicouche est trop élevée (surexposition) ou si le temps du développement est trop long (surdéveloppement), la couche inferieure risque d'être creusée trop profondément et de provoquer ainsi un affaissement de la couche supérieure sur le substrat au niveau des bordes (Fig. 2.25b). Un film déposé sur cette bicouche, présentera des structures formant des ponts après le lift-off, entraînant la perte du motif.

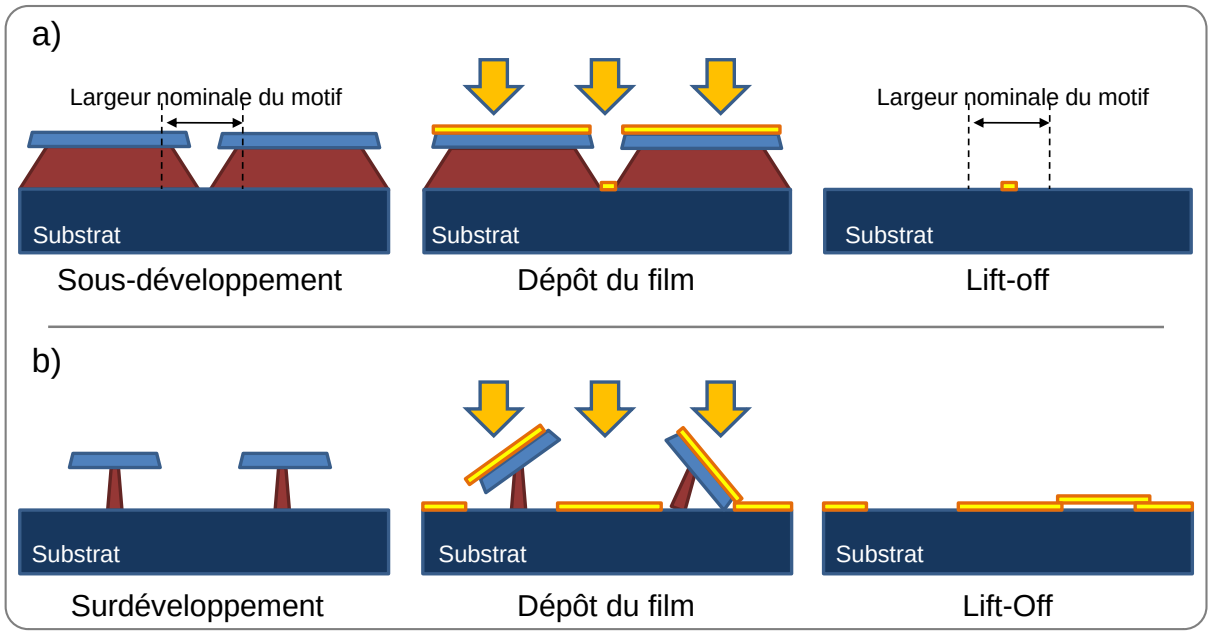


Fig. 2.25. Schéma représentant les effets du développement d'une bicouche de résine (MMA/PMMA) sur le lift-off d'un matériau. a) Un sous-développement de la couche de MMA entraîne une diminution de la taille du motif. b) Un surdéveloppement de la couche de MMA résulte en la formation de structures de pont et la perte du motif voulu.

C.1.5. L'influence du dépôt.

Un autre facteur à considérer, pour l'application du procédé *du lift-off*, c'est le dépôt en lui-même. En effet, la présence de la résine introduit des restrictions qui ne sont pas présentes dans un dépôt normal où une ou plusieurs couches sont déposées directement sur un substrat. Des températures élevées, par exemple, peuvent provoquer la polymérisation de la résine ainsi que son fluage, dégazage, voire sa combustion. En plus, si la déposition du matériau est trop violente, la résine peut être abîmée au niveau des flancs définissant les motifs, ce qui peut être fatale pour ceux-ci, surtout lorsqu'il s'agit des motifs de taille très réduite. En plus des conditions du dépôt, un aspect très important à considérer lorsque le procédé de *lift-off* est envisagé pour le transfert du motif, concerne la directivité du dépôt (Fig. 2.26). Un dépôt directif permettra l'obtention d'un film discontinu, ce qui facilitera le passage du solvant vers la résine lors du lift-off (Fig. 2.26a).Par contre, lors d'un dépôt non directif, le matériau se déposera non seulement sur le substrat et la partie supérieure de la résine mais aussi sur les flancs (Fig. 2.26b). Ceci, dans le cas où une simple couche de résine est utilisée, aura pour résultat la formation d'un film continu sur toute la surface (Fig. 2.26b-1). En revanche, dans le cas d'une bicouche de résine le matériau se déposera aussi sur les flancs mais sans former un film continu (Fig. 2.26b-2).

Les collerettes.

Lorsqu'un matériau est déposé en couche mince afin de reproduire un motif via un *lift-off*, des rugosités très prononcées peuvent apparaître sur les bordes du motif. Cet effet dit de collerette se présente systématiquement lorsque le dépôt utilisé est non directif.

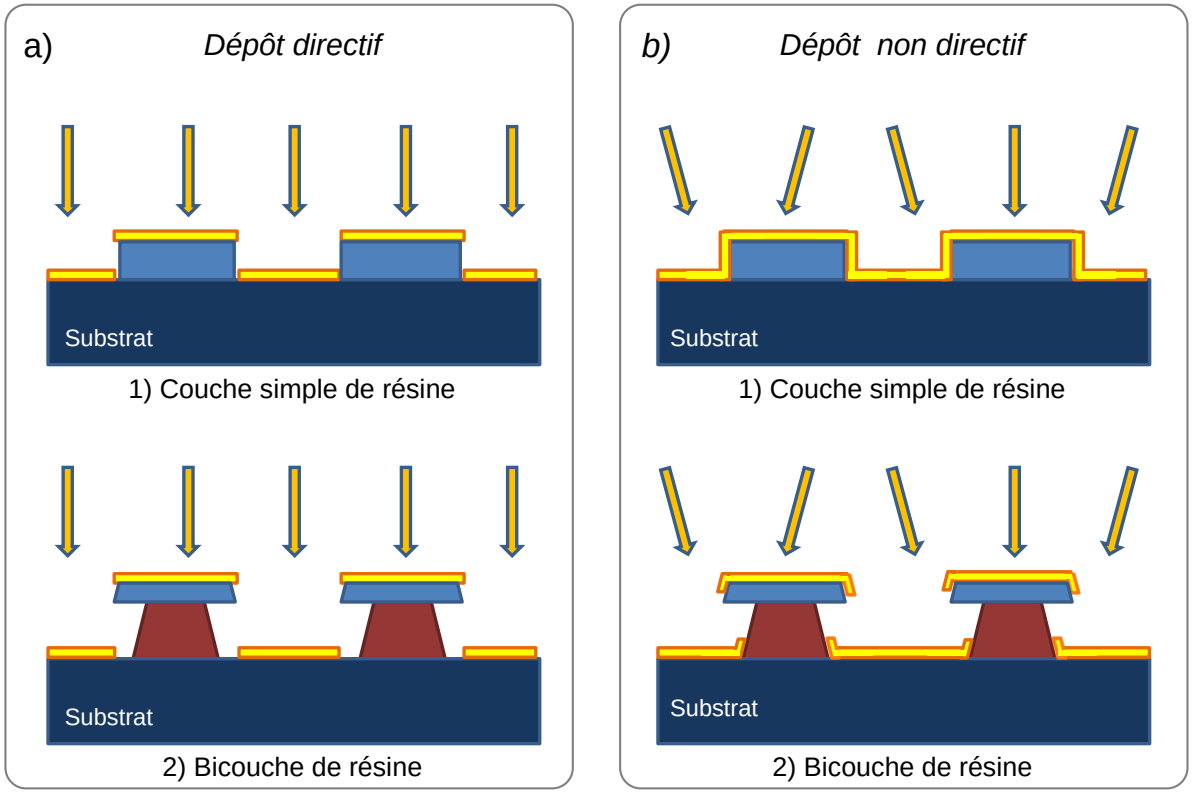


Fig. 2.26. Schéma montrant l'influence de la directivité du dépôt sur la qualité du film déposé, lorsque : a) le dépôt est directif, b) le dépôt est non directif. Les cas de 1) une couche simple de résine et de 2) une bicouche de résine sont montrés pour chaque type de dépôt.

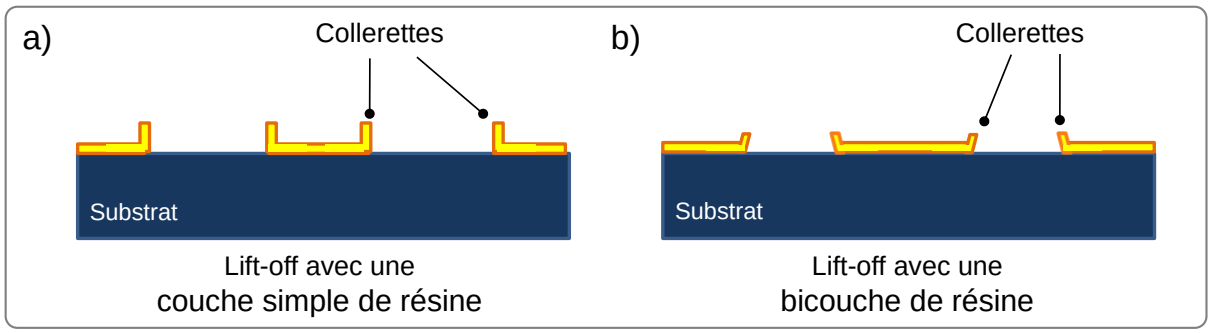


Fig. 2.27. Représentation schématique de la formation des collerettes lors du lift-off lorsque le dépôt du matériau est non directif. a) Cas d'une simple couche de résine. b) Cas d'une bicouche de résine.

En effet, puisque les flancs de la résine seront ils aussi couverts du matériau, la couche du matériau sera cassée lors du lift-off (Fig. 2.27). De cette façon, la partie du film déposée sur la résine sera enlevée tandis que le film déposé sur les flancs de celle-ci restera formant ainsi les collerettes. La Fig. 2.27 montre cette situation dans les cas d'une simple couche de résine (Fig. 2.27a) et d'une bicouche (Fig. 2.27b).

Néanmoins, des collerettes peuvent se former aussi dans le cas d'un dépôt directif. En effet, lorsque la direction d'incidence du matériau n'est plus normale à la surface de l'échantillon, un phénomène d'ombrage sur le dépôt va se produire. Cet ombrage va entraîner une augmentation de l'épaisseur de la couche déposée dans l'un des flancs. Dans le cas d'une simple couche de résine, lorsque l'angle d'incidence s'éloigne beaucoup de la normale, l'ombrage peut causer la continuité du film tout au long du flanc, provoquant ainsi l'apparition des collerettes lors du lift-off (Fig. 2.28a). Dans le cas d'une bicouche, bien que la casquette empêche la continuité du film, le matériau se déposera aussi systématiquement sur l'un des flancs, entraînant l'apparition des collerettes lors du lift-off (Fig. 2.28b).

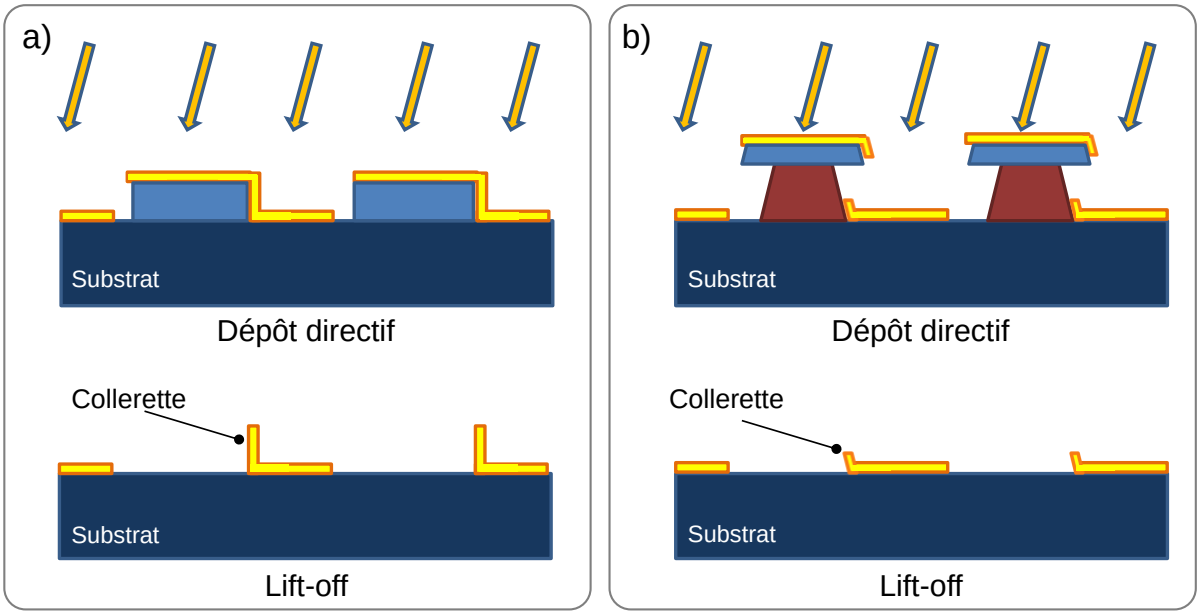


Fig. 2.28. Schéma représentant la formation des collerettes lors du lift-off lorsque le dépôt du matériau est directif. a) Cas d'une simple couche de résine. b) Cas d'une bicouche de résine.

Or, malgré les avantages que l'utilisation d'un dépôt directionnel procurent pour la réalisation du lift-off, les techniques de dépôt peuvent ne pas être convenables d'un point du vue pratique. En effet, certaines de ces techniques requièrent de vides très poussés, ayant donc besoin de longs temps de pompage (e.g. l'évaporation thermique[i], l'épitaxie par jets moléculaires[j]). En revanche, des techniques de dépôts non-directionnels, telles que la pulvérisation cathodique, permettent de déposer de matériaux dans un temps relativement court et sous des vides moins poussés[k].

Dans le cadre des expériences conduites au cours de ce travail de thèse, les techniques d'évaporation et de pulvérisation cathodique (*sputtering*) ont été utilisées en fonction tant de la nature du matériau à déposer que de la taille de motifs à reproduire. Ces techniques seront ensuite présentées.

C.1.6. Les techniques de dépôt du matériau.

L'évaporation thermique.

L'évaporation est une technique très apte pour les dépôts dits "lift-off" nécessitant un flux incident proche de la normale de la surface du substrat. Il existe deux techniques différentes d'évaporation : L'évaporation par effet Joule (*résistance heated évaporation*) et l'évaporation par faisceau d'électrons (*e-beam évaporation*). Nous allons décrire uniquement la première car la deuxième n'a pas été utilisée dans nos expériences.

La technique de dépôt par évaporation par effet Joule. Cette technique consiste à déposer dans un premier temps des grains, de la grenaille ou des petits bouts de fil du matériau à évaporer dans un creuset en tungstène, tantale, molybdène ou carbone. Le creuset est ensuite porté à haute température par effet Joule. Les grains fondent puis le métal s'évapore et se dépose sur la surface *froide* du substrat. Parmi les inconvénients de cette technique on trouve : La contamination potentielle de la couche déposé par le creuset lui-même, l'impossibilité d'évaporer des métaux à haute température de fusion et la limite sur l'épaisseur de la couche déposée étant donnée la faible quantité de métal pouvant être placée sur le creuset.

La technique de pulvérisation cathodique.

Le principe du dépôt par pulvérisation cathodique est le suivant. Un gaz, souvent de l'argon, est introduit dans l'enceinte. Une cible du matériau à déposer est reliée à un potentiel négatif (cathode), tandis que le substrat est porté à un potentiel positif. Une décharge permet alors de créer un plasma entre les électrodes. Sous l'effet du champ électrique, les ions d'argon (espèces positives du plasma) se trouvent attirées par la cible (cathode) et entrent en collision avec cette dernière Elles communiquent alors leur quantité de mouvement, provoquant ainsi la pulvérisation des atomes sous forme de particules neutres qui se condensent sur le substrat.

---

[i] Vide requis: 10^{-8} mbar.
[j] Vide requis: 10^{-11} mbar.
[k] Vide requis: 10-7 mbar.

Afin d'augmenter la densité ionique au voisinage de la cible, celle-ci est équipée d'un dispositif magnétron. Ce dernier est constitué de deux aimants permanents, placés sous la cible, qui vont créer un champ magnétique parallèle à la surface de celle-ci. La combinaison du champ électrique et du champ magnétique va entraîner un mouvement hélicoïdal des électrons, augmentant ainsi leur efficacité de ioniser les espèces neutres présentes près de la cible. Une augmentation de taux de bombardement ionique de la cible, et en conséquent du dépôt, est ainsi obtenue, ce qui permet d'abaisser la pression de travail, améliorant par conséquent la qualité des revêtements.

Un avantage important de cette technique est que même les matériaux ayant des points de fusion élevés sont facilement pulvérisés, tandis que l'évaporation de ces matériaux via effet Joule est problématique ou impossible. En plus, la source plane pouvant être de très grande surface on peut théoriquement effectuer des dépôts relativement homogènes sur une grande surface. La pulvérisation peut être de haut en bas exécuté tandis que l'évaporation doit être ascendante exécuté. Les processus avancés tels que la croissance épit axiale sont possibles. Les couches déposées pas pulvérisation cathodique ont typiquement une meilleure adhérence sur le substrat que celles réalisées pas évaporation. En revanche, puisque un plasma se trouve à l'origine du dépôt, celui-ci sera non directionnel.

C.2. La Gravure.

La gravure est une méthode de transfert soustractive, c'est à dire que la structure est formée par un enlèvement de matière du substrat ou d'une couche sous-jacente via les ouvertures d'un masque. Ce masque peut être constitué par la couche de résine elle-même ou bien par un autre matériau sur lequel le motif a été transféré. L'attaque chimique et/ou physique des parties de la surface non protégées par le masque peut être réalisée en milieu liquide (gravure humide) ou en milieu gazeux (gravure sèche par plasma ou faisceau d'ions). L'objectif et le résultat de cette gravure sont définis à l'aide de différents critères.

C.2.1. Les critères de réalisation.

Les critères permettant de caractériser une gravure sont sa vitesse, son anisotropie, et sa sélectivité. Ces critères sont liés tant au procédé que à la forme du profil de la structure qui en résulte.

L'anisotropie d'une gravure est définie selon la direction dans laquelle elle opère (Fig. 2.29). Elle sera isotrope lorsque la vitesse de gravure sera identique dans toutes les directions. Dans ce cas, le profil du matériau gravé présente une courbure. En plus, une gravure latérale, plus ou moins prononcée (selon le temps et les conditions de gravure) aura lieu sous le masque. De cette façon, lors de l'attaque, cette gravure latérale contribue à élargir la structure gravée par rapport au motif défini dans la résine. En revanche, la gravure anisotrope s'effectue suivant des directions privilégiées qui sont liées soit au procédé de gravure (vitesses de gravure perpendiculaire et parallèle à la surface différentes), soit à la nature même du matériau (vitesses de gravure différentes suivant les plans cristallins). La sélectivité du procédé de gravure traduit son aptitude à attaquer différemment deux matériaux distincts. La sélectivité de gravure d'un matériau A par rapport à un matériau B s'exprime par le rapport entre les vitesses de gravure du matériau A et du matériau B.

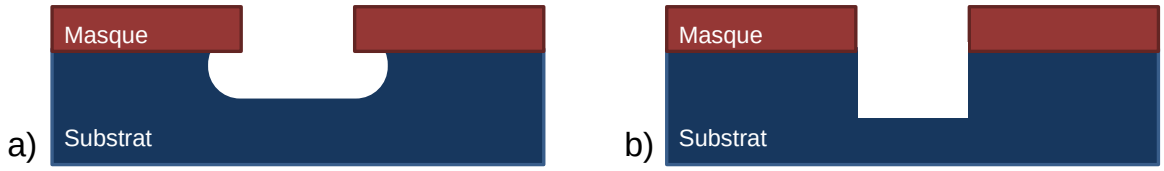


Fig. 2.29. a) Représentation schématique des profils obtenus lorsque la gravure est : a)isotrope et b) anisotrope.

Cette grandeur permettra d'estimer la consommation du masque pendant la gravure, ou celles des couches sous-jacentes. Puisque le masque permet de répliquer le motif tout en protégeant les parties qu'il couvre, une forte sélectivité entre le matériau constituant le masque et le matériau à graver est généralement recherchée (i.e. vitesse de gravure du matériau du masque plus faible que celle du matériau à graver). La connaissance de la sélectivité aide à déterminer l'épaisseur initiale du masque nécessaire et à minimiser les effets de surgravure liés à une couche sous-jacente.

C.2.2. Les différentes méthodes de gravure.

Il est possible de distinguer deux types de gravure :

La gravure humide, consistant à une attaque chimique en solution. Cette méthode requiert l'immersion de l'échantillon dans la solution adaptée. En plus d'être très sélective vis à vis des matériaux du masque et du substrat, elle présente des vitesses de gravure élevées. La gravure humide est relativement simple à mettre en œuvre mais nécessite la manipulation de grands volumes de produits réactifs et corrosifs en phase liquide. En outre, lorsqu'elle est isotrope, la gravure humide n'est pas appropriée pour la réalisation de motifs sub-micrométriques (problèmes d'inhomogénéité de gravure dans les réseaux denses).

Les techniques de gravure sèche exploitent des mécanismes d'interaction entre le matériau à graver et des particules. Ces derniers sont, soit des particules neutres réactives, soit des particules chargées, générées par un plasma produit par une décharge dans des gaz à basse pression. Les mécanismes d'interaction sont de nature physique (e. g. pulvérisation de la surface par le bombardement d'ions énergétiques), et/ou de nature chimique (réactions particules-surface avec production de produits de gravure volatils). Ces techniques sont beaucoup plus complexes à mettre en œuvre que les techniques de gravure humide mais présentent les avantages de réduire notablement les quantités de produits réactifs utilisées et de permettre la réalisation de profils de gravure anisotropes avec des dimensions sub-micrométriques.

Nous nous intéressons à une reproduction fidele de la taille et forme des motifs réalisés sur la résine. La gravure ionique sèche, ou *IBE*[1], est une technique anisotrope et sélective, disponible au laboratoire, qui nous permettra de réaliser le transfert des motifs. Cette technique utilise des ions non réactifs créés dans un plasma, pour bombarder la surface d'un matériau et, sous certaines conditions énergétiques, provoquer sa pulvérisation physique (*sputtering*), responsable du mécanisme de gravure.

[1] *Ion Beam Etching* en anglais.

D. Mise en œuvre de l'exposition.

Ayant détaillé le principe de la lithographie par faisceau d'électrons dans une résine organique, ainsi que les techniques pour reproduire le motif dans un matériau, nous nous intéresserons, dans cette section, à la stratégie d'exposition développée pour la réalisation des structures.

D.1. Reproductibilité de l'exposition.

Les réseaux de lignes sont des motifs fréquentent utilisés dans la lithographie électronique lors de l'optimisation des paramètres de l'exposition. Grâce à la souplesse de cette technique il est possible de dessiner un même motif autant des fois que l'on veut sur toute la surface de l'échantillon. Ceci ouvre la possibilité de faire un balayage en dose afin de trouver la gamme de doses qui conduisent à l'obtention du motif désiré. De cette façon, afin de valider l'ensemble de réglages choisis, présentés dans la section B, nous nous sommes initialement intéressés à la réalisation des réseaux de lignes de période égale à 1 µm dans une couche fine de PMMA (30 nm). Une série de réseaux ont été ainsi exposés avec de doses différentes et à des différents endroits de l'échantillon.

La Fig. 2.30 présente deux de ces réseaux effectués aux différentes endroits de l'échantillon mais en utilisant la même dose (5000 pC/cm). On y peut remarquer une différence, notamment en ce qui concerne la largeur de la ligne. En effet, la ligne du motif appelé A est beaucoup plus large que la ligne du motif B. Etant donné que d'une part tant les paramètres d'insolation ainsi que les conditions du faisceau ont été strictement gardés, et d'autre part, le développement a été effectué simultanément, les différences observées doivent provenir de la variation de la distance focal au sein du système substrat-résine. Puisque la mise au point du faisceau est faite une seule fois, juste avant de démarrer l'exposition, à un endroit placé loin des zones d'insolation, il est possible que cette mise au point ne soit plus correcte ailleurs. En effet, lorsqu'un substrat est grand, il est difficile d'assurer une bonne focalisation du faisceau sur toute la surface.

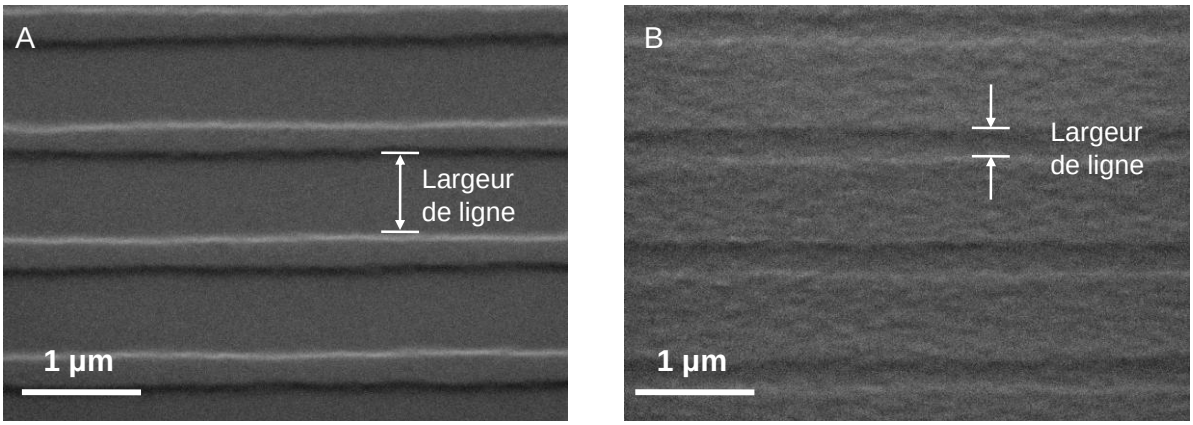


Fig. 2.30. Images par microscopie électronique à balayage (MEB) des deux réseaux des lignes ayant une période égale à 1 µm effectués aux différents endroits d'un même échantillon. Les réseaux ont été réalisés par lithographie électronique avec une dose égale à 5000 pC/cm, puis gravés sur silicium après développement.

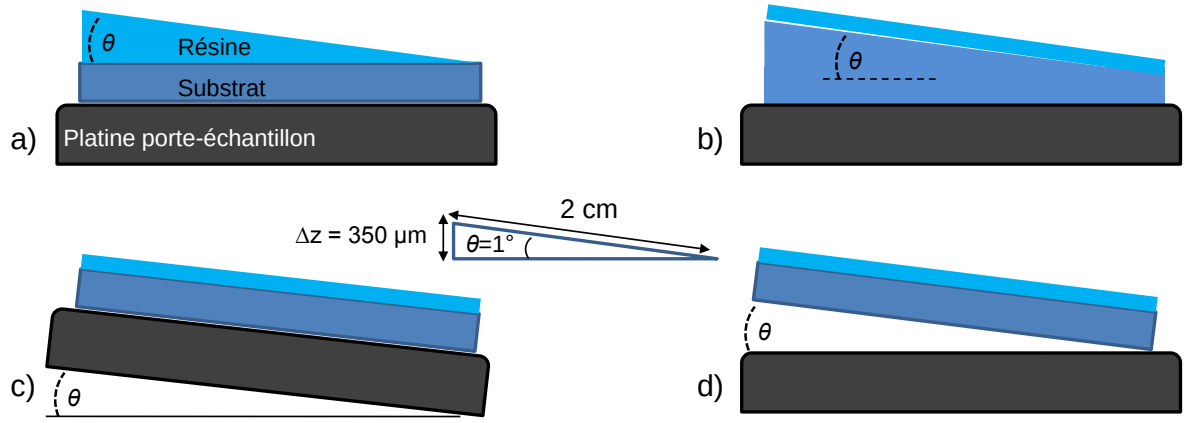


Fig. 2.31. La variation de la distance focal au sein du système substrat-résine peut provenir de a) inhomogénéité de la couche de résine, b) inhomogénéité du substrat, c) inclination de la platine, et d) inclination du substrat.

Cette variation de la distance focale peut être introduite par des diverses situations : une couche de résine d'épaisseur non uniforme, une non-planéité du substrat, ainsi que une éventuelle inclination du substrat ou de la platine elle-même (Fig. 2.31). En fait, pour un échantillon de taille 2 cm, il suffit d'avoir une pente de 1° pour que la distance focale change de 350 µm. Il est donc clair que ces variations peuvent être fatales pour la réalisation des motifs de haute résolution. Dans une approximation, valide pour les petits échantillons mais pas pour les wafers larges, il peut être considéré que la variation de la distance de travail (i.e. la distance focale) varie uniformément avec les coordonnées XY associées à la platine. Dans ce cas, les erreurs correspondants sont linéaires tant en X comme en Y. Une compensation de ces erreurs est possible de deux façons, tout en gardant la vraie distance de travail constante (Fig. 2.34):

a) Par une correction du réglage focal du faisceau d'électrons.

b) Par un déplacement de la platine dans la direction Z.

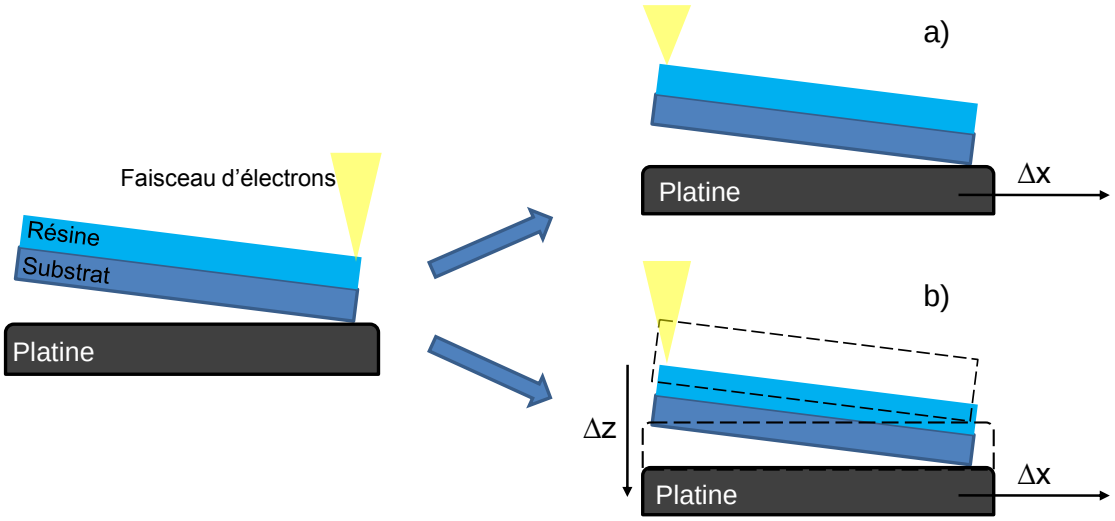


Fig. 2.32. Compensation de l'erreur sur la distance de travail : a) par correction du focus du microscope ; b) par déplacement vertical de la platine.

La méthode a) a été mise en place dans notre cas. Avant d'aborder le procédé de correction du réglage focal dit *autofocus*, nous allons nous intéresser à l'utilité et à la réalisation des marques d'alignement sur le substrat préalable à l'étape de lithographie électronique.

D.2. Marques d'alignement et systèmes de repérage.

Comme cela a été présenté dans le paragraphe B5, le logiciel de pilotage du microscope électronique travaille avec trois systèmes de coordonnées : XY,UV et uv. Le but de ces systèmes est de positionner très précisément le faisceau d'électrons sur la surface de la résine électro-sensible. Le système de coordonnées dit XY est associé à la platine, étant donc un système qui reste fixe. En revanche, le système nommé UV, associé à l'échantillon, est un système de grande souplesse, pouvant être définit par l'utilisateur via le logiciel de pilotage. Le système UV peut être définit de deux façons différentes, selon le degré de précision souhaité pour une application en particulier:

a) En utilisant deux points pour définir un vector *U* dans le plan et en choisissant un point qui servira d'origine au système coordonné.

b) En utilisant trois points, ce qui permet aussi de déterminer le facteur d'échelle entre le système XY de la platine et le système UV.

Une façon très simple de construire un système UV consisterait en choisir deux coins du substrat afin de définir l'origine et la direction U du système (Fig. 2.33). Cette façon de procéder peut être utile dans les cas où une seule étape de lithographie soit envisagée (e.g. mise au point de paramètres d'insolation) ou bien dans les cas où la taille du writefield soit suffisamment grande pour que le motif puisse être repéré facilement. Par contre, lorsque le writefield utilisé devient très petit, il est très utile (et parfois indispensable) d'introduire des marques afin de repérer les motifs individuels.

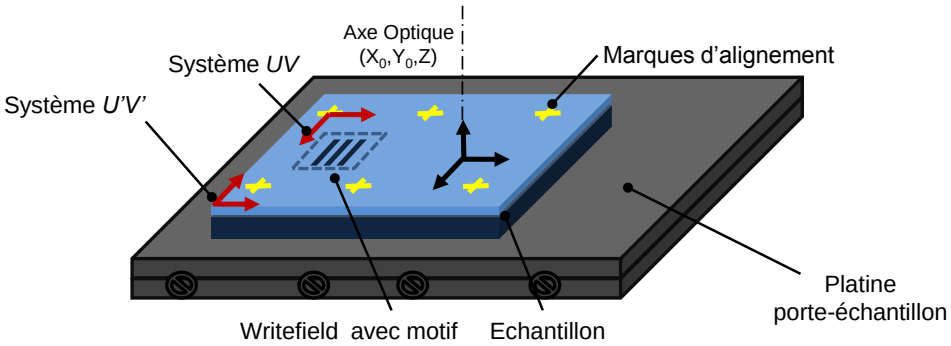


Fig. 2.33. Schéma montrant le système de coordonnées fixe associé à la platine (système XY) et deux systèmes associés à l'échantillon (U'V' et U''V'') pouvant être définis par l'utilisateur via le logiciel de pilotage. Le système U'V' a été construit en s'appuyant sur les coins de l'échantillon, tandis que le système U''V'' a été définit grâce aux marques d'alignement réalisés préalablement sur l'échantillon.

Des telles marques permettront, aussi, la définition d'un système UV plus précis et plus reproductible par rapport à un système appuyé sur les coins de l'échantillon (Fig. 2.33). En plus, si plusieurs niveaux de lithographie sont utilisés dans l'élaboration d'un échantillon, la présence de marques sert à l'alignement des différentes étapes.

La présence des marques d'alignement a donc les objectifs suivants :

a) Servir à l'alignement de différentes étapes de lithographie.

b) Constituer des points de référence pour la définition du système de coordonnés lies à l'échantillon (système UV).

c) Appuyer le repérage des writefields de taille réduite. Nous verrons, plus tard, qu'à cause de l'erreur mécanique introduit par le déplacement de la platine, le système UV ne suffit pas pour repérer rapidement des writefields dont la taille est comparable à l'erreur du déplacement.

d) Permettre la calibration du writefield.

Les marques d'alignement sont typiquement présentes en deux échelles :

1) Des marques globales. Ce type de marque accomplie les objectifs a) et b).

2) Des marques locales. Utilisées pour définir la position des motifs individuels.

Tant les marques globales que les marques locales sont faites dans une étape préalable à la lithographie électronique.

D.2.1. Le système des marques développé.

Le système de marques utilisé, appelé par la suite *les croix d'alignement*, est composé de la forme suivante :

- Deux lignes perpendiculaires (longueur = 20 mm, largeur = 100 μm) se traversant à un quart de sa longueur respectivement, constituent la croix principale (Fig. 2.34a-b).

- Une grille des croix indexées dites du type +, est formée, de sorte qu'il y ait une croix tous les 5 mm. Une croix du type + a une largeur 20 μm et elle est inscrite dans un carré (imaginaire) de 180 μm (Fig. 2.34c).

- Les zones carrées, définies par quatre croix du type +, sont appelées *cellules*, étant celles-ci indexées selon la croix placée dans le coin inferieur gauche (Fig. 2.34d).

- Chaque cellule contient douze croix, que nous appellerons du type x, disposées de sorte qu'elles forment trois groupes de carrés concentriques des tailles 100 μm, 200 μm et 500 μm respectivement (Fig. 2.34e). Les croix du type x sont présentes en deux modalités: géométrie continue et géométrie segmenté (Fig. 2.34f-g).

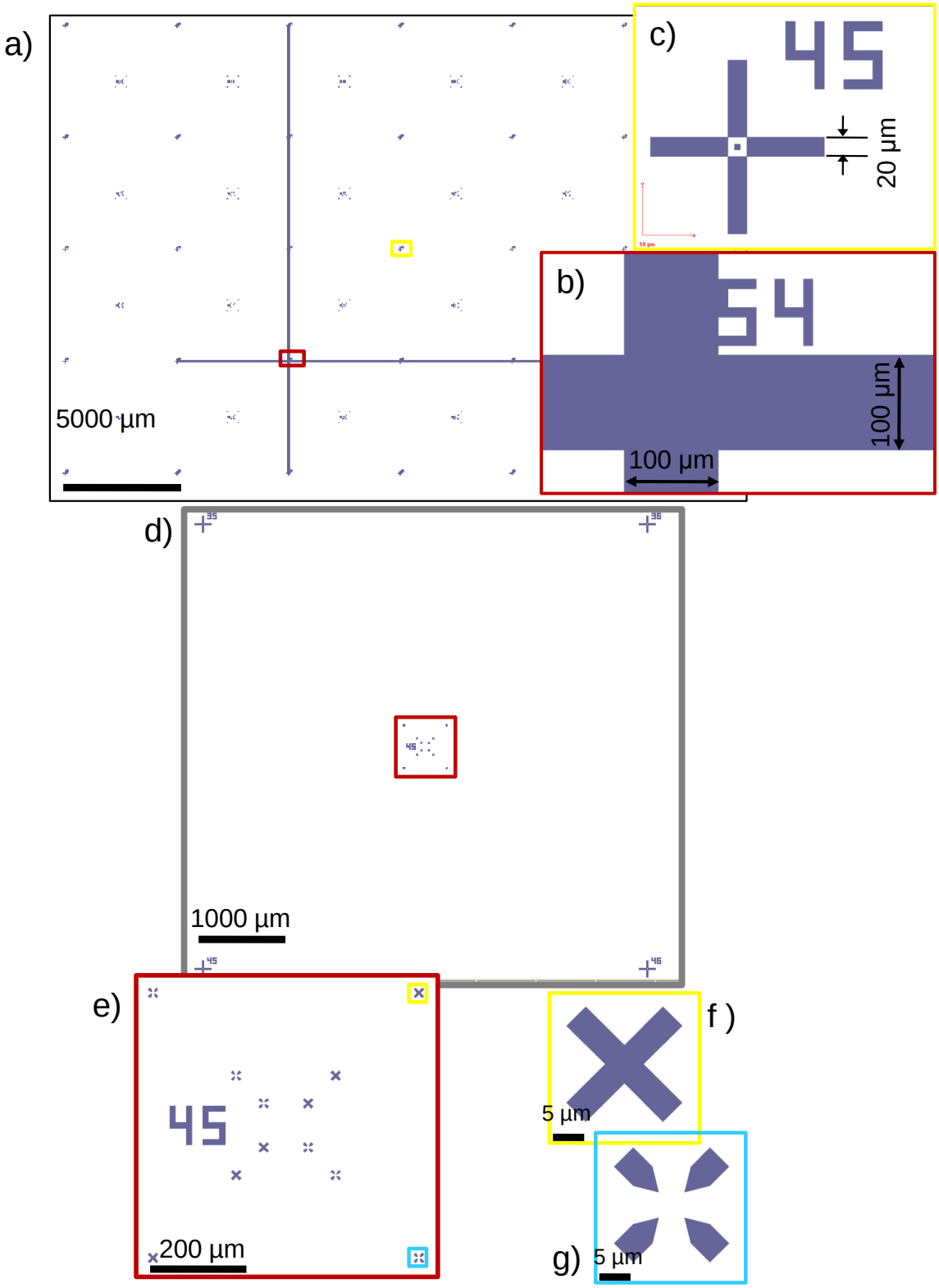


Fig. 2.34. a) Schéma global du système des marques utilisé. La croix principale est formée par deux lignes se croissant à un quart de sa longueur. b) Zoom de la zone d'intersection des lignes. Une croix du type +, dont l'index est 54, est aussi présente à cet endroit. c) L'une des croix du type + qui forment la grille. Toutes les croix du type + sont indexées. d) Cellule délimitée par quatre croix du type +. e) Système de régions carrées concentrique définies par trois groupes des croix du type x. f) Croix du type x à géométrie continue. g) Croix du type x à géométrie segmentée.

D.2.2. Réalisation des marques d'alignement.

Dans le cas d'une exposition des croix d'alignement par la lithographie électronique, l'erreur mécanique introduite lors du déplacement de la platine peut détruire la régularité requise de la grille de croix, étant particulièrement fatal dans le cas des croix utilisées pour la calibration du writefield.

La technique de lithographie UV (ultra-violet) permet, d'ailleurs, la réalisation simultanée des plusieurs motifs, dont la taille est comprise entre 500 nm et 40 mm, dans un temps très court (de l'ordre de quelques seconds). Ceci est possible grâce au fait que tous les motifs à réaliser font partie d'une seule structure laquelle est contenue dans un masque. En effet, dans cette technique les motifs sont réalisés dans une résine photosensible par projection d'un rayonnement UV à travers un masque en contact avec l'échantillon.

La lithographie optique a été donc choisie pour la définition des marques d'alignement. Le masque utilisé contient le système des croix décrit dans le paragraphe précédent (Fig. 2.35a).

Le procède utilisé pour la réalisation des croix sur un substrat est le suivant :

Une couche de résine photosensible (S1813) est d'abord déposée sur un substrat par centrifugation (spin-coating) à l'aide d'une tournette. Le solvant de la résine est en suite évaporé par recuit.

L'exposition de l'échantillon au rayonnement UV (λ=365 nm), pour y définir le système des croix, est alors réalisé avec un *mask aligner* MA750 (Fig. 2.35b), étant le temps d'exposition 10 s et l'énergie d'insolation 131 mJ/cm^2.

Après l'exposition, le développement est fait par immersion de l'échantillon dans une solution commerciale MF319 pendant 60 s.

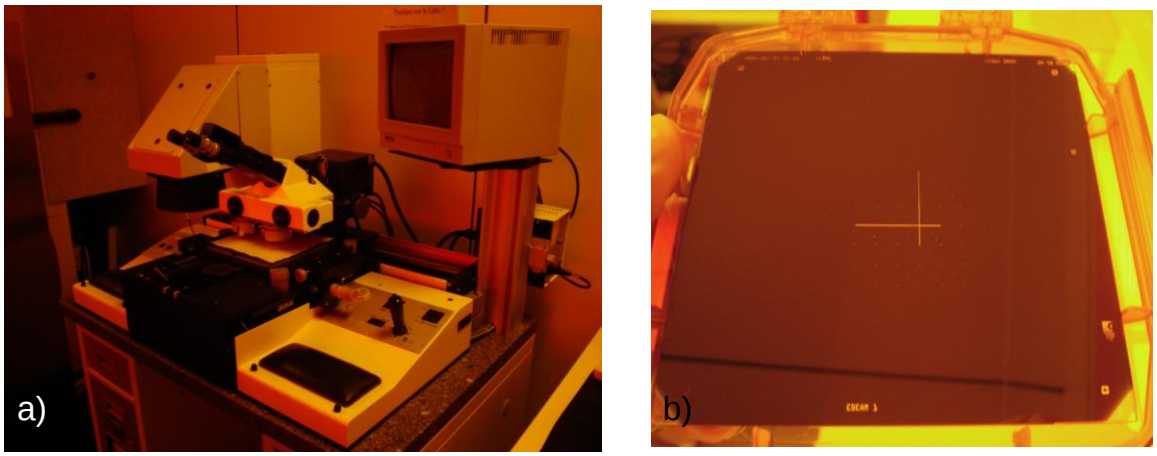


Fig. 2.35. a) Système de lithographie UV MA750 de Süss MicroTec. b) Masque utilisé pour la réalisation des croix d'alignement.

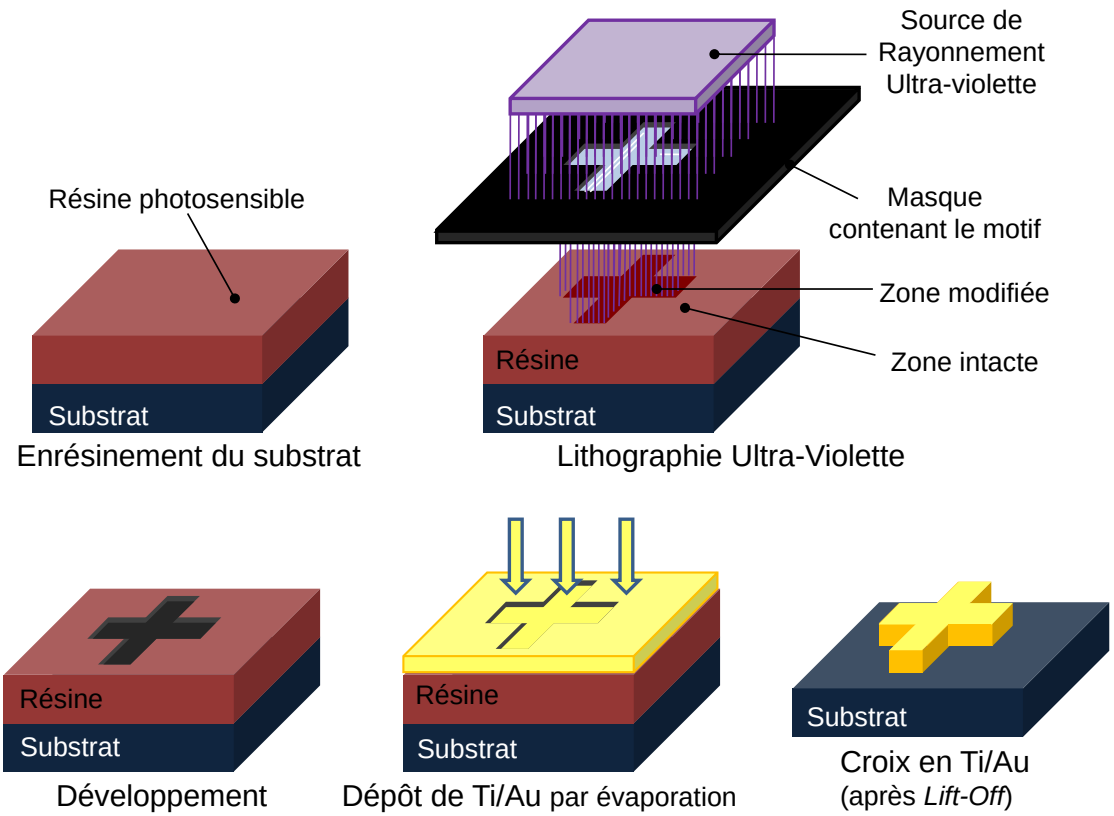


Fig. 2.36. Réalisation des croix d'alignement. Le système des croix est défini sur une résine photosensible par lithographie optique (Lithographie UV). Après le développement, le lift-off d'une couche de Ti/Au, déposée par évaporation, permet d'obtenir les croix sur le substrat.

Un dépôt métallique, soit par évaporation soit par pulvérisation cathodique, suivi d'un lift-off permettent alors d'obtenir les croix sur le substrat (Fig. 2.36).

Dans un premier temps, l'aluminium déposé par évaporation a été choisi pour la définition des croix d'alignement, puis il a été changé par une couche de Ti/Au et finalement par une bicouche Ta/Pt comme nous le verrons vers la fin du chapitre. La Fig. 2.37 présente des croix d'alignement réalisées sur des substrats de Si et des couches de Pt.

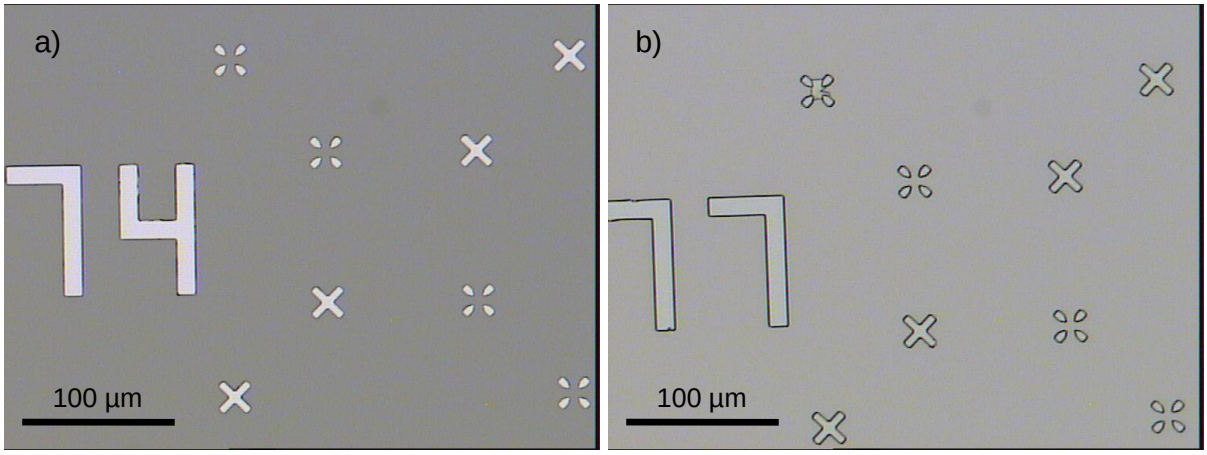


Fig. 2.37. Images par microscopie optique des croix d'alignement, réalisées par lithographie optique et lift-off d'une couche d'Al, sur a) un substrat de Si, b) un substrat de Pt.

D.3. Autofocus.

D.3.1. Le principe.

Le procédé de calibration de l'autofocus repose sur la routine de définition du système UV dite d'ajustement à trois points, citée précédemment. La routine à 3 points permet de construire un système de coordonnées liées à l'échantillon, en s'appuyant sur un groupe de 1, 2 ou 3 coordonnées connues dans celui-ci. On peut se donc se servir du système de croix d'alignement développé. En effet, les espacements, tant des lignes formant la croix principale, comme ceux de la grille de croix (type +) sont fixes et connus. Ces coordonnées idéales (U_i,V_i) peuvent alors être associées aux coordonnées de la platine (X_i,Y_i) via le logiciel de pilotage.

La méthode de calibration de l'autofocus requiert que le focus soit réglé lors de chaque une des associations des points (X_i, Y_i) avec les points (U_i, V_i). Les valeurs des distances de travail acquises ainsi que les coordonnées (X,Y), sont alors évaluées par le logiciel, afin d'obtenir le meilleur fit de la distance de travail W ayant une dépendance linéaire des coordonnés des trois points (e. g. les pentes sur X et sur Y sont calculées). A partir de ces valeurs, la distance focale correcte est calculée. La distance du travail, pour un point (X, Y) sera alors déterminée selon l'équation :

$$W(X, Y) = W_0 + (X-X_0)\, Mx + (Y-Y_0)\, My \qquad (2.8)$$

où W est la distance de travail et, Mx et My, les pentes sur X et Y respectivement. De cette façon, lorsque la platine se déplacera dans n'importe quel point sur l'échantillon, le logiciel d'opération ajustera automatiquement la valeur de la distance de travail (Fig. 2.38).

Le succès de l'autofocus dépendra donc de deux facteurs : la précision avec laquelle le système UV est construit et la précision avec laquelle le réglage du focus est fait à chaque un des trois points servant à construire le système UV.

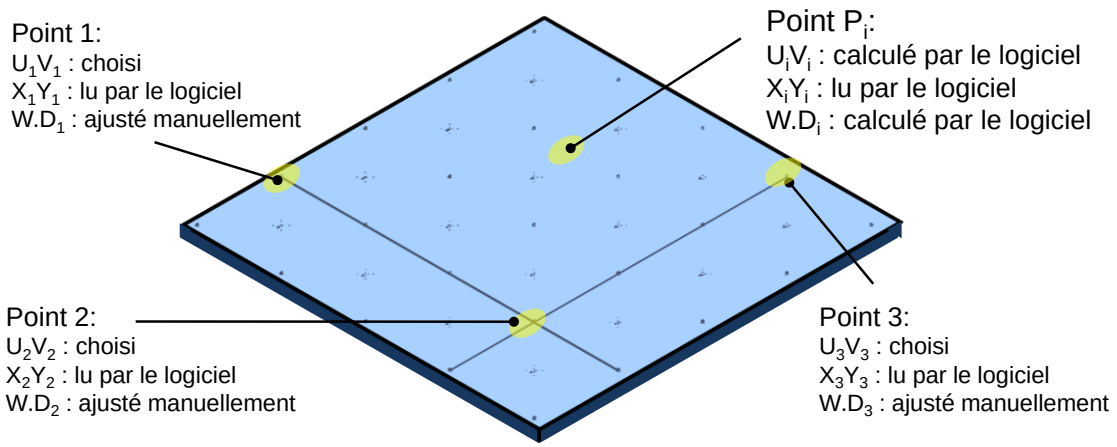


Fig. 2.38. Schéma représentant le principe de l'autofocus. Lors de la réalisation du système UV ajusté à trois points, la distance focale WD (working distance) est réglée manuellement à chaque point. A partir de ces donnés, le logiciel d'opération pourra ajuster, par interpolation, la distance focale pour tout point P_i (U_i,V_i) sur l'échantillon.

D.3.2. Mise en place de l'autofocus.

Une fois le principe et la réalisation de l'autofocus expliqués, passons à sa mise en place pour la réalisation des réseaux des lignes par lithographie électronique.

Des réseaux des lignes de période 500 nm ont été réalisés sur deux échantillons, appelés ETOP004 et ETOP005 respectivement. Chaque échantillon consiste en un substrat de Si avec des croix d'alignement, définies par lift-off d'une couche d'Al, et sur lequel une fine couche de PMMA a été déposée : 26.8 nm pour ETOP004 et 26.2 nm pour ETOP005.

Les réglages de faisceau utilisés, une tension d'accélération de 30 keV, un courant de 50 pA, un grossissement de 150X, ont été les mêmes pour les deux échantillons. Les paramètres d'insolation, un *writefield* de 500 µm, une dose linéique de 500 pC/cm, un *step size* de 7.6 nm, ont été aussi similaires pour les deux expositions. Chaque réseau des lignes est inscrit dans une zone carré de 500 µm, c'est-à-dire, la totalité du *writefield*.

Lors de la lithographie électronique, la routine de calibration de l'autofocus a été effectuée préalablement à l'insolation sur chaque un des échantillons.

Après le développement correspondant, les échantillons ont été gravés, encore une fois, dans les mêmes conditions.

La caractérisation de la topologie obtenue a été réalisée à l'aide du microscope à force atomique (AFM). La Fig. 2.42 montre des images AFM prises sur chaque échantillon.

A partir des ces images, on peut constater une nette amélioration de la reproductibilité du procédé de lithographie électronique, pour la réalisation d'un motif de taille nanométrique, tant au sein d'un même échantillon, comme d'un échantillon à l'autre, grâce à la mise en place de l'autofocus.

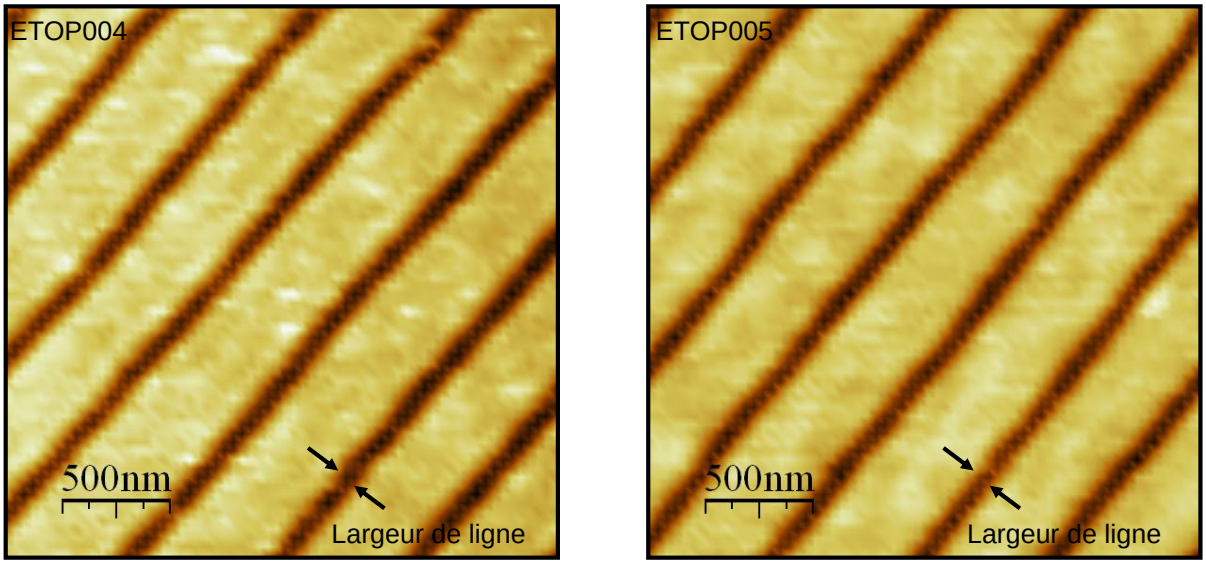


Fig. 2.39. Images par microscopie à force atomique des réseaux des lignes de période 500 µm réalisés par lithographie électronique, montrant la reproductibilité atteinte grâce à la utilisation de l'autofocus.

D.4. Positionnement précis des motifs.

La routine de définition du système *UV* par ajustement à trois points, en même temps que le système des croix d'alignement développé, nous ont permis, jusque à présent, la mise en place de l'autofocus, entraînant une amélioration de la reproductibilité des motifs. Nous allons maintenant nous intéresser à la précision avec laquelle la tâche du positionnement de l'échantillon est réalisée.

D.4.1. Alignement global.

Comme cela q été évoqué précédemment, lorsque l'échantillon doit être déplacé, à l'aide de la platine porte-échantillon, ce déplacement est à l'origine d'une erreur, dit mécanique, de positionnement. Des erreurs ΔX et ΔY seront donc introduits indépendamment par chaque un des axes motorisés.

Considérons le cas d'un motif, réalisé par lithographie électronique, composé de deux barreaux horizontaux, dessiné dans un writefield de 200 µm (Fig. 2.40a). La position de ce motif, sur l'échantillon, a été définie en utilisant un système UV reposant sur la grille de croix d'alignement, de tel sorte que la position du centre du writefield coïncide avec le centre de l'un des systèmes des croix de type x (Fig. 2.40b). La Fig. 2.43c montre des images, prises après développement, de deux expositions différentes du motif. On y trouve qu'il existe un décalage très important (100 µm dan un cas, 70 µm dans l'autre) entre la position nominale du centre du writefield et la position réelle.

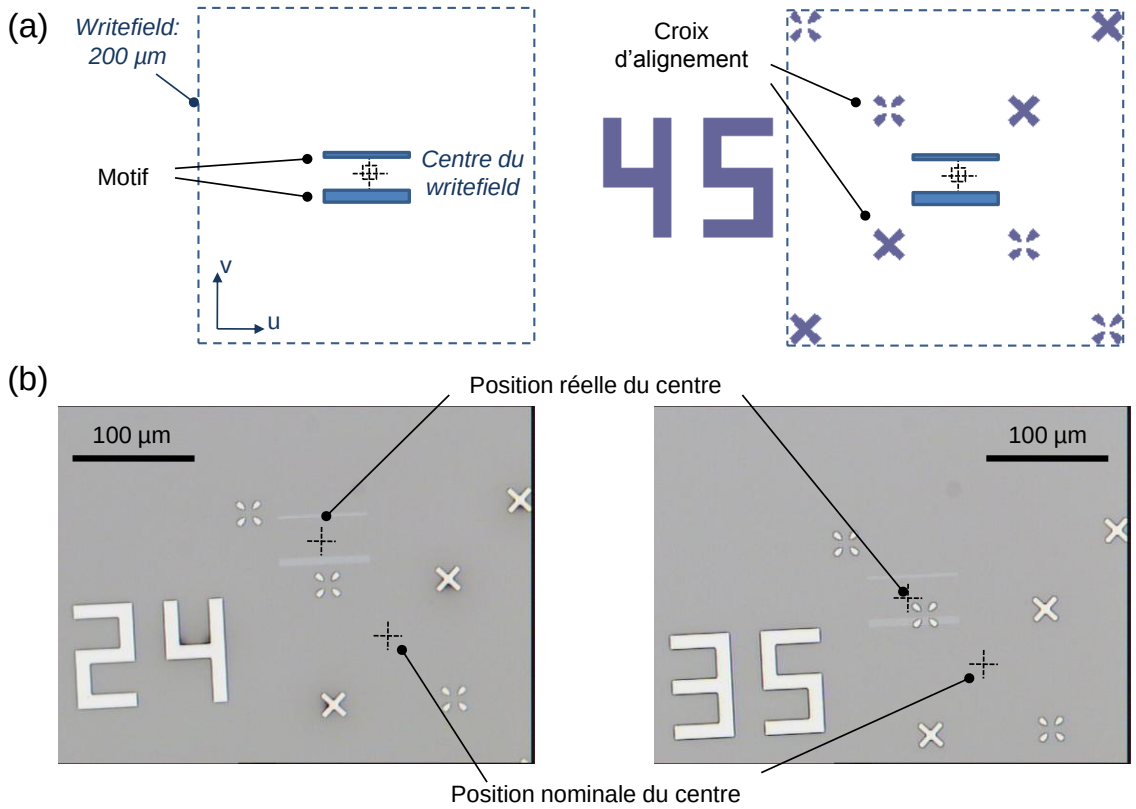


Fig. 2.40. a) Schéma représentant le motif réalisé dans un writefield de 200 µm, au centre du système de croix x. b) Images par microscopie optique montrant le décalage entre les positions réelles et nominales du writefield pour deux expositions différentes du même motif.

Or, l'erreur sur la position, introduit par le déplacement de la platine, ne représente pas un problème en lui-même. Ce sont, plutôt, tant l'ensemble du procédé technologique de réalisation des structures (e.g. besoin ou pas d'un alignement des différents niveaux de structuration), comme, bien évidemment, l'utilisation qu'on leur donne, qui vont déterminer si une telle imprécision sur la position est négligeable ou si elle est, au contraire, critique, et donc quelque chose à surmonter. Dans le cadre de nos expériences, il est indispensable de rendre compatible l'étape d'élaboration des structures par lithographie électronique, avec d'autres possibles étapes de structuration (e.g. des étapes supplémentaires de lithographie optique ou électronique). Une telle compatibilité peut être atteinte, en partie grâce au système des croix développé, à condition que l'erreur du positionnement soit inferieur à la taille des structures.

D.4.2. Alignement individuel.

L'erreur de positionnement, introduit par le déplacement de la platine peut être surmontée, comme il a été évoqué précédemment, grâce au système des croix d'alignement développé en réalisant une correction numérique des coordonnées au sein du writefield. Le principe de la correction repose sur la comparaison des positions nominales des marques avec les positions réelles de celles-ci (correction du writefield). En plus, chaque croix peut être utilisée elle-même pour effectuer les réglages du faisceau (i.e. focus et correction de l'astigmatisme). Etant donné que chaque cellule contient un système de croix définissant trois tailles de writefield, une unique position (Uj,Vj) sera associée à la totalité de la cellule. C'est pourquoi nous appellerons par la suite cette façon de procéder comme l'*alignement individuel*.

Lorsque l'alignement individuel est appliqué pour la réalisation d'un motif, la position absolue de celui-ci sur l'échantillon dépendra uniquement de sa position au sein du writefield. Cette dernière étant définie lors de la conception du motif via le logiciel. Ainsi, le positionnement d'un motif quelconque sur l'échantillon sera accompli avec une précision élevée. Afin de constater ceci, le motif consistant en deux barreaux, réalisé précédemment avec un alignement global et grâce auquel l'erreur mécanique a été mis en évidence, a été fait à nouveau sur le même échantillon mais en utilisant l'alignement individuel (Fig. 2.41). Le résultat est clair, en utilisant l'alignement individuel, la position réelle du motif corresponde à sa position nominale.

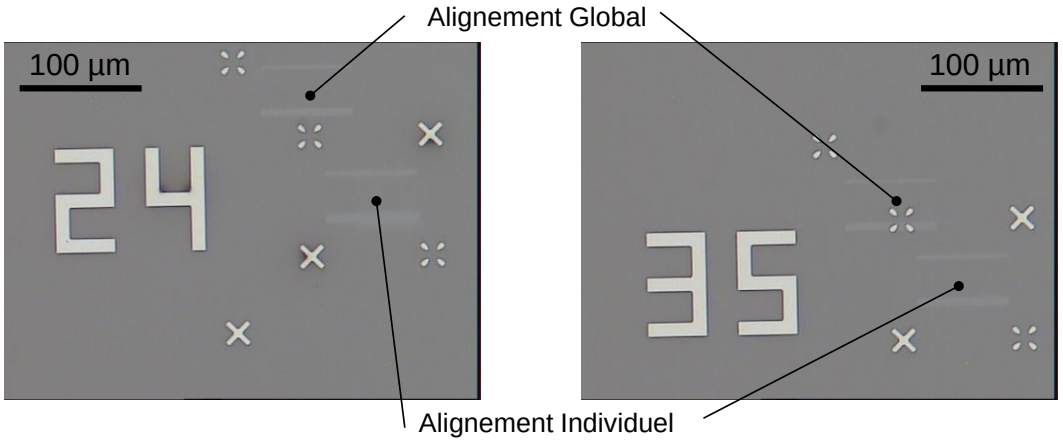


Fig. 2.41. Images par microscopie optique des motifs réalisés par lithographie électronique comparant le positionnement accompli en utilisant un alignement individuel au positionnement obtenu avec un alignement global.

Bien que l'utilisation de l'alignement individuel impose, d'un part que la taille du writefield soit égale à 100 µm, 200 µm ou 500 µm, et d'autre part que une seule structure peut être réalisée dans chaque cellule, le gain au niveau de précision du positionnement est considérable.

D5. Optimisation des croix d'alignement.

Comme cela a été évoqué précédemment, les croix d'alignement ont été initialement fabriquées en aluminium. Toutefois, la réalisation de la lithographie électronique en utilisant la stratégie dite *d'alignement individuel* repose sur l'observation des croix. Cette observation doit être effectuée à travers une bicouche de résine dont l'épaisseur est de l'ordre de 300 nm (Fig. 2.42a). Lorsque les croix sont définies en Al, cette observation peut se rendre extrêmement compliquée à cause du faible contraste obtenu (Fig. 2.42b). En revanche, lorsque les croix réalisées en Ta/Pa le contraste est notablement amélioré (Fig. 2.42c). De plus, ces matériaux peuvent être déposés par pulvérisation cathodique, ce qui permet d'une part de réduire le temps de fabrication par rapport au dépôt d'Al (déposé par évaporation), et d'autre part de profiter de la présence de collerettes pour effectuer le réglage du focus ainsi que de l'astigmatisme.

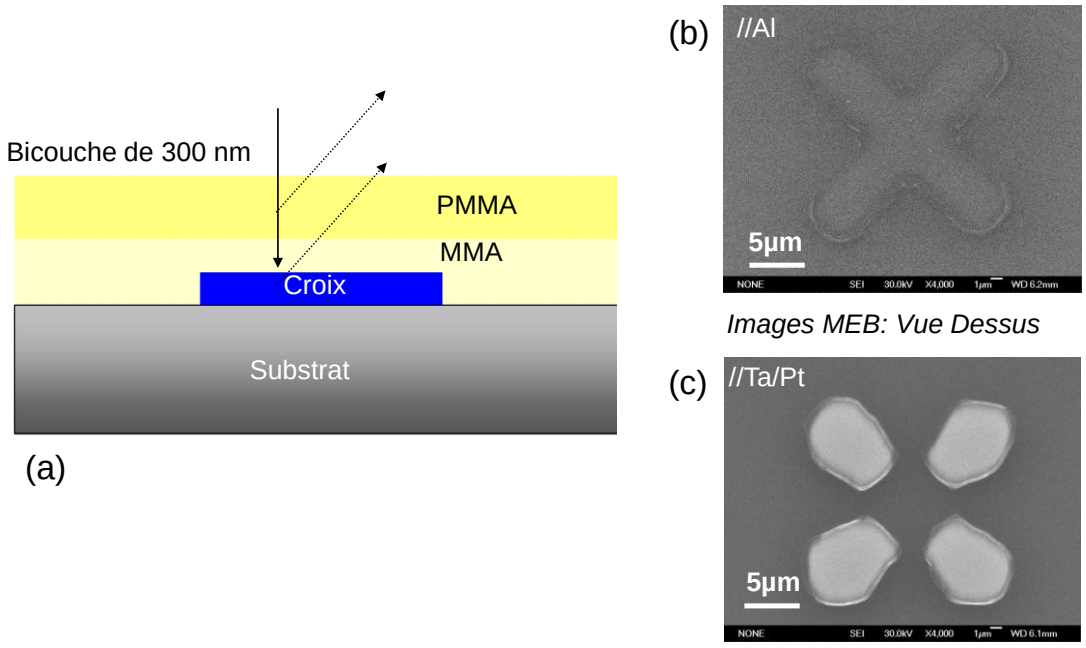


Fig. 2.42. a) Schéma illustrant l'observation des croix d'alignement à travers une bicouche de résine. b) Contraste obtenu pour des croix réalisées en Al. b) Contraste obtenu pour des croix réalisées en Ta/Pt.

D.6. Prise de contacts.

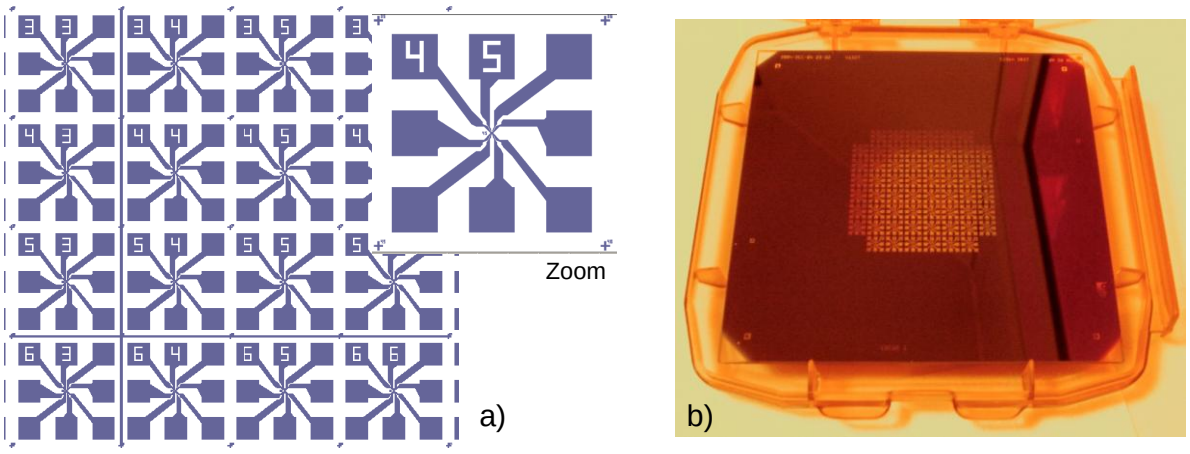


Fig. 2.43. a) Schéma du masque contenant les motifs pour la réalisation des électrodes de mesure. Zoom : Chaque cellule contient 8 électrodes. b) Photo du masque Ebeam3.

Comme nous le verrons dans les chapitres 3 et 4, les nanostructures que nous cherchons à fabriquer et étudier seront caractérisées par de mesures de magnéto-transport. Ceci implique évidement l'emplacement d'électrodes qui permettent faire passer un courant à travers ces structures. Cette tâche s'avère compliqué lorsque l'on considère que la taille des objets en question est de l'ordre de la centaine de nanomètres.

La prise de contacts est pourtant possible grâce au jeu de masques de lithographie optique, nommées *EBeam1* et *Ebeam3* respectivement, disponibles au CC Minalor. Le masque Ebeam1 il contient le système de croix d'alignement qui a été présenté précédemment. En revanche le masque Ebeam3 contient les motifs correspondants aux électrodes de mesure (Fig. 2.43). La réalisation d'électrodes de mesure est similaire à celle utilisée pour la réalisation de croix. Toutefois, le matériau utilisé pour définir les contacts est l'Au. Celui-ci est déposé par évaporation à effet joule avec une couche d'accrochage de Ti.

La Fig. 2.44 illustre comment une nanostructure effectuée par lithographie électronique peut être caractérisée macroscopiquement grâce aux techniques présentées dans ce chapitre.

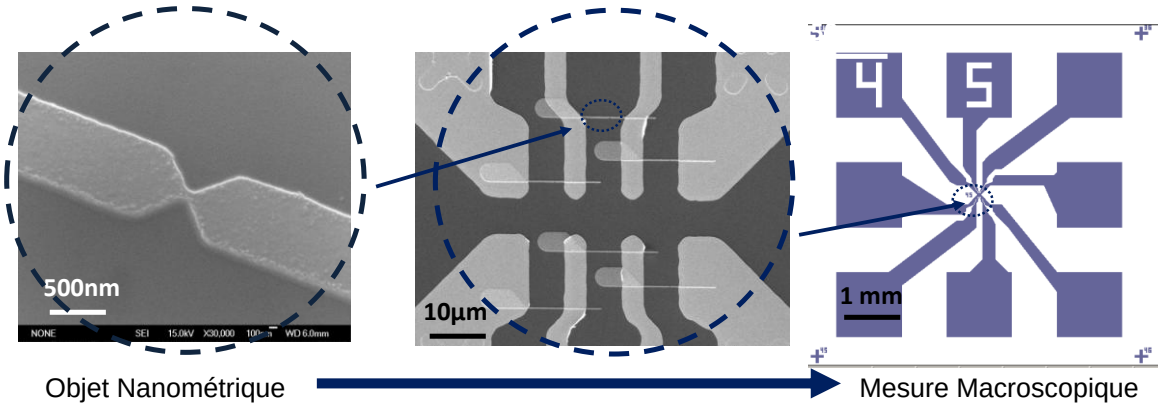


Fig. 2.44. Schéma présentant le passage depuis un objet fabriqué à l'échelle submicronique jusqu'à la mesure de cet objet à une échelle macroscopique.

E. Conclusions.

La technique de lithographie électronique a été implémentée et optimisée pour la réalisation de structures de taille sub-micronique. Notamment, une stratégie d'exposition dite d'alignement individuel a été développée afin de contrôler avec une haute précision le positionnement des nanostructures dans un substrat. Pour cela un système de marques d'alignement a été développé et sa mise en place a été optimisée.

L'utilisation d'un jeu de masques de lithographie optique pour la fabrication des croix d'alignement ainsi que pour la définition des électrodes de mesure met en valeur la complémentarité des lithographies optique et électronique. Cette complémentarité nous permettra de fabriquer et caractériser les dispositifs qui seront présentés dans les chapitres suivants.

F. Références.

[1] Wei Chen and Haroon Ahmed. Fabrication of 5-7 nm wide etched lines in silicon using 100 keV electron-beam lithography and polymethylmethacrylate resist. Appl. Phys. Lett. 62, 1499 (1993).

[2] C. Vieu, F. Carcenac, A. Pépin, Y. Chen, M. Mejias, A. Lebib, L. Manin-Ferlazzo, L. Couraud, H. Launois. Electron Beam Lithography: resolution limits and applications. Applied Surface Science 164, 111 (2000).

[3] Wittels. Fine line lithography. Chapter 1: Fundamentals of electron and x-ray lithography. North-Holland Publisher Company, 1980.

[4] I. Haller, M. Hatzakis, R. Srinivasan. High-resolution positive resists for electron-beam exposure. IBM J. Res. Develop. 12, 251 (1968).

[5] M. Hatzakis. Electron resists for microcircuit and mask production. J. Electrochem. Soc. 116, 1033 (1969).

[6] Dietrich Meyerhofer. J. Appl. Phys. 49, 3993 (1978).

[7] H. Hiraoka. Radiation chemistry of poly(methacrylates). IBM J. Res. Dev. 21, 121 (1977).

[8] J. O. Choi, J. A. Moore, J. C. Corelli, J. P. Silverman, H. Bakhru. Degradation of poly(methylmethacrylate) by deep ultraviolet, x-ray, electron beam, and proton beam irradiations. J. Vac. Sci. Technol. B 6, 2286 (1998).

[9] A. N. Broers. Resolution limits for electron-beam lithography. IBM J. Res. Develop. 32, 502 (1988).

[10] Laurent Malaquin. Dispositifs ultra-sensibles pour le nano-adressage électrique. Application à la détection de biomolécules. Thèse de doctorat. Université Paul Sabatier Toulouse III (2004).

[11] W. Chen. Nanotechnology Resolutions limits and ultimate resolution. PhD thesis. University of Cambridge (1994).

[12] J. S. Greeneich. Developer characteristics of Poly-(Methyl Methacrylate) electron resist. J. Electrochem. Soc. 122, 970 (1975).

[13] P. Rai-Choudhury. *Microlithography, Micromaching and Microfabrication*. Vol. 1. SPIE-The International Society for Optical Engineering.

[14] PCD Blanker operation manual. Deben UK Ltd. (2001).

Chapitre 3

Films Magnétiques à Topologie Modulée

A. Introduction

A.1. Anisotropie magnétique.

Le comportement d'un dispositif magnétorésistif résulte de l'influence de la configuration magnétique sur la conduction électrique. La configuration magnétique est elle-même contrôlée par le champ appliqué et les propriétés magnétiques du dispositif. L'introduction d'une anisotropie magnétique est le principal moyen de contrôler la réponse en champ d'un objet magnétique. Ce contrôle est fondamental tant pour l'étude que pour l'utilisation des dispositifs. Ce contrôle doit porter à la fois sur la direction et sur l'intensité de l'anisotropie, notamment pour des applications de type capteurs.

Parmi les différentes façons d'introduire une anisotropie magnétique, nous pouvons trouver de manière non exhaustive dans la littérature :

a) l'application d'un champ pendant la croissance de la couche magnétique ou recuit de la couche magnétique sous champ magnétique.

b) l'utilisation de l'anisotropie de forme. L'anisotropie de champ démagnétisant (ou magnétostatique) se traduit par l'apparition d'un champ de sens opposé à celui de l'aimantation, généralement dans une direction particulière de la couche qui est définie par sa forme.

c) l'anisotropie magnéto-cristalline. Elle est le reflet de la symétrie du cristal et se traduit par une contribution de volume.

d) l'anisotropie liée à la brisure de symétrie qui apparaît à une surface libre ou à une interface avec un autre matériau.

e) l'anisotropie magnéto-élastique liée à la présence de contraintes exercées par le substrat sur la couche déposée et qui modifie son paramètre cristallin.

f) l'anisotropie induite par échange entre une couche composée d'un matériau ferromagnétique et une couche composée d'un matériau antiferromagnétique.

Dans notre étude, nous avons recherché une méthode qui permet un contrôle local de l'anisotropie. Cette dernière doit pouvoir être modulée spatialement à la fois en intensité et en direction. Elle doit être versatile, facile à mettre en œuvre sans bloquer pour autant l'architecture de la multicouche. Dans ce cas, les solutions (a), (c), (d), (e) et (f) ne sont pas exploitables de manière simple. La seule solution repose sur l'utilisation de l'anisotropie induite par la forme de la multicouche magnétique. Ce chapitre est donc consacré à l'étude du contrôle local de l'anisotropie magnétique d'une couche mince ferromagnétique via la modulation de sa topologie.

Dans ce domaine de recherche, différents types de substrats non plans ont été utilisés afin d'y déposer des couches minces magnétiques. Dans la majorité des cas, l'anisotropie induite est une anisotropie magnétique uniaxiale dans le plan des couches. Nous allons, dans la suite de ce paragraphe, résumer les observations faites sur ces systèmes.

A.2. Systèmes ayant une anisotropie induite dans le plan.

A.2.1. Couches déposées sur des surfaces à topologie en forme de V.

Oepts et coll. [1] ont déposé des couches de permalloy sur des substrats de InP présentant une topologie en forme de V. En partant d'une surface InP(001) et en utilisant un masque constitué de bandes, une attaque chimique anisotrope révèle les plans (111). La surface obtenue se compose alors de plans (111) formant des V d'angle d'ouverture égal à 55° et de largeur égale à 2000 Å. Les couches sont déposées par pulvérisation cathodique avec le flux de particules incident parallèle à la direction [001] du substrat. Elles conservent la topologie du substrat. La présence d'une anisotropie uniaxiale avec l'axe de facile aimantation parallèle à l'axe des V a été mise en évidence dans ces couches. L'amplitude de cette anisotropie est indépendante de l'épaisseur de la couche déposée. La contribution des effets de champ démagnétisant a été évaluée par simulation numérique entre 160 et 200 Oe en fonction de l'épaisseur de la couche (de 80 à 1000 Å) tandis que l'amplitude de l'anisotropie mesurée est de 318 Oe. L'origine de cette anisotropie n'est donc pas seulement magnétostatique. Les autres contributions éventuelles n'ont pas été étudiées.

A.2.2. Couches déposées sur des surfaces vicinales régulières.

Les films déposés sur des substrats de Si(111) vicinales à amas de marche possèdent une anisotropie uniaxiale avec un axe facile parallèle aux marches. Différents types de films, épitaxiés et texturés (élaborés par épitaxie par jets moléculaires) ou polycristallins (élaborés par pulvérisation), ont été étudiés au cours des thèses de Magali Sussiau [2] et Armando Encinas [3]. L'amplitude et la dépendance en épaisseur de l'anisotropie évolue considérablement selon la structure du film. Pour les films polycristallins élaborés par pulvérisation qui nous intéressent dans ce travail de thèse, la taille des grains étant inférieure à la période de la modulation, l'anisotropie s'explique uniquement par un effet de forme. Cette anisotropie a été exploitée dans des films simples pour la réalisation de capteurs à effet Hall planaire [4] et dans des multicouches du type vanne de spin [3]. L'utilisation de tels substrats pour la réalisation de jonctions tunnel est attractive puisqu'elle permet une meilleure analyse des caractéristiques grâce à une meilleure maîtrise de la configuration magnétique (Fig. 3.1). De plus, l'introduction volontaire d'une certaine rugosité peut permettre d'étudier son influence sur les caractéristiques des jonctions.

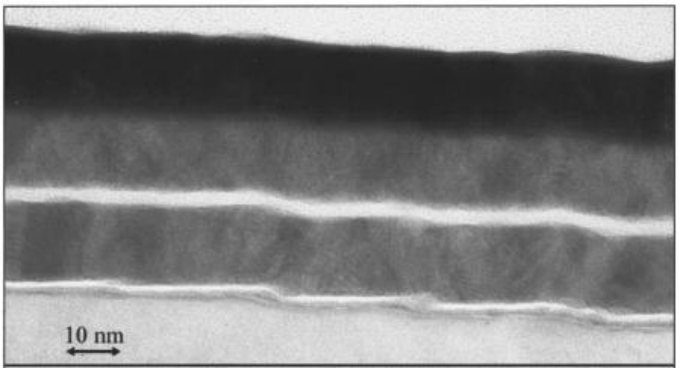


Fig. 3.1. Image obtenue par microscopie TEM sur une jonction tunnel déposée sur un substrat avec accumulation de marches monoatomiques [5].

A.2.3. Couches structurées après le dépôt sur une surface.

Un autre moyen pour induire une anisotropie de forme est de structurer la couche elle-même soit par auto-assemblage, soit en utilisant les techniques de mise en forme de type lithographie et gravure issues de la microélectronique. Les preuves de concept dans ce domaine sont nombreuses. La seule difficulté repose sur le contrôle de la structure en domaines dans la nanostructure. En effet, réduire la taille latérale d'une couche mince revient à perturber sa structure en domaines. Ainsi, pour un matériau donné, de nombreuses structures en domaines peuvent être stabilisées suivant la forme et la taille de l'objet [6]. Cette technique impose la réalisation de la nanostructure après le dépôt du film mince.

Une technique originale de fabrication avait été proposée à l'aide de la scie atomique [7]. Dans ce cas, une anisotropie magnétique uniaxiale planaire a été observée dans des couches de Fe, d'épaisseur comprise entre 20 à 50 Å, déposées sur des substrats de MgO(001) ayant été *compressées* par la méthode de la scie atomique. Lorsque la direction de compression est selon l'axe [100] du MgO, la couche de Fe se coupe en bandes alignées le long de la direction [010] du MgO, c'est à dire le long de la direction [110] du Fe. Dans ce type de système, l'axe d'anisotropie observé est perpendiculaire aux bandes. L'origine de cette anisotropie est liée à une relaxation anisotrope et est donc uniquement magnéto-élastique. Les effets de forme sont complètement gommés.

A.3. Objectifs et réalisation dans le cadre de la thèse

Nous nous intéressons au contrôle de l'anisotropie d'une couche ferromagnétique via sa topologie, c'est-à-dire, nous cherchons à obtenir une contribution purement de forme. Un procédé de structuration indépendant du dépôt est aussi souhaité. La modulation de la topologie du film magnétique sera alors obtenue par dépôt d'une couche du matériau sur un substrat présentant la modulation désirée.

Nous proposons de développer une nouvelle approche en préstructurant le substrat sous forme de *bandes* ou *sillons*. Le substrat de départ est composé de Si et à l'aide de la lithographie électronique et de la gravure ionique, nous allons transférer ce motif dans le substrat de Si. D'un point de vue magnétostatique, la technique est donc analogue à celle des couches déposées sur substrat vicinal avec l'avantage de pouvoir moduler spatialement la direction et l'intensité de l'anisotropie.

B. Fabrication.

B.1. Présentation du procédé.

La modulation de la topologie du film magnétique sera donc obtenue par dépôt d'une couche du matériau magnétique sur un substrat présentant la modulation désirée. Dans ce premier paragraphe, nous allons présenter les étapes technologiques nécessaires à la préstructuration.

Dans nos expériences, la modulation de la topologie du substrat est obtenue selon le procédé suivant : des motifs composés de réseaux des lignes sont définis par lithographie électronique sur une couche de résine déposée sur le substrat (Fig. 3.2-I). Ces motifs sont ensuite transférés dans le substrat à l'aide d'une gravure ionique (Fig. 3.2-II). Lors de la gravure, l'effet de masquage va se traduire par la formation d'un relief dans le substrat.

Le dépôt du matériau magnétique sera alors effectué sur les zones du substrat présentant une modulation (Fig. 3.2-III).

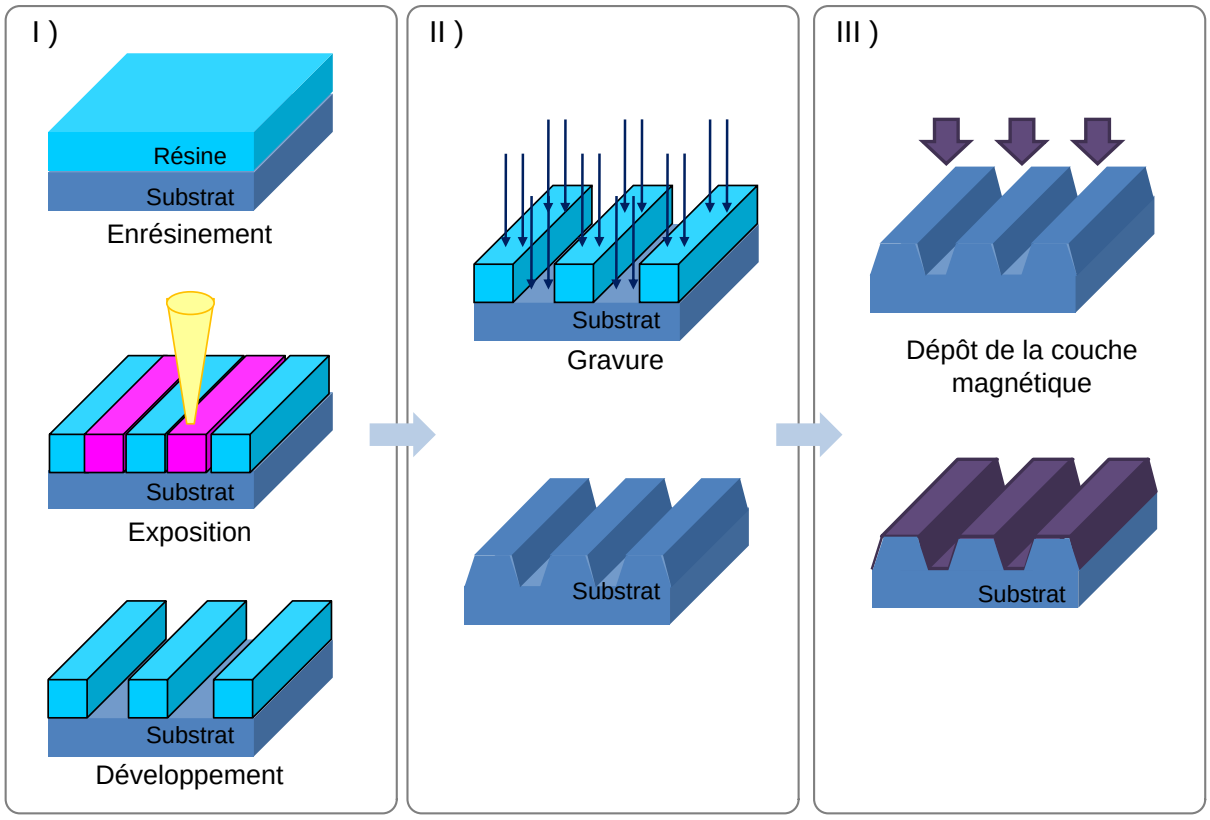


Fig. 3.2. Schéma représentant le procédé de fabrication des films à topologie modulée. I) Définition de réseaux des lignes sur une couche de résine déposée sur le substrat dont la topologie sera modulée localement. Les réseaux sont effectués par lithographie électronique. II) Transfert du motif sur le substrat par gravure ionique. III) Dépôt du matériau magnétique en couche mince.

B.2. Elaboration des réseaux.

L'élaboration des réseaux de lignes sur une couche de résine constitue le point de départ de la modulation de la topologie du substrat. C'est dans cette étape que, tant la période de la modulation que les dimensions de la région où celle-ci sera introduite sont choisies.

B.2.1. Conception des structures.

Comme cela a été évoqué dans le chapitre 2, l'insolation des motifs peut être accomplie soit en utilisant des doses surfaciques, soit en utilisant des doses linéiques (Fig. 3.3). C'est-à-dire, l'écriture des lignes peut se faire soit en une succession de rectangles, soit en une succession de *vraies lignes* (lignes d'un seul pixel de largeur). La période de la modulation sera alors déterminée par la distance entre les lignes/rectangles. Puisque nous cherchons à obtenir des réseaux ayant une haute densité (période de l'ordre de 300 nm), ceux-ci ont été dessinés en utilisant des lignes d'un seul pixel.

B.2.2. Les effets de proximité.

La complexité de la réalisation des réseaux de lignes est mise en évidence lorsque les interactions électrons-matière sont considérées. En effet, bien que le faisceau d'électrons focalisé forme une sonde très fine à la surface, lorsqu'il pénètre la résine, les électrons le constituant subissent des nombreux événements de dispersion aux petits angles (*forward scattering*), entraînant ainsi l'élargissement du diamètre initial du faisceau. Au fur et à mesure que les électrons parviennent au substrat, certains d'entre eux subissent des collisions à fort angle qui les renvoient dans la résine (*backscattering*) tout en les éloignant de leur point d'impact sur le substrat. Lors de ces phénomènes de dispersion, les électrons vont ralentir, en perdant leur énergie et produisant ainsi une cascade d'électrons de faible énergie : les électrons secondaires. Nous allons par la suite nous intéresser à chacune de ces interactions et à leur effet sur l'exposition de la résine.

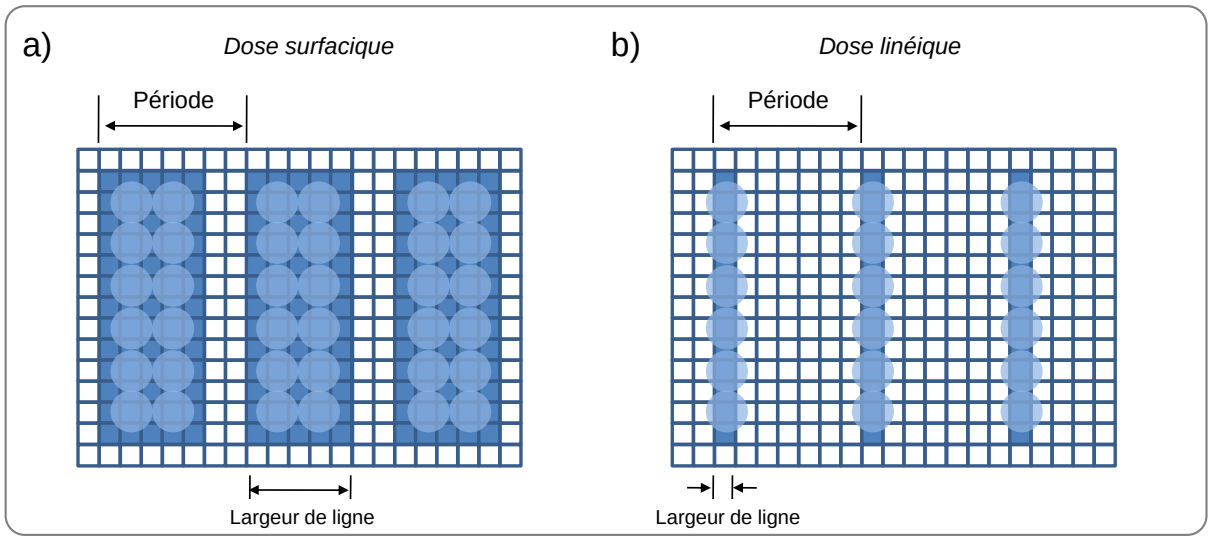


Fig. 3.3. Schéma représentant les deux possibilités d'écriture des lignes dans la résine. a) par l'utilisation d'une dose surfacique, b) par l'utilisation d'une dose linéique.

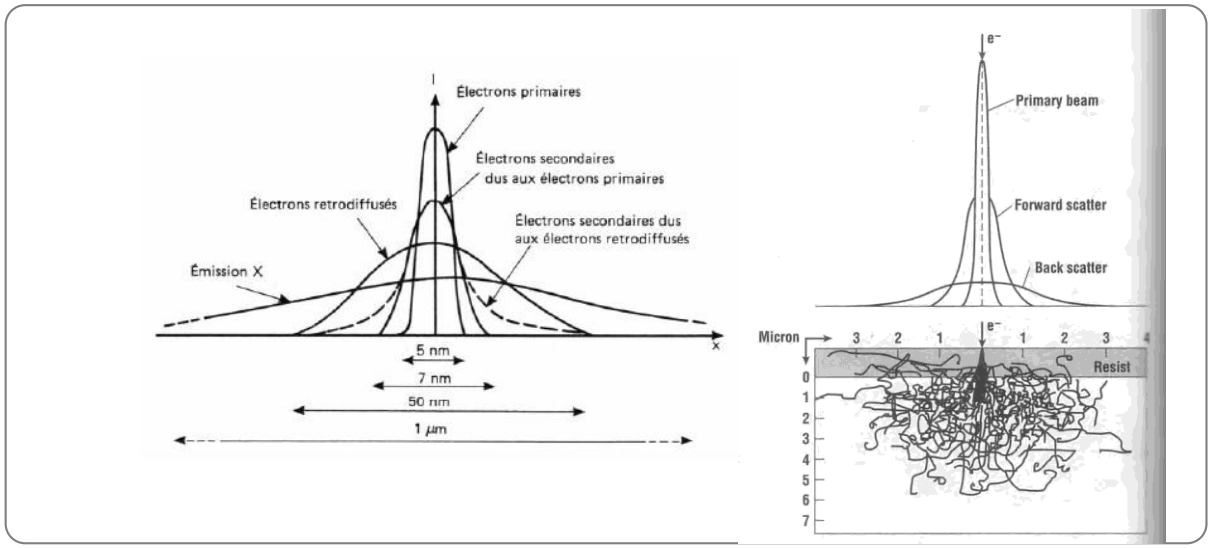


Fig. 3.4. a) Schéma représentant les profils d'élargissement du faisceau d'électrons pour les électrons primaires, secondaires et rétrodiffusés. b) trajectoire des électrons dans la résine et l'échantillon.

Les électrons secondaires. Lorsque les électrons du faisceau pénètrent la résine, une bonne partie de leur énergie sert à la formation d'électrons secondaires. Ces derniers, possédant des énergies comprises entre 2 et 50 eV, sont les responsables de la majeure partie de l'exposition de la résine. L'une des conséquences de ces interactions est l'élargissement du diamètre du faisceau (Fig. 3.4). Cet élargissement va déterminer la résolution la plus petite qui pourra être obtenue dans la pratique (de l'ordre de 20 nm). La taille des motifs obtenus est plus grande que la taille nominale prévue lors du dessin initial.

Le forward scattering. Lorsque le faisceau pénètre la résine, une fraction des électrons subit des événements de diffusion aux petits angles. Ceci se traduit par un élargissement du diamètre du faisceau d_f qui peut être exprimé par la relation empirique suivant $d_f = 0.9 (R_f/V_b)^{1.5}$, où R_f est l'épaisseur de la résine (en nm) et V_b est la tension d'accélération des électrons (en kV). Cet élargissement peut donc être minimisé en utilisant de faibles épaisseurs de résine et une tension d'accélération élevée.

Les électrons rétrodiffusés (backscattering). Au fur et à mesure que les électrons traversent la résine vers le substrat, un bon nombre d'entre eux subira une dispersion aux grands angles. Ces électrons peuvent revenir en arrière à travers la résine, à une distance significative du faisceau incident, entraînant une exposition dans des régions qui ne devraient pas être insolées (Fig. 3.4b). Ce phénomène est appelé *l'effet de proximité*.

La combinaison de ces phénomènes de dispersion se traduit par un profil de déposition d'énergie sur la résine qui est décrit typiquement par la somme de deux gaussiennes (Fig. 3.5) :

$$E(r) = k\left[\exp\left(-\frac{r}{a}\right)^2 + \eta\frac{\alpha^2}{\beta^2}\exp\left(-\frac{r}{\beta}\right)^2\right] \qquad (3.0)$$

a)

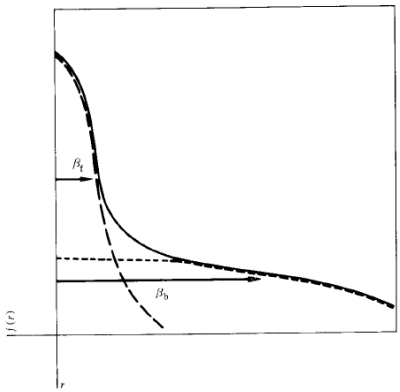


Figure 2 Schematic of the proximity function. The forward-scattered distribution (— — —) has characteristic width β_f, while the backscattered distribution (----) has characteristic width β_b.

b)

Table 1 Proximity function parameters for silicon substrates.

Ref.	*Resist thickness* (μm)	*Electron energy* (keV)◇	β^*_f (μm)	β_b (μm)	η_E
[5b]	1.0	20	—	2.5†	—
[8]	0.6	25	0.1	1.0	0.6
[13]	0.5	25	0.06‡	2.6	0.51
[17]	0.6	25	0.25	2.35	0.86
[18]	1.2	20	—	—	0.91
[19]	0.6§	20	—	—	1.0
[20]	0.5	20	0.3	1.6	0.33*

*Determined from c_f and c_b values.
†Deduced from graphic data.
‡Except for the data from Ref. [14] for a point source. β_f implicitly involves a convolution of the incident beam distribution with the forward-scattering distribution.
§Copolymer. COP.
◇1 keV = 1.602×10^{-16} J. Throughout text energy values are given in keV.

Fig. 3.5. a) Représentation du profil d'insolation de la résine pour un substrat de Si en tenant compte des différentes sources d'élargissement du faisceau d'électrons. b) Le tableau donne les paramètres issus de la littérature pour la fonction E(r).

Dans cette équation, *r* est la distance depuis le centre du profil d'exposition, α et β les largeurs des distributions dues au *forward scattering* et au *backscattering* respectivement, η correspond au rapport d'intensités entre ces distributions, et *k* est une constante. Ces paramètres sont déterminés de manière empirique à partir de données expérimentales ou de résultats de simulations de Monte Carlo [8,9]. L'approximation de la double gaussienne permet d'approcher, d'une manière analytique simple, le profil d'exposition, en tenant compte de la contribution des phénomènes de dispersion électronique. De cette façon, le *forward scattering* intervient dans un volume à proximité du point d'impact du faisceau, tandis que le *backscattering* opère à une plus grande échelle. La zone réellement exposée est donc plus large que la simple projection de la taille de sonde dans l'épaisseur de la résine, zone volontairement exposée.

Pour déterminer l'étendue de la zone qui sera révélée, le profil d'exposition doit être comparé à la valeur de l'énergie correspondant au seuil de révélation (Fig. 3.6). Ce seuil correspond à la valeur limite du poids moléculaire permettant la révélation. Ainsi, les zones de la résine pour lesquelles l'apport d'énergie se situe en dessous de la valeur seuil ne seront pas révélées (Fig. 3.6a). Par contre, au dessus de ce seuil, la révélation est possible (Fig. 3.6b et c).

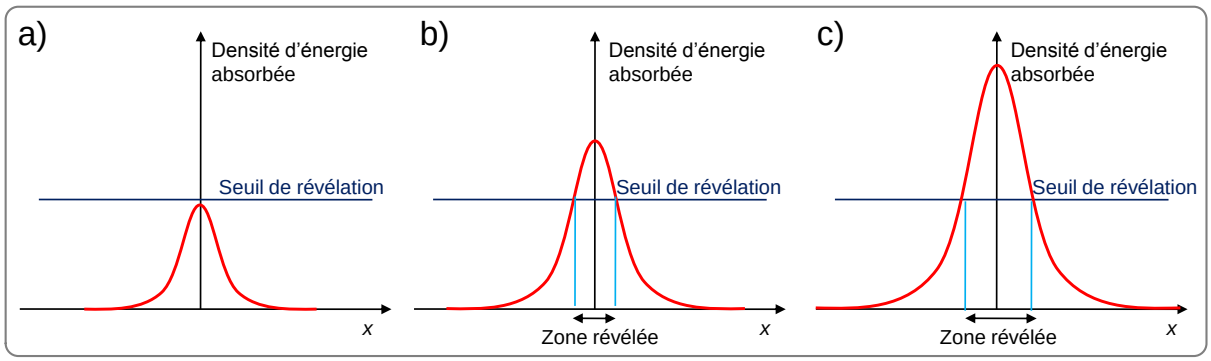


Fig. 3.6. Schéma représentant le profil d'énergie déposée dans la résine pour trois doses différentes. Les zones de la résine pour lesquelles l'énergie absorbée dépasse le seuil de révélation seront révélées. a) Motif sous dosé. b) motif correctement dosé et c) sur dosé.

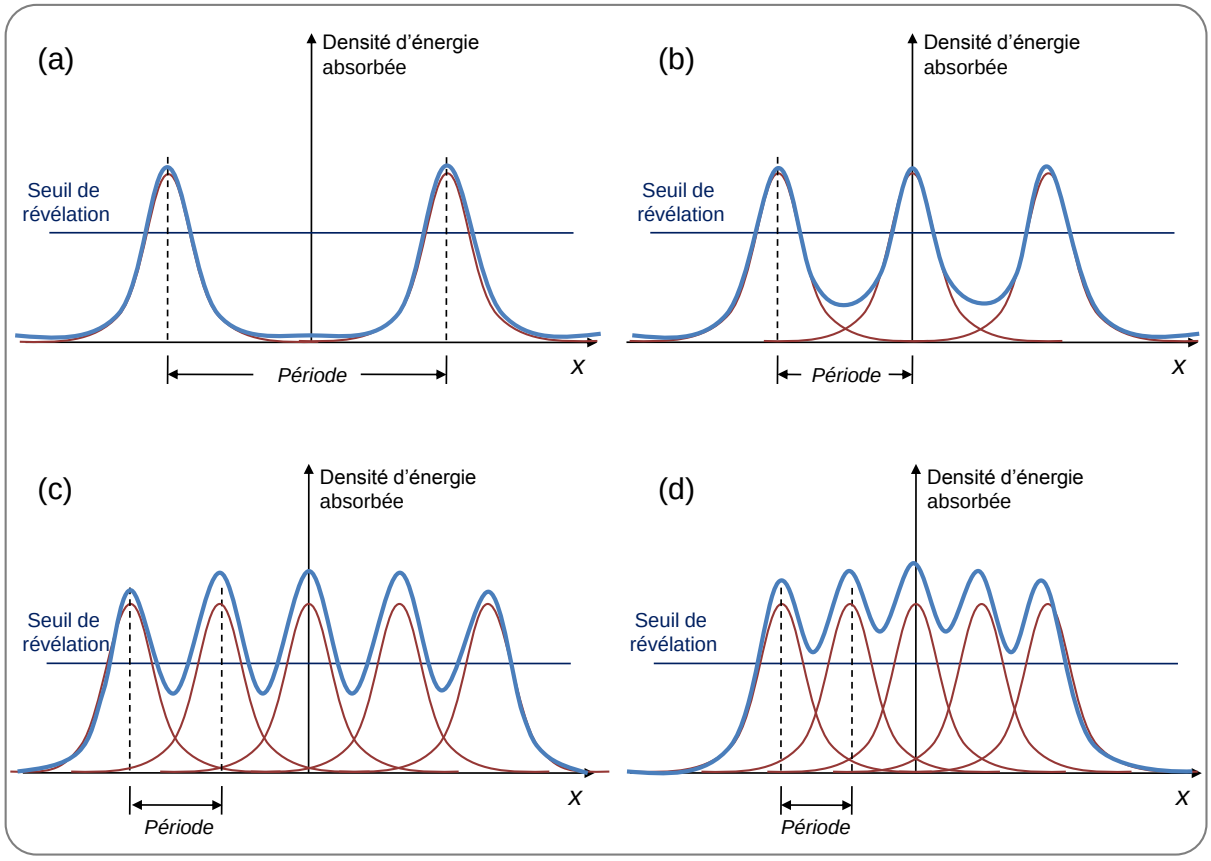


Fig. 3.7. Schéma représentant l'évolution du profil d'énergie déposé sur la résine en fonction de la période pour un réseau de lignes.

Dans le cas d'une ligne isolée, la répartition spatiale de l'énergie dans la résine obéira au profil décrit dans la figure 3.56. Pour des doses inférieures au seuil de révélation, aucun relief ne sera obtenu dans la résine et toute la résine sera dissoute dans le révélateur (Fig. 3.6a). Cependant, au dessus du seuil, un relief sera obtenu et la largeur de la ligne sera plus grande à mesure que la dose augmente (Fig. 3.6c).

Considérons maintenant le cas d'un réseau de lignes. Dans cette situation, la répartition globale de l'énergie s'obtient en sommant les contributions de chaque ligne insolée (Fig. 3.7). Lorsque les lignes sont suffisamment éloignées les unes par rapport aux autres, c'est-à-dire, dans le cas des grandes périodes, la répartition d'énergie est telle que la distribution de chaque ligne n'est pas affectée (Fig. 3.7a). Par contre, à mesure que la période du réseau diminue, la superposition des distributions devient de plus en plus importante : d'un côté, les effets de proximité contribuent à augmenter le niveau général d'énergie déposée, d'un autre côté, l'espace situé entre les lignes commence à être exposé (Fig. 3.7b). De plus, la répartition d'énergie autour des points d'insolation s'élargit, entraînant à la fois un élargissement des lignes révélées ainsi qu'une diminution de l'écart en énergie entre les zones insolées et l'espace interlignes, c'est-à-dire, une réduction du contraste (Fig. 3.7c). De cette façon, lorsque la période devient trop petite, le profil total d'énergie déposée va dépasser le seuil de développement et, en conséquent, nul contraste ne sera obtenu (Fig. 3.7d). Comme il a été indiqué précédemment, nous nous intéressons à la réalisation des réseaux de lignes dont la période est de l'ordre de 300 nm. La difficulté principale viendra donc de l'étroite gamme de doses permettant d'obtenir un contraste suffisant pour accomplir le réseau. L'optimisation de la dose devient ainsi la tache principale à accomplir.

Puisque les effets de proximité sont le résultat de la dispersion électronique, plusieurs paramètres nous permettront d'en réduire les effets. Ces paramètres sont: la tension d'accélération du faisceau d'électrons, l'épaisseur de la résine et la dose déposée. Une tension élevée et une faible épaisseur de résine permettront de diminuer le *forward scattering* et de diluer le *backscattering* au niveau de la résine. De cette façon, nous avons choisi une tension d'accélération égale à 30 kV, qui est la tension maximale fournie par le JSM-6500F, et une épaisseur de résine autour de 30 nm, qui est l'épaisseur minimale obtenue pour le PMMA avec la tournette utilisée. Nous allons aborder, dans le paragraphe suivant, l'ajustement précis de la dose déposée.

B.2.3. Optimisation de la dose.

Le motif à réaliser consiste en deux réseaux de lignes, ayant la même période mais deux orientations différentes différente orientation, dessinés dans un *writefield* de 200 µm, étant chaque un des réseaux défini dans une zone de dimensions 160 µm x 40 µm (Fig. 3.8a). Le réseau dont les lignes sont parallèles à la direction *u* du *writefield* est appelé *longitudinal*, tandis que le réseau où les lignes sont perpendiculaires à cette direction est appelé *transversal*. Comme il a été indiqué précédemment, les lignes dessinées sont du type *ligne d'un seul pixel* (1D). Grâce à la souplesse de la lithographie électronique, il est possible de dessiner un même motif autant de fois que l'on veut sur un même échantillon. Ceci ouvre la possibilité de faire un *balayage en dose*, afin de trouver la gamme de doses permettant l'obtention d'un contraste lors du développement et donc la définition des réseaux des lignes sur la résine. De cette façon, le motif décrit a été réalisé à des différents endroits sur une couche de PMMA, tout en faisant varier le facteur de dose d'un motif à l'autre. Les paramètres d'exposition utilisés sont les suivants : un courant de 60 pA, une dose linéique égale à 500 pC/cm, et un *step size* égal à 15.3 nm. Le développement de l'échantillon est réalisé par immersion dans une solution de MIBK:IPA (1 :3) pendant 60 s, suivie de rinçage à l'isopropanol (60 s). La Fig. 3.8b montre une photo de l'échantillon après développement. Les flèches indiquent la direction dans laquelle le facteur de dose augmente dans chaque colonne de motifs. Le contraste observé peut être associé, dans un premier temps, à la hauteur du relief produit dans la résine.

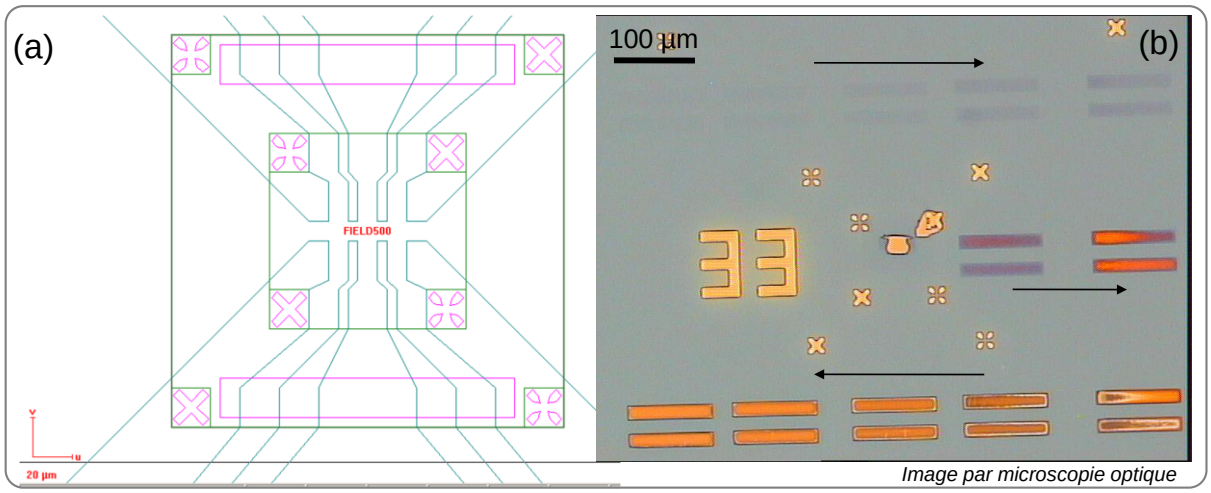


Fig. 3.8. a) Dessin du motif conçu à l'aide du logiciel de pilotage. Le motif est constitué de deux réseaux des lignes, transversales dans un cas (en haut), longitudinales dans l'autre (en bas), ayant la même période. b) Photo de l'échantillon après développement, montrant le motif réalisé sur une couche de PMMA avec des différents facteurs de dose. Les flèches indiquent la direction dans laquelle la dose augmente.

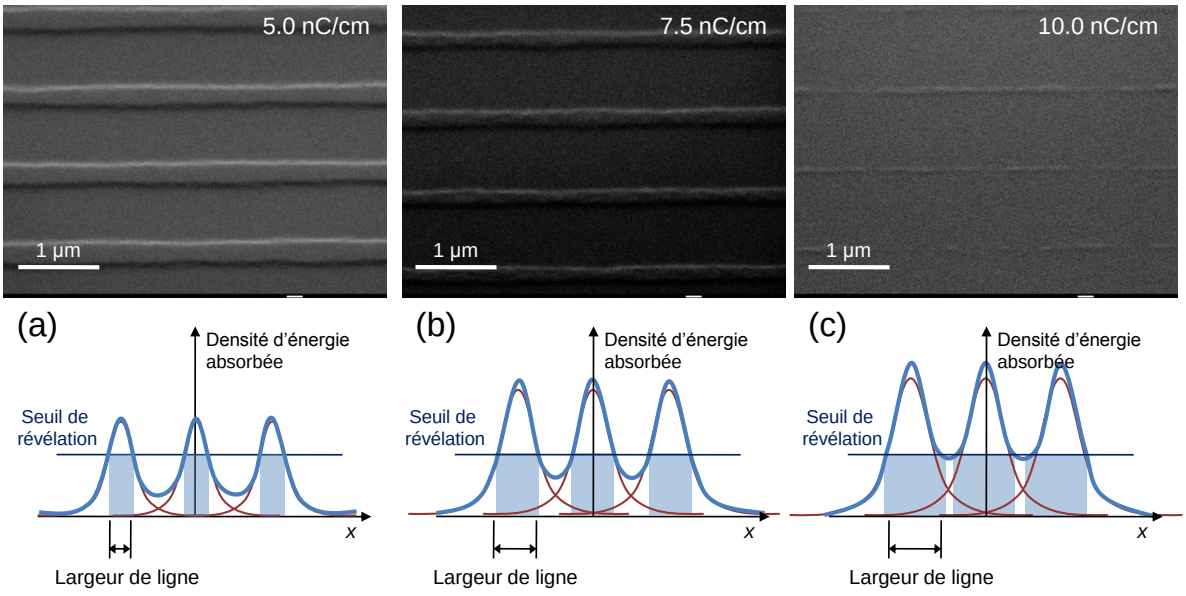


Fig. 3.9. Images MEB (en haut) et schémas du profil d'énergie déposée (en bas), montrant l'évolution de la largeur de ligne pour des réseaux de période égale à 1 µm, réalisés avec des doses : a) 5.0 pC/cm, b) 7.5 pC/cm et c) 10.0 pC/cm. Les images correspondent à des réseaux gravés dans le substrat de silicium après développement.

Afin d'examiner avec plus de détails les réseaux réalisés, des observations par microscopie électronique en balayage ont été effectuées après une étape de gravure ionique. La Fig. 3.9 montre des réseaux ayant une période égale à 1 µm, réalisés avec des doses linéiques de 5, 7.5 et 10 nC/cm respectivement. On y voit que pour des doses 5 et 7.5 nC/cm, les réseaux sont bien exposés (Fig. 3.9a et b). Par contre, une dose égale à 10 nC/cm conduit à un réseau surexposé avec des lignes discontinues (Fig. 3.9c). En plus, une augmentation de la largeur de ligne avec la dose est observée. En effet, plus la dose est grande, plus les effets de proximité sont forts. Ainsi, pour le réseau exposé avec une dose égale à 10 nC/cm, le profil d'énergie déposée est tel que le seuil de révélation a été dépassé aux divers points tout au long des lignes. D'un autre côté, le réseau le plus dense obtenu correspond à une période égale à 200 nm, réalisé avec une dose de 1 nC/cm (Fig. 3.10a). L'évolution de la largeur des lignes (après gravure) en fonction de la dose utilisée pour des différentes périodes est montrée dans la Fig. 3.10b.

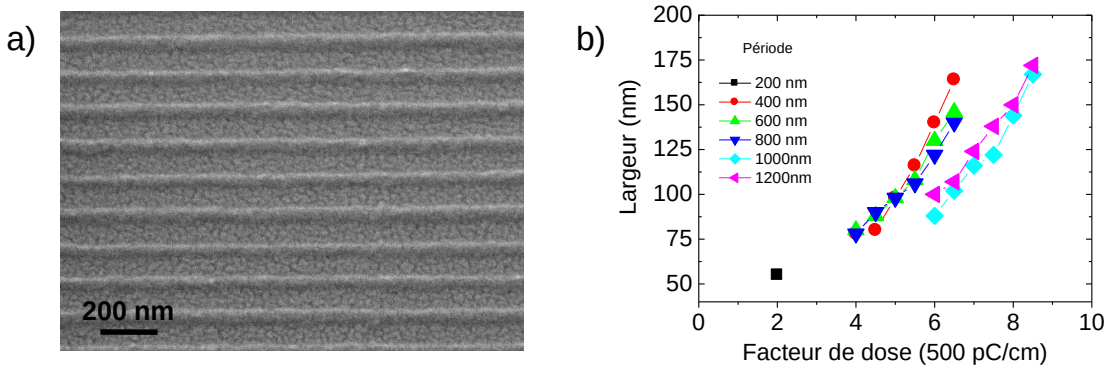


Fig. 3.10. a) Image MEB montrant un réseau de lignes de période égale à 200 nm, obtenu avec une dose linéique de 1 nC/cm. b Courbe montrant l'évolution de la largeur des lignes en fonction de la dose pour différentes périodes.

B.3. Le transfert.

B.3.1. Le choix du masque.

Une fois que la gamme de doses permettant d'obtenir des réseaux de lignes dans une fine couche de PMMA a été déterminée, le pas suivant est le transfert du motif dans le substrat de Si. Cette étape sera effectuée par gravure ionique sèche. Comme cela a été abordé dans le chapitre 2, en ce qui concerne la nature du masque pour la gravure, deux possibilités peuvent être envisagées:

1) Un masque de résine : utilisation de la couche de résine dans laquelle le motif a été défini pour effectuer la gravure.

2) Un masque d'un autre matériau : utilisation du motif défini dans la résine pour réaliser un moule dans lequel sera déposé le matériau qui servira de masque de gravure. Cette opération se fait par un *lift-off*. Le motif transféré dans le matériau constituera alors le masque.

Dans nos expériences, nous avons utilisé dans un premier temps la couche de PMMA dans laquelle les réseaux sont réalisés pour effectuer la gravure. Ensuite, un masque d'Al défini par *lift-off* a été optimisé dans le cas de gravure profonde. Nous allons aborder par la suite, les résultats obtenus pour chaque type de masque.

B.3.1.1. Masque de résine (PMMA).

Dans un premier temps, nous avons privilégié la méthode la plus rapide à mettre en œuvre, celle qui consiste à utiliser un masque de résine. Cette méthode présente plusieurs avantages :

- Pas de dépôt supplémentaire : la résine sert de masque.
- Utilisation d'une seule couche de résine.
- Vitesse de mise en œuvre.

Toutefois, cette rapidité de mise en œuvre se fait au détriment de quelques inconvénients :

- Durcissement de la résine. Sous l'effet du bombardement ionique, la résine se durcit. Ainsi, après la gravure ionique, il est beaucoup plus difficile de dissoudre la résine. Nous avons dû optimiser un traitement post gravure ionique à l'aide d'une gravure avec un plasma oxygène.

- L'épaisseur de la résine est limitée. Nous ne pouvons pas varier à volonté l'épaisseur de la résine pour les raisons de résolution de la lithographie électronique. Ainsi, étant donné que la résine joue le rôle de masque de gravure, nous sommes limités sur la profondeur de gravure du Si.

La Fig. 3.11a montre l'évolution de la profondeur gravée dans le silicium en fonction de la période du réseau pour un masque composée d'une couche de PMMA d'épaisseur 25 nm

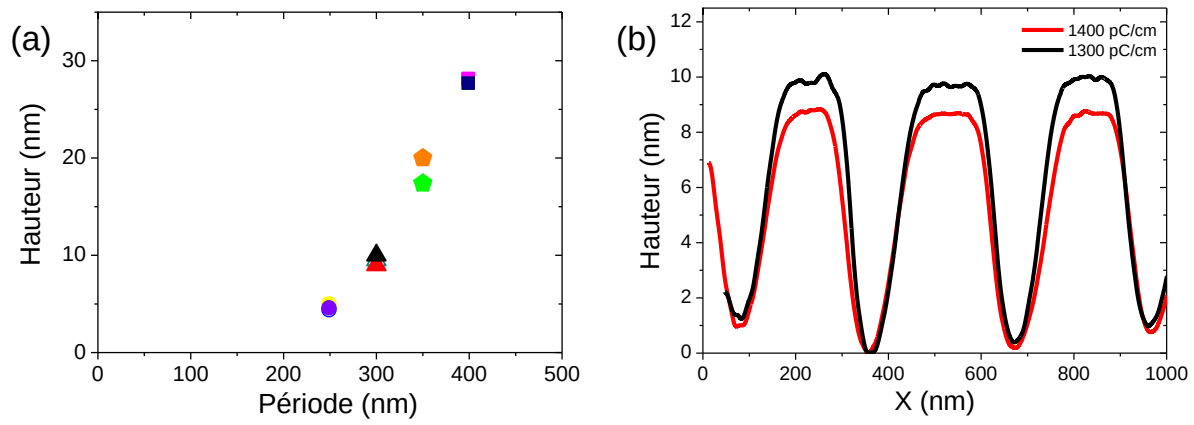


Fig. 3.11. a) Courbe montrant l'évolution de la hauteur de la modulation en fonction de la période du réseau pour de différentes doses. b) Courbe montrant le profil de la modulation pour deux réseaux de période égale à 300 nm réalisés avec deux doses différentes. Ces valeurs ont été obtenues avec un masque de PMMA d'épaisseur égale à 25 nm.

On peut remarquer que la profondeur gravée est très sensible à la valeur de la période (Fig. 3.11a). La tendance est que le plus la période est grande, plus grande est la profondeur. De plus, pour une même période, une variation de la profondeur est aussi observée (Fig. 3.11b). Ces deux tendances trouvent sont origine dans les phénomènes de rédéposition qui ont lieu lors de la gravure. En effet, lorsque le réseau est très dense les atomes éjectés auront moins de probabilité d'échapper du réseau. En revanche, pour deux réseaux ayant la même période mais réalisés avec de doses différentes, la différence en hauteur (gravée) vient du fait que la largeur de la ligne constituant le masque dépend de la dose (voir Fig. 310b). Ainsi, une ligne-masque plus grande implique une zone d'attaque plus petite et donc une gravure moins profonde (voir Fig. 311b).

B.3.1.2. Masque d'aluminium.

Étant donné que la profondeur de la modulation est limitée par l'utilisation de la résine, un autre masque a été utilisé lors de la gravure ionique : un masque d'aluminium. Ce dernier est obtenu par *lift-off* dans un moule de ligne insolé dans la résine. Comme on le verra par la suite, l'utilisation d'un masque d'aluminium présente le gros avantage de pouvoir graver des modulations plus profondes. En revanche, cette méthode plusieurs désavantages :

- Elle nécessite l'utilisation d'une résine bicouche. Cette dernière est plus longue à réaliser en plus du besoin du *lift-off*.

- La taille des grains de la couche d'aluminium limite la résolution. En effet, comme cela est couramment observé, lorsque, en évaporation joule, la vitesse de dépôt augmente, la taille des grains augmente. Si cette dernière devient comparable à la taille du motif à réaliser, la rugosité de la nanostructure augmente. Il est donc nécessaire de diminuer la vitesse du dépôt.

Optimisation de la dose.

Le fait d'utiliser une bicouche de résine va rendre encore plus délicate l'optimisation de la dose par rapport au cas d'une simple couche, comme il a été évoqué dans le chapitre 2.

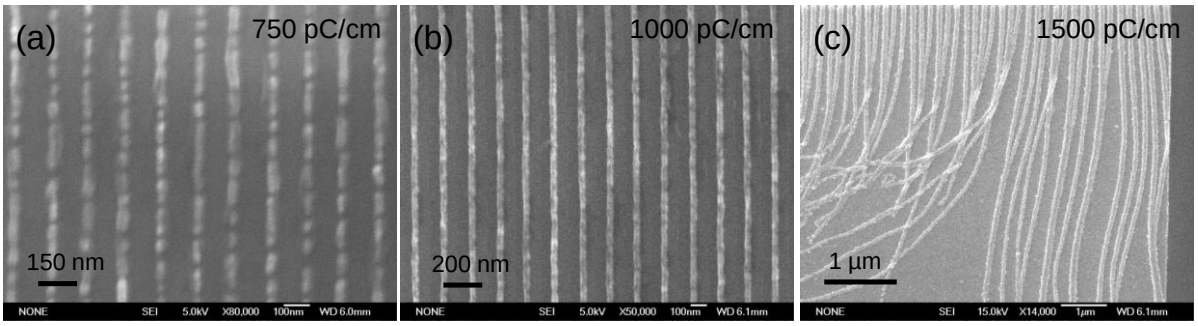


Fig. 3.12. Images MEB des réseaux de lignes de période de 200 nm montrant l'effet de la dose. a) sous-développement ; b) réseau bien exposé ; c) réseau surexposé. Les réseaux ont été réalisés par lithographie électronique dans une bicouche de résine, suivie du lift-off d'une couche d'aluminium d'épaisseur égale à 80 nm.

En effet, dans le cas d'une bicouche de résines, MMA et PMMA dans notre cas, la réalisation du motif sera limitée par deux seuils de développement. De plus, puisque le principe de la bicouche exploite la différence de sensibilité des résines, il est possible de tomber dans deux cas extrêmes. D'une part, la dose fournie peu être la correcte pour développer la couche de MMA mais insuffisante pour une bonne exposition du PMMA (Fig. 3.12). D'autre part, une dose pour un PMMA bien exposé peut entraîner une surexposition du MMA, cette couche étant au-dessous de la bicouche, sa dissolution totale donne lieu à les structures *pont* ou de *nouilles* montrées sur la Fig. 3.12c. Un réseau bien exposé avec une dose égale à 1000 pC/cm est montré sur la Fig. 3.12b.

Gravure avec un masque d'aluminium.

Une fois la dose optimisée, l'étape suivante a été la caractérisation de la hauteur de la modulation obtenue par gravure avec le masque d'aluminium. La Fig. 3.13 montre l'évolution de cette hauteur en fonction de la période pour plusieurs réseaux. On observe que les profondeurs obtenues avec ce masque sont plus grands que ceux obtenues avec une couche de résine. En effet, pour un période de réseau égale à 300 nm, il est possible de graver 80 nm avec un masque d'aluminium, tandis que le masque de résine permet de graver uniquement 10 nm. Le masque d'aluminium a été donc choisi pour la fabrication des échantillons.

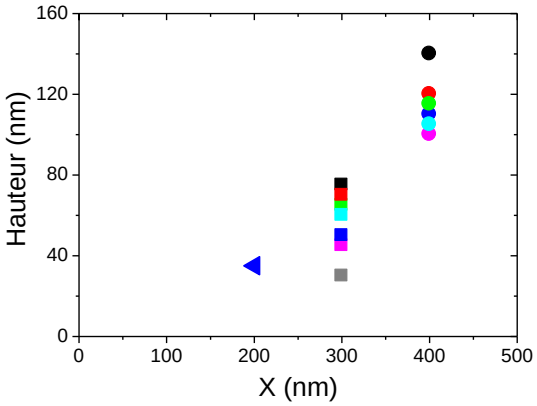


Fig. 3.13. Courbe montrant la hauteur de la modulation obtenue en fonction de la période du réseau pour une gravure effectuée en utilisant un masque d'aluminium d'épaisseur égale à 80 nm. Les différents points dans un même période correspondent à de doses différentes utilisées lors de la lithographie électronique.

B.3.2. Résumé sur les expériences associées au transfert.

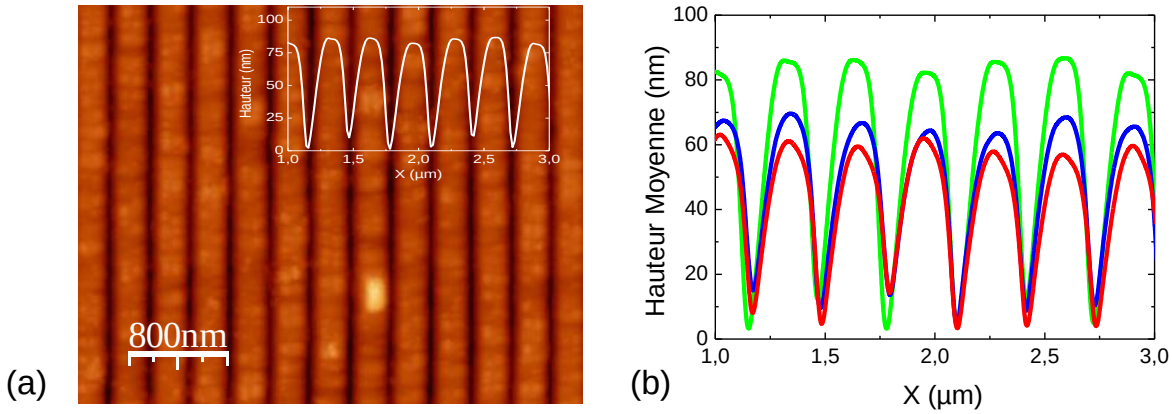


Fig. 3.14. a) Image AFM obtenue sur un réseau de lignes de 300nm de période. b) Evolution du profil des lignes en fonction de la profondeur de gravure pour une période de 300nm. On voit que la pointe AFM, à cause de se forme, n'arrive pas à mesurer l'espace entre deux lignes à cause de leur hauteur.

En utilisant un masque, soit de résine, soit d'aluminium, nous avons réussi, à l'aide d'une gravure ionique, à obtenir des bandes gravées sur un substrat de Si. Comme cela est observé dans les images obtenues par AFM, ces bandes sont bien régulières et présentent bien la périodicité imposée par la lithographie électronique (Fig. 3.14). Dans la suite, nous allons regarder l'influence de cette modulation sur les propriétés magnétiques d'une couche magnétique déposée sur ce substrat à topologie modulée.

B.4. Dépôt de la couche magnétique.

A ce stade, nous avons réussi à obtenir une modulation locale de la surface du substrat de Si. Le but étant d'obtenir des films magnétiques à topologie modulée, le pas suivant est de déposer le matériau. Etant donné que l'intérêt consiste à fabriquer plusieurs dispositifs sur un même substrat, et puisque le dépôt s'effectue intégralement sur toute la surface de l'échantillon, il va falloir faire appel à un masque pour déposer le matériau exclusivement dans les zones où une modulation est présente. Ce masque aura donc deux objectifs : d'une part, de couvrir les zones du substrat n'ayant pas de modulation et, d'autre part, de permettre la réalisation d'un bon *lift-off* du matériau. En plus, le masquage doit être raccordé par rapport aux régions modulées. Le procédé développé pour accomplir cette tâche consiste à déposer sur le substrat une bicouche de résine (MMA/PMMA) afin d'y effectuer une étape de lithographie électronique dite d'ouverture. Le matériau magnétique sera ensuite déposé par pulvérisation cathodique, puis *lifté*. De cette façon, l'étape de dépôt de la couche magnétique est accomplie selon le procédé suivant :

- Dépôt de la bicouche de résines //MMA/PMMA.
- Lithographie électronique d'ouverture et révélation de la résine.
- Dépôt du matériau magnétique.
- Lift-off.

Nous allons détailler chacune des ces étapes.

Dépôt de la bicouche (MMA/PMMA).

Le dépôt de chaque couche est effectué à l'aide de la tournette en utilisant une vitesse de rotation de 2000 tpm pendant 30 s. Pour chacune des couches, un recuit a été effectué pendant 60 min dans un four à 160 °C. L'épaisseur de la bicouche mesurée à l'aide du profilemètre est de 280 nm.

Lithographie électronique d'ouverture.

Afin de garantir que la totalité du film déposé sur chaque réseau gravé possède une modulation, chaque zone d'ouverture est légèrement plus petite que la zone modulée. La Fig. 3.15a montre le dessin utilisé par le logiciel pour effectuer la lithographie. Le motif, défini dans un *writefield* de 200 µm, est constitué de deux rectangles de dimensions 150 µm x 20 µm (indiqués en rouge sur la figure).

Contrairement au cas des réseaux des lignes, une haute résolution n'est pas indispensable pour accomplir l'exposition des zones d'ouverture. En plus, étant donnée la grande taille de la surface à insoler, il est préférable d'avoir une sonde ayant un diamètre grand. Ces conditions du faisceau peuvent être obtenues à des basses tensions d'accélération et/ou en utilisant des forts courants. D'un côté, une tension basse va diminuer, grâce aux effets de proximité au sein de la zone irradiée, le seuil de dose nécessaire pour définir la structure sur la bicouche de résine. D'un autre côté, un courant fort va diminuer le temps total requis pour effectuer l'exposition.

Nous avons donc utilisé lors de la lithographie d'ouverture les paramètres suivants : une tension d'accélération égale a 10 kV, un courant de l'ordre de 60 pA, une *area dose* égale à 80 µC/cm^2 et un *step size* égal à 24.4 nm. En ce qui concerne le développement, ceci a été effectué dans une solution MIBK/IPA (1:3) pendant 60 s, suivi d'un rinçage à l'iso-propanol. Le résultat obtenu est montré dans la Fig. 3.15b.

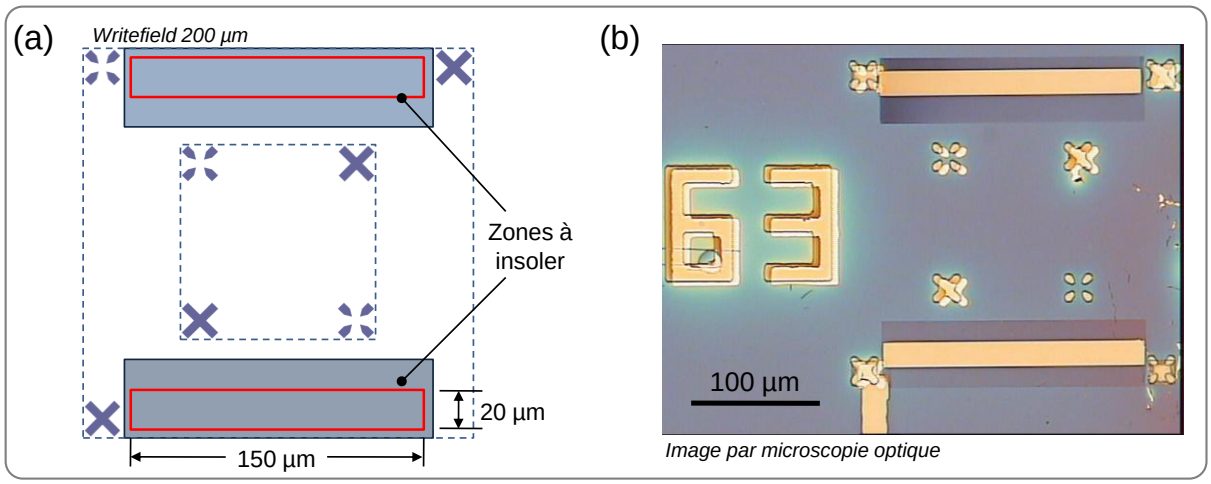


Fig. 3.15. a) Schéma du dessin utilisé pour la définition par lithographie électronique des zones d'ouverture dans la bicouche de résine. Ces zones sont surlignées en rouge. b) Image par microscopie optique, après lithographie et développement, montrant les zones d'ouverture réalisées sur l'un des dispositifs.

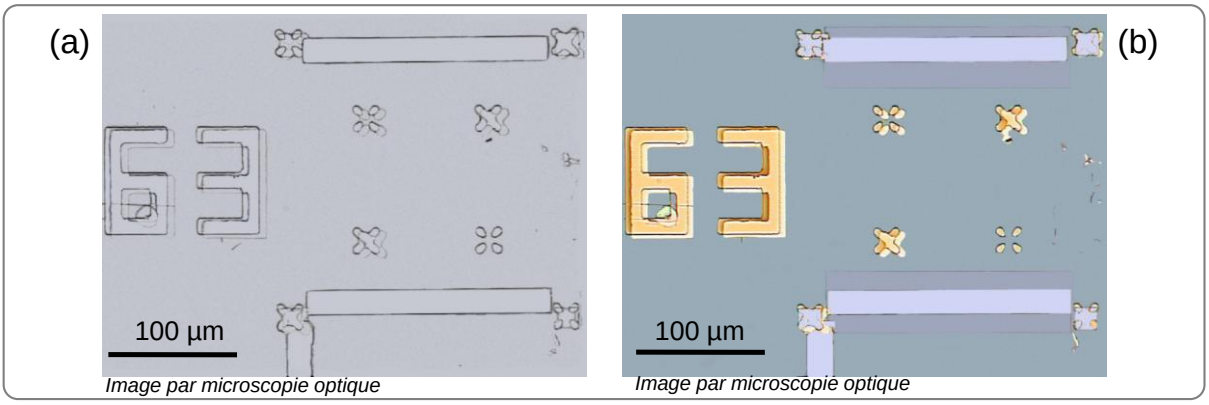


Fig. 3.16. Images par microscopie optique prises au cours de l'élaboration de l'échantillon: a) après le dépôt de la couche magnétique. b) après le lift-off.

Dépôt du matériau magnétique.

Une couche de $Ni_{80}Fe_{20}$, dont l'influence de l'épaisseur fera l'objet de la section C2, est déposée par pulvérisation cathodique sur l'échantillon après développement. Afin d'éviter la formation d'un alliage avec le Si, une couche de Ta (5nm) est déposée en guise de buffer et pour éviter l'oxydation de la couche ferromagnétique, une couche de 3 nm de Pt est utilisée comme couverture.

***Lift-off* de la couche magnétique**.

Le *lift-off* de la couche magnétique est obtenu par immersion de l'échantillon dans l'acétone pendant un minimum de 3 heures, suivie de l'application d'un bain d'ultrason de durée égale à 3 minutes. Un rinçage à l'isopropanol et un séchage à l'azote sont ensuite réalisés. La Fig. 3.16b montre une image de l'échantillon après le *lift-off*.

B.5. Réalisation de contacts de mesure.

Les films magnétiques à topologie modulée ayant été accomplis, nous nous intéressons maintenant à la réalisation des électrodes de mesure. Les étapes du procédé développé pour leur réalisation sont les suivantes:

a) Dépôt de la couche de résine photosensible.
b) Lithographie UV de contacts et révélation des motifs.
c) Dépôt du matériau conducteur.
d) Lift-off.

Dépôt de la couche de résine photosensible.

La résine utilisée pour la lithographie UV est la S1813, une résine positive. Elle est déposée sur l'échantillon par centrifugation (v = 2000 tpm, acc = 1000 tpm/s, t = 30 s). Un recuit est ensuite effectué sur *hotplate* à 115°C pendant 1 min.

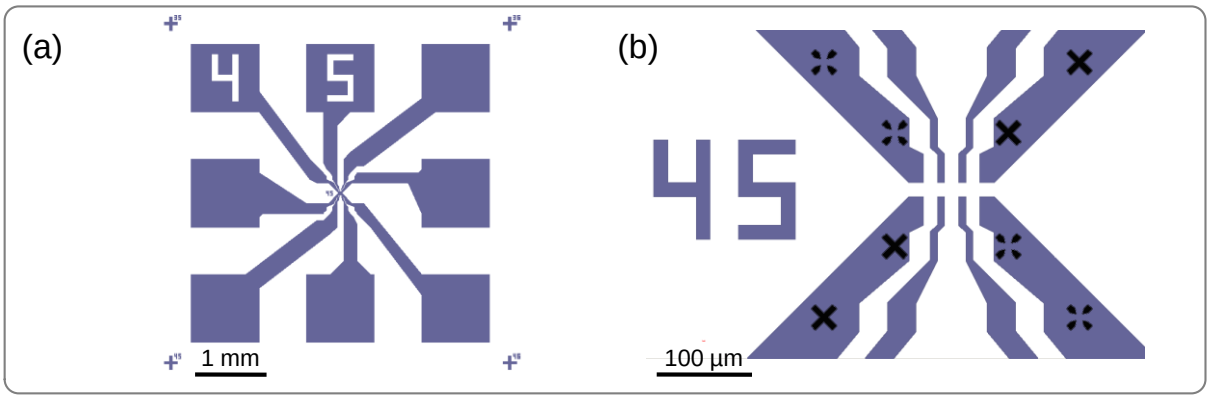


Fig. 3.17. Dessin du masque de lithographie optique utilisé pour la réalisation des contacts. a) Cellule contenant 8 pads de contact avec leurs électrodes. b) Zoom montrant les électrodes au niveau des structures à mesurer.

Lithographie UV de contacts.

La lithographie optique de définition des électrodes est effectuée à l'aide d'un masque, nommé *EBeam3*, conçu pour être aligné aux marques présentes dans le masque utilisé pour la réalisation du système des croix d'alignement (*Ebeam1*). Le masque *EBeam3* contient dans chacune de ses cellules 8 électrodes dont 4 sont destinées au réseau supérieur et 4 au réseau inferieur (Fig. 3.17).

L'exposition de la résine a été effectuée dans un aligneur MA750 Süss Microtec avec une densité d'énergie déposée égale à 131 mJ/cm^2 pendant 10 s, en utilisant une longueur d'onde égale à 365 nm. Le développement est ensuite accompli par immersion de l'échantillon dans le développeur MF319 pendant 90 s.

Dépôt du matériau conducteur.

L'or est le matériau choisi pour la réalisation des électrodes. Son dépôt sur l'échantillon a été fait par évaporation thermique dans un système d'évaporation EVC2 de MECA2000. Afin d'améliorer l'accrochage de la couche d'or sur le Si, 10 nm de Ti sont d'abord déposés. Une couche de 100 nm d'or est ensuite déposée sur le Ti.

Lift-off.

Le *lift-off* de la couche de Ti/Au est accompli par immersion de l'échantillon dans acétone pendant 4 heures, suivie d'un bain d'ultrason de durée 3 min. Un rinçage à l'isopropanol et un séchage à l'azote sont ensuite réalisés. La Fig. 3.18b montre une image de l'échantillon après le lift-off.

Problèmes rencontrés lors du *lift-off* et ses solutions.

Le lift-off de la bicouche métallique a posé certains problèmes. En effet, il a été observé que des morceaux de film restaient coincés entre les électrodes au niveau des objets à mesurer (Fig. 3.18a).

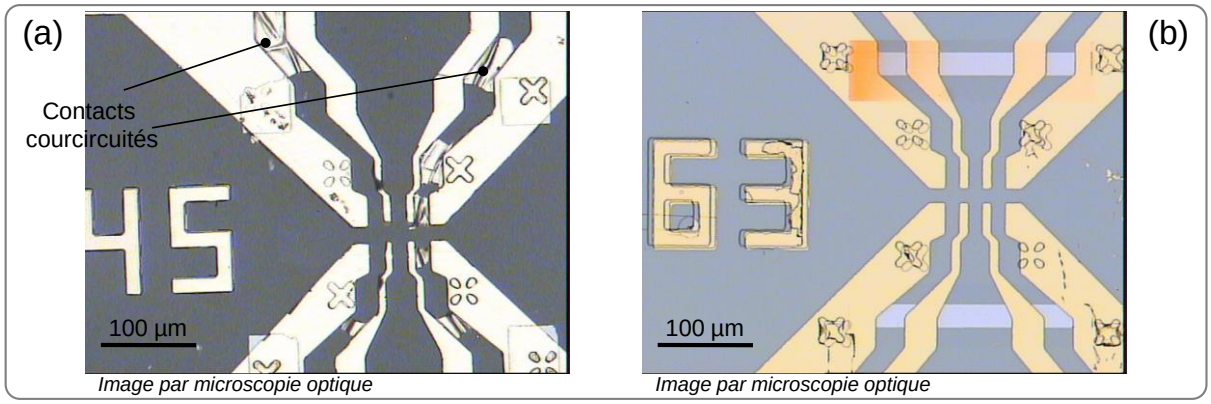


Fig. 3.18. Images par microscopie optique montrant les contacts de mesure réalisés par lithographie optique: a) sans casquette. b) avec casquette.

Ceci est dû au profil de pente positive que la résine présente après l'insolation. Comme cela a été abordé précédemment (Chapitre 2C), ce type de profil entraîne la continuité du film déposé lorsque l'épaisseur de la couche est importante. Dans le cas de la réalisation des contacts, cette continuité du film est grave car elle constitue un court-circuit des électrodes. De manière similaire au cas de la réalisation des croix d'alignement, ces inconvénients peuvent être surmontés grâce à l'application d'un procède de durcissement de la résine dont le résultat est l'obtention d'un profil dit de casquette, lequel facilitera le passage du solvant vers la résine.

B.6. Résumé du procédé de fabrication.

La fabrication des dispositifs permettant l'étude d'une anisotropie magnétique a été accomplie grâce à plusieurs étapes de nano structuration. Chacune de ces étapes a impliqué la mise en place, ainsi que l'optimisation, de différents procédés technologiques. Le tableau I montre un résumé des procédés qui ont dû être mis au point.

Etape		Procédé technologique
Définition de croix d'alignement		Lithographie UV de croix
		Dépôt Ti / Au + Lift-off
Fabrication des films magnétiques à topologie modulée	Modulation local du substrat	Lithographie électronique des réseaux
		Dépôt Al + Lift-off
		Gravure Ionique
	Dépôt localisé de la couche magnétique	Retrait de masque
		Lithographie UV d'ouverture
		Dépôt de la couche magnétique + Lift-off
Définition des électrodes de mesure		Lithographie UV de contacts
		Dépôt Ti / Au + Lift-off

Tableau I. Résumé des différentes étapes et procédés technologiques impliqués pour la réalisation des dispositifs à topologie modulée.

C. Mise en évidence par magnéto-transport.

Afin de caractériser le comportement magnétique des dispositifs, nous allons utiliser l'effet de magnétorésistance anisotrope (AMR), où la résistivité ρ d'un matériau ferromagnétique dépend de l'angle entre l'aimantation M et le courant électrique J, selon la relation suivant:

$$\rho = \rho_{\perp} + (\rho_{//} - \rho_{\perp})\cos^2(\vec{j}, \vec{M}) \qquad (3.1)$$

où $\rho_{\perp}$ est la résistivité lorsque le courant et l'aimantation sont perpendiculaires et ρ// est la résistivité lorsque le courant et l'aimantation sont parallèles.

C.1. Analyse d'une anisotropie uniaxiale par AMR.

A ce point, nous allons faire l'hypothèse que chacun des dispositifs que nous étudions se comporte comme une structure monodomaine présentant une anisotropie uniaxiale. De cette façon, nous allons nous intéresser aux caractéristiques d'un signal d'AMR associées à une anisotropie uniaxiale. Notamment, nous allons utiliser le modèle de Stoner-Wolhfarth afin de décrire l'évolution de l'aimantation en présence d'un champ magnétique.

C.1.1. Matériau monodomaine présentant une anisotropie uniaxiale.

Le modèle de renversement de l'aimantation par rotation uniforme dans un objet ferromagnétique monodomaine, développé par Stoner-Wohlfarth [10], est le modèle le plus simple décrivant le retournement de l'aimantation uniforme. Dans ce modèle, lors du retournement, l'énergie d'anisotropie varie tandis que l'énergie d'échange entre les moments reste constante. Dans ce modèle, l'énergie *E* du système se compose en un terme d'énergie Zeeman et en un terme d'énergie d'anisotropie uniaxiale :

$$E = K\sin^2\theta - HM\cos(\phi - \theta) \qquad (3.2)$$

où *K* est la constante d'anisotropie, θ l'angle entre l'aimantation *M* et l'axe d'anisotropie A_β, et ϕ l'angle entre le champ appliqué *H* et l'axe d'anisotropie (Fig. 3.19).

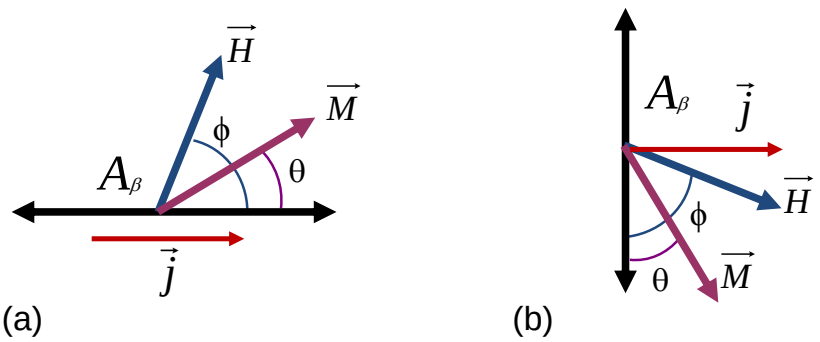


Fig. 3.19. Schéma montrant la définition des angles entre le champ appliqué H, l'aimantation M, le courant J, et l'axe d'anisotropie A_β. a) Courant parallèle à l'axe d'anisotropie. b) Courant perpendiculaire à l'axe d'anisotropie.

L'équation (3.2) peut être exprimée en utilisant le champ d'anisotropie H_a. L'équation devient alors:

$$\frac{E}{2K} = \frac{1}{2}\sin^2\theta - \frac{H}{H_a}\cos(\phi - \theta) \quad ; \quad H_a = 2\frac{K}{M} \qquad (3.3)$$

Les états d'équilibre pour l'orientation de l'aimantation correspondent aux valeurs de l'angle pour lesquelles :

$$\frac{\partial E}{\partial \theta} = 0 \text{ (extrême)} \quad \text{et} \quad \frac{\partial^2 E}{\partial \theta^2} \geq 0 \text{ (minimum)} \qquad (3.4)$$

C.1.2. L'astroïde de Stoner-Wohlfarth.

Les orientations d'équilibre θ de l'aimantation qui correspondent aux minima locaux d'énergie sont déterminées à partir de la dérivée de l'énergie (équation 3.4). Cette équation peut être exprimée de la façon suivante:

$$\frac{H_y}{H_a \sin\theta} - \frac{H_x}{H_a \cos\theta} = 1 \qquad (3.5)$$

où H_x et H_y sont les composantes du champ magnétique parallèle et perpendiculaire à l'axe d'anisotropie. Le retournement de l'aimantation aura lieu lorsque les solutions à l'équation (3.5) seront instables, c'est-à-dire, lorsque :

$$\frac{\partial^2 E}{\partial \theta^2} = 0 \qquad (3.6)$$

On obtient ainsi les équations paramétriques pour le champ de retournement H_R :

$$\frac{H_{Rx}}{H_a} = -\cos^3\theta_R \quad (3.7) \qquad \text{et} \qquad \frac{H_{Ry}}{H_a} = \sin^3\theta_R \quad (3.8)$$

En éliminant θ_R, il est possible d'obtenir la dépendance du champ de retournement H_R en fonction de: a) la direction ϕ du champ appliqué, et b) les composantes du champ appliqué (Fig. 3.C5). On obtient, ainsi, les équations :

$$H_R = \frac{H_a}{\left[\sin^{2/3}\phi + \cos^{2/3}\phi\right]^{3/2}} \qquad (3.9)$$

$$H_x^{2/3} + H_y^{2/3} = H_a^{2/3} \qquad (3.10)$$

La courbe correspondant à l'équation (3.9) est appelée l'astroïde de Stoner-Wohlfarth et elle représente les champs pour lesquels une rotation cohérente irréversible aura lieu.

Pour comprendre cette astroïde, la Fig. 3.20 montre des courbes d'énergie associées à différentes valeurs et orientations du champ appliqué. Les points soulignés dans l'astroïde correspondent aux composantes parallèle (*H*x) et perpendiculaire (*H*y) à l'axe d'anisotropie du champ appliqué. Les points bleus correspondent à un champ appliqué à 45° de l'axe facile d'aimantation, tandis que les rouges sont associés aux champs parallèle et perpendiculaire à cet axe. Considérons la *trajectoire* formée par les points bleus. En partant du point ***a*** au point ***e***, on observe que : en dehors de l'astroïde, à un champ négatif, il y a un seul minimum d'énergie (a). Lorsque le vecteur du champ traverse l'astroïde, un deuxième minimum d'énergie apparaît. L'un sera stable, l'autre instable (b). A champ nul, les deux minima ont la même énergie (c). Lorsque le champ s'inverse, l'une des solutions devient instable (d). Finalement, lorsque le vecteur du champ traverse l'astroïde, la solution stable disparaît et l'aimantation se retourne brusquement (e).

Or, indépendamment de la direction du champ appliqué, on trouve qu'en dehors de l'astroïde il y aura toujours un seul minimum d'énergie (courbes a et e) et que, par contre, à l'intérieur de l'astroïde, l'énergie a deux minima, l'un stable et l'autre métastable (courbes b, c, d et g).

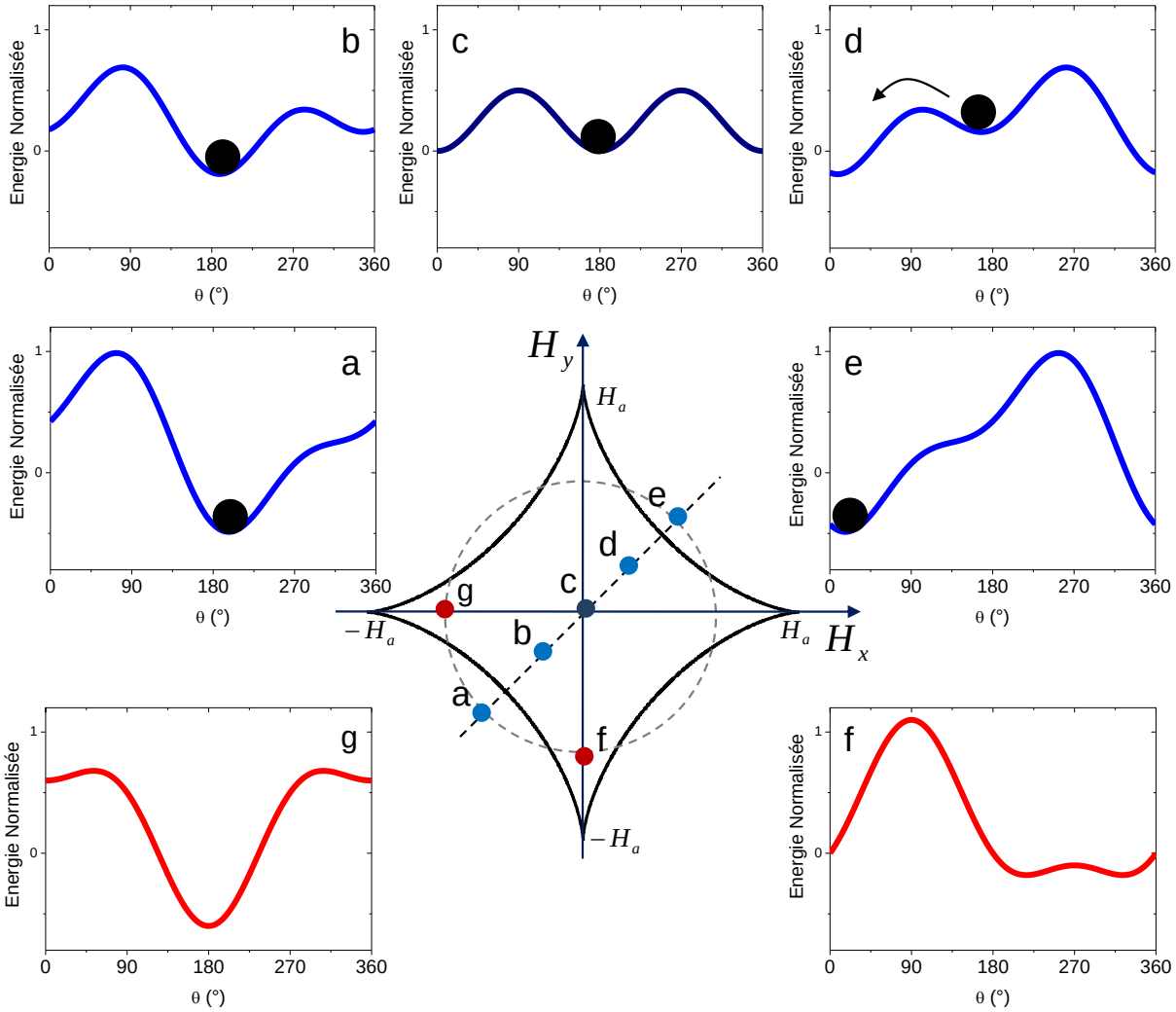


Fig. 3.20. Astroïde de Stoner-Wohlfarth : champ de retournement en fonction des composants du champ. Les points soulignés dans l'astroïde correspondent aux composantes parallèle (Hx) et perpendiculaire (Hy) à l'axe d'anisotropie du champ appliqué. Les courbes d'énergie sont associées aux différents points soulignés.

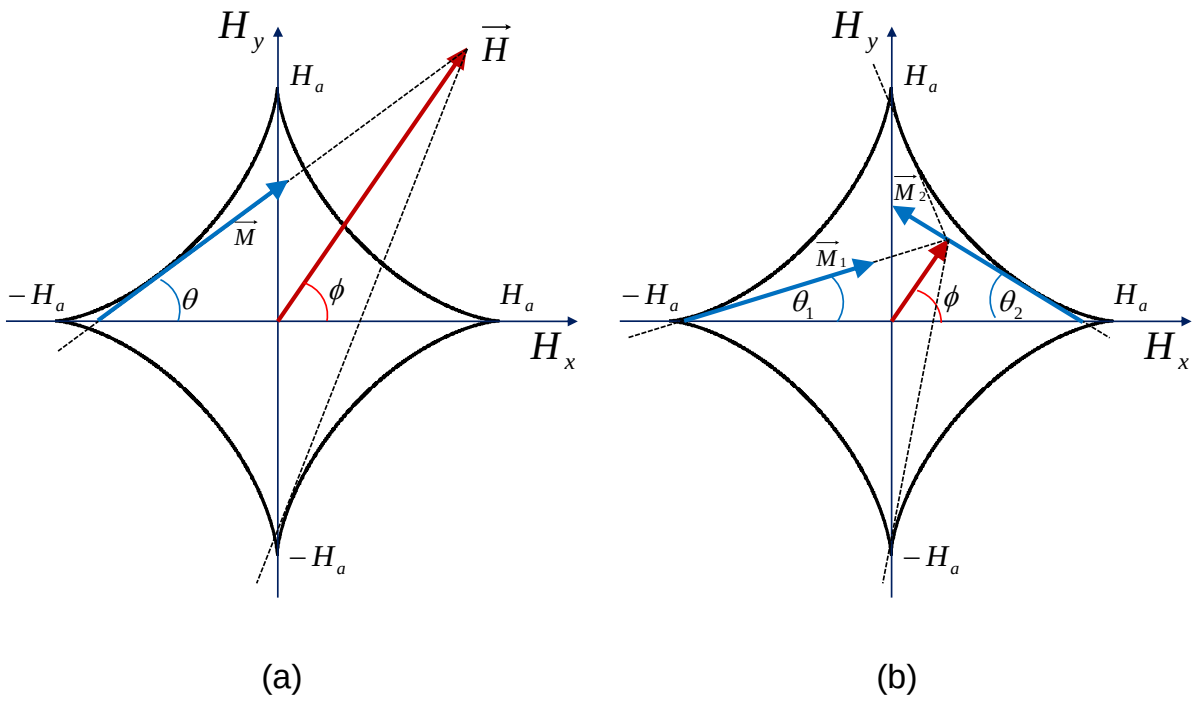


Fig. 3.21. Schémas montrant la détermination de la direction θ de l'aimantation à travers de tangentes à l'astroïde de Stoner-Wohlfarth. a) Pour H>HR il y a une seule position d'équilibre. b) Si H < HR, deux positions d'équilibre sont possibles.

La position d'équilibre de l'aimantation peut aussi être déduite directement à partir de l'astroïde. En effet, puisque la pente dH_y/dH_x de la tangente à l'astroïde à un point θ_0 est égale à $\tan\theta_0$, la direction de l'aimantation M coïncide avec la tangente à l'astroïde tirée du point H. La construction pour déterminer la direction stable de l'aimantation est présentée dans la Fig. 3.21.

A partir du point correspondant aux coordonnées du champ (H_x, H_y), des tangentes sont dessinées vers l'astroïde. Si H se trouve à l'extérieur de l'astroïde comme dans la figure 3.21a, il y a deux lignes tangentes, l'une représente le minimum d'énergie stable, l'autre un maximum ou un minimum métastable. La ligne ayant l'angle le plus petit par rapport à l'axe d'anisotropie sera celle correspondant à la position d'équilibre de l'aimantation. Si, par contre H se trouve à l'intérieur de l'astroïde, quatre lignes tangentes peuvent être dessinées dont deux (celles ayant les angles les plus petits par rapport à l'axe d'anisotropie) solutions stables (Fig. 3.21b). De cette façon, il est possible de représenter l'évolution de l'aimantation au fur et à mesure que la direction ϕ du champ appliqué change, tout en dessinant les tangentes à l'astroïde correspondantes.

C.1.3. Les solutions analytiques du modèle de Stoner-Wohlfarth.

Comme cela a été évoqué précédemment, les états d'équilibre pour l'orientation de l'aimantation correspondent aux valeurs de θ satisfaisant le système d'équations :

$$\begin{cases} \dfrac{1}{2K_1}\dfrac{\partial E}{\partial \theta} = \sin\theta\cos\theta - \dfrac{H}{H_a}\sin(\phi-\theta) = 0 & \text{(extrema)} \quad (3.11) \\ \dfrac{1}{2K_1}\dfrac{\partial^2 E}{\partial \theta^2} = \cos 2\theta + \dfrac{H}{H_a}\cos(\phi-\theta) \geq 0\,. & \text{(minimum)} \quad (3.12) \end{cases}$$

Ce système d'équations est soluble analytiquement en deux situations particulières:

I. Champ appliqué parallèlement à l'axe anisotropie (axe facile).

Lorsque $\phi = 0$, les solutions à l'équation (3.11) sont :

$$\theta = 0 \;\;,\;\; \theta = \pi \quad \text{et} \quad \cos\theta = -\frac{H}{H_a}$$

De la condition sur la dérivée seconde, on obtient que:

$$\begin{array}{ll} \text{Si} \quad -Ha \leq H: & \theta = 0 \\ \text{Si} \quad H \leq Ha: & \theta = \pi \end{array}$$

A partir de ces équations, il est possible de tracer le cycle d'hystérésis *M(H)* lorsque le champ est appliqué selon l'axe de facile aimantation (Fig. 3.22a). L'aimantation sera toujours parallèle à la direction d'anisotropie, soir alignée dans le sens positif des aimantations (-Ha<H), soit alignée dans le sens négatif des aimantations (H<Ha).

II. Champ appliqué perpendiculairement à l'axe anisotropie (axe difficile).

Dans ce cas, $\phi = \pi/2$, et les trois solutions à l'équation (3.4) sont :

$$\theta = \frac{\pi}{2} \;,\; \theta = -\frac{\pi}{2} \quad \text{et} \quad \sin\theta = \frac{H}{H_a}$$

De la condition sur la dérivée seconde, on obtient que :

$$\begin{array}{ll} \text{Si} \quad H \leq -Ha: & \theta = -\dfrac{\pi}{2} \\ \text{Si} \quad -Ha < H < Ha: & \sin\theta = \dfrac{H}{Ha} \\ \text{Si} \quad Ha \leq H: & \theta = \dfrac{\pi}{2} \end{array}$$

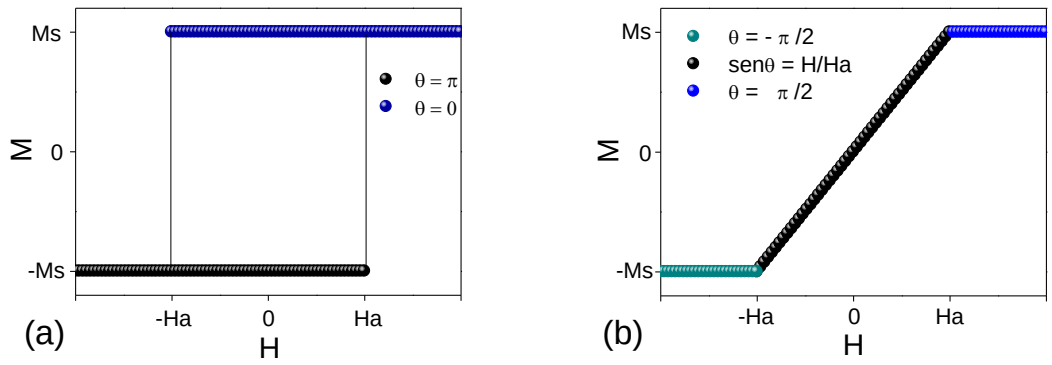


Fig. 3.22. Cycles d'aimantation construits à partir des solutions stables des équations d'énergie du système : a) lorsque le champ est appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie (axe facile), b) lorsque le champ est perpendiculaire à l'axe d'anisotropie.

De cette façon, lorsque le champ est appliqué perpendiculairement à l'axe d'anisotropie, l'aimantation sera parallèle au champ pour H > Ha et donc perpendiculaire à l'axe d'anisotropie. Puis, elle va tourner réversiblement vers l'axe d'anisotropie lorsque H diminue pour être parallèle à l'axe à H=0. Finalement, lorsque H < –Ha, l'aimantation est à nouveau orientée selon le champ, dans les champs négatifs. Le cycle d'aimantation correspondant est montré dans la Fig. 3.22b.

C.1.4. Solutions numériques du modèle de Stoner-Wohlfarth.

En dehors des deux situations particulières présentées dans le paragraphe précédent, le modèle de Stoner-Wohlfarth n'admet pas de solution analytique. On utilise alors soit la détermination géométrique à l'aide de l'astroïde, soit la détermination numérique. En effet, à partir des expressions 3.11 et 3.12 représentant respectivement la dérivée première et seconde de l'énergie totale du système, il est possible de créer un petit programme permettant de calculer les valeurs stables de θ (direction de l'aimantation) en fonction de ϕ (direction du champ appliqué) pour différentes valeurs du rapport H/H_a. Ces solutions sont présentées dans la Fig. 3.23. On y peut constater déjà que lorsque le champ appliqué est plus grand que le champ d'anisotropie (i.e. $H/H_a > 1$) il y aura une seule solution θ pour chaque ϕ. En plus, si H devient très grand (i.e. $H/H_a >> 1$), $\phi = \theta$, c'est-à-dire, l'aimantation sera alignée avec le champ appliqué. En revanche, si le champ est inferieur au champ d'anisotropie, deux solutions θ seront présentes pour chaque orientation ϕ du champ.

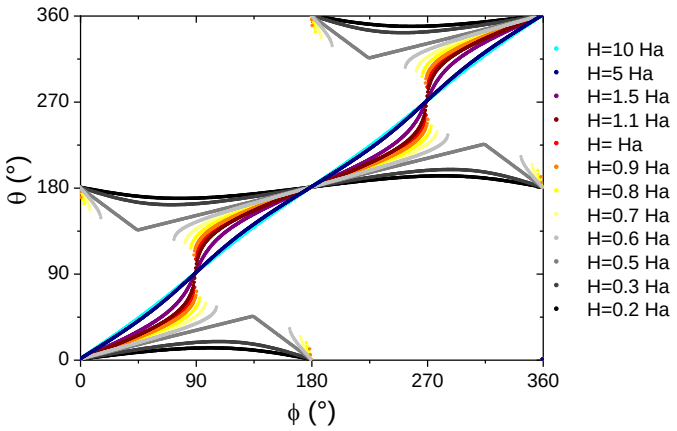


Fig. 3.23. Solutions numériques pour la direction de l'aimantation θ en fonction de la direction du champ appliqué ϕ pour plusieurs valeurs du champ (H/H_a).

C.1.5. Simulations de courbes d'AMR.

A partir des solutions θ = θ [ϕ, H] trouvées soit analytiquement, soit numériquement, il est possible de tracer des courbes d'AMR si la direction du courant est connue à partir de l'équation :

$$\rho = \rho_{\perp} + (\rho_{//} - \rho_{\perp})\cos^2(\vec{j}, \vec{M})$$

De cette façon, nous allons simuler l'allure du signal d'AMR pour différentes valeurs de [ϕ,H], d'abord pour les solutions analytiques, puis pour celles trouvées numériquement.

Courbes d'AMR pour les solutions analytiques.

Afin de simuler l'évolution de l'AMR dans le cas des solutions analytiques trouvées pour ϕ=0° et ϕ=90°, il est nécessaire de connaître la direction du courant par rapport à l'axe d'anisotropie. En figeant la direction du courant fixée par la configuration de mesure, nous allons considérer deux scénarios différents : l'un avec l'axe d'anisotropie parallèle au courant, l'autre avec l'axe d'anisotropie perpendiculaire au courant.

I. Courant parallèle à l'axe d'anisotropie.

Dans cette configuration de mesure, lorsque le champ est appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie, la résistivité du dispositif présent la valeur maximale $\rho_{//}$ (Fig. 3.24a). En effet, malgré le retournement de l'aimantation à H=Ha (où –Ha, selon la direction de balayage), aucun changement de résistance n'est produit car l'aimantation est toujours alignée dans la direction du courant.

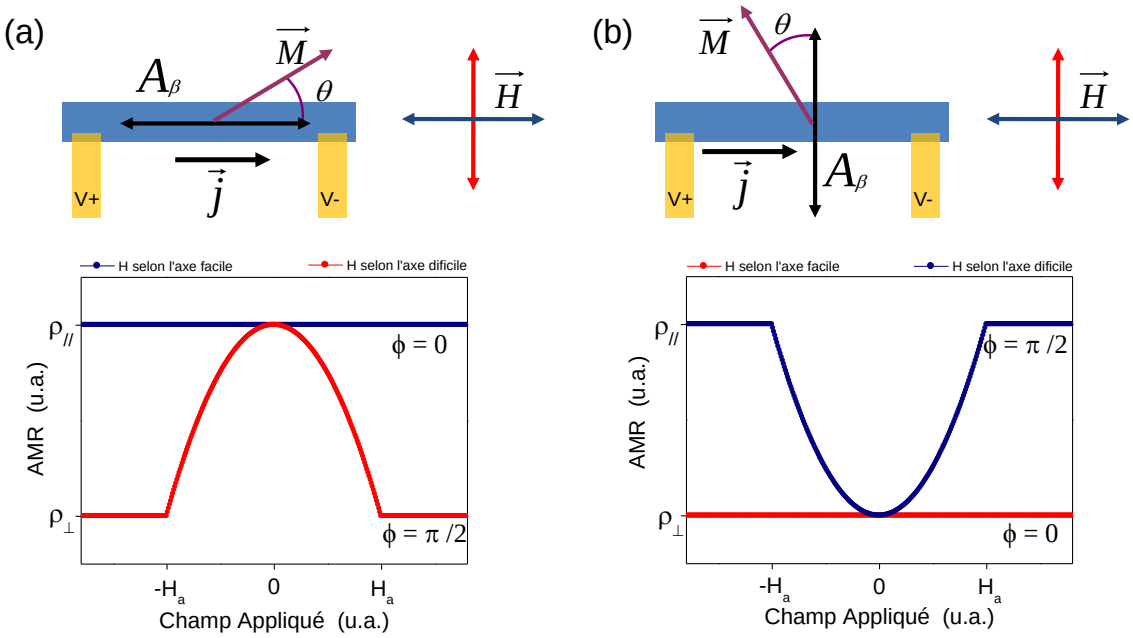


Fig. 3.24. Cycles d'AMR simulés pour un champ appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie (ligne bleue) et perpendiculairement à l'axe d'anisotropie (ligne rouge). a) Pour un courant parallèle à l'axe d'anisotropie, b) pour un courant perpendiculaire à l'axe d'anisotropie.

Lorsque le champ est appliqué perpendiculairement à l'axe d'anisotropie, la résistivité est minimale $\rho_\perp$ pour H ≤ -Ha car l'aimantation est alignée selon le champ appliqué et donc perpendiculaire au courant. A mesure que le champ diminue, de sorte que -Ha ≤ H ≤ 0, l'aimantation s'approche progressivement de l'axe d'anisotropie et la résistivité augmente. Cette évolution est donnée par l'expression suivante:

$$\rho = -(H/H_a)^2(\rho_{//} - \rho_\perp) + \rho_{//} \qquad (3.13)$$

La résistance varie alors suivant une parabole inverse jusqu'à une valeur maximale $\rho_{//}$ à champ nul, où l'aimantation sera alignée à l'axe d'anisotropie. Lorsque 0 ≤ H ≤ Ha, l'aimantation s'éloigne de l'axe d'anisotropie et la résistivité descend progressivement jusqu'à $\rho_\perp$ toujours en suivant une parabole.

II. Courant perpendiculaire à l'axe d'anisotropie.

Dans cette configuration de mesure, lorsque le champ est appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie, la résistivité du dispositif est toujours égale à sa valeur minimale $\rho_\perp$. (Fig. 3.24b). En effet, malgré le retournement de l'aimantation à H=Ha (où –Ha, selon la direction de balayage), aucun changement de résistance n'est produit car l'aimantation est toujours perpendiculaire à la direction du courant pour toutes les valeurs de champ. En revanche, lorsque le champ est appliqué perpendiculairement à l'axe d'anisotropie, et donc dans la direction du courant, la résistivité sera maximale $\rho_{//}$ pour les états saturés $\|H\| \geq$ Ha puisque l'aimantation est alignée au champ externe. Lorsque $\|H\| <$ Ha, la résistivité aura une évolution parabolique avec une valeur minimale $\rho_\perp$ à champ nul.

Courbes d'AMR pour les solutions numériques.

Similairement au cas des solutions analytiques, afin de simuler les courbes d'AMR, nous allons considérer d'une part, une configuration où l'axe d'anisotropie est parallèle au courant et, d'autre part, une configuration ayant l'axe d'anisotropie perpendiculaire au courant. Ainsi, des courbes d'AMR normalisées peuvent être obtenues numériquement, en fonction de la direction ϕ et de l'intensité H du champ appliqué (Fig. 3.25).

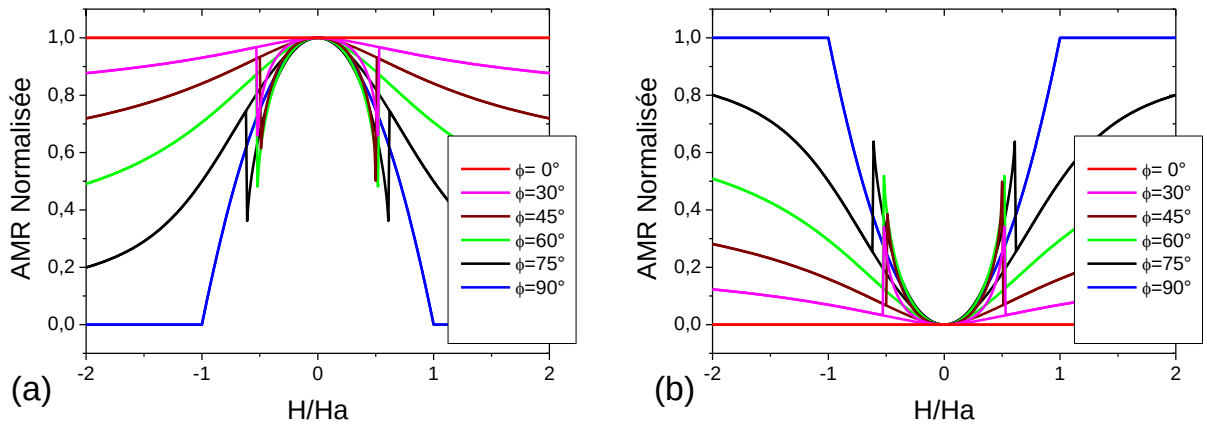


Fig. 3.25. Courbes de résistance en fonction du champ (H/Ha) obtenues par simulation pour plusieurs directions ϕ du champ. a) Configuration avec le courant perpendiculaire à l'axe d'anisotropie. Dans ce cas les cycles sont normalisés par rapport à $\rho_\perp$. b) Configuration avec le courant parallèle à l'axe d'anisotropie. Ici, les cycles sont normalisés par rapport à $\rho_{//}$.

C.2. Résultats expérimentaux : Propriétés de la couche simple.

Dans un premier temps, nous allons considérer les propriétés magnétiques de la couche sans modulation, déposée sur un substrat plan. Notamment, nous nous intéressons à la dépendance de l'AMR en fonction de l'épaisseur de la couche. Dans ce but, des mesures de transport ont été conduites sur des dispositifs de composition Si//Ta(5nm)/NiFe(x)/Pt(3nm) avec x = 3, 5, 7 et 10 nm. Les dispositifs se présentent comme des barreaux de dimensions 5000 µm x 10 µm qui ont été obtenus par lithographie optique et lift-off des couches après dépôt par pulvérisation cathodique. L'axe d'anisotropie, induit par la géométrie du dépôt et les champs magnétiques résiduels dans le bâti, est orienté le long du grand axe du barreau. Des cycles d'AMR en fonction de l'épaisseur ont été obtenus pour deux directions du champ, parallèle et perpendiculaire à la direction du courant qui lui-même est orienté le long du grand axe du barreau (Fig. 3.26). Lorsque l'épaisseur du NiFe est égale à 10 nm, on trouve que les courbes mesurées sont caractéristiques d'un axe d'anisotropie le long de l'axe du barreau : une résistance constante pour un champ appliqué parallèlement au barreau ; une résistance qui évolue selon une parabole inverse lorsque l'intensité du champ est inférieure au champ de saturation. De manière similaire, un axe d'anisotropie parallèle au barreau est observé dans le cas où l'épaisseur de NiFe est égale à 7 nm (Fig. 3.26).

Par contre, lorsque l'épaisseur est égale ou inférieure à 5 nm, le signal d'AMR obtenu est différent par rapport aux cas précédents. On remarque que pour les deux géométries du champ, une variation de la résistance est observée. Il apparaît que l'anisotropie uniaxiale bien définie pour les fortes épaisseurs disparaît.

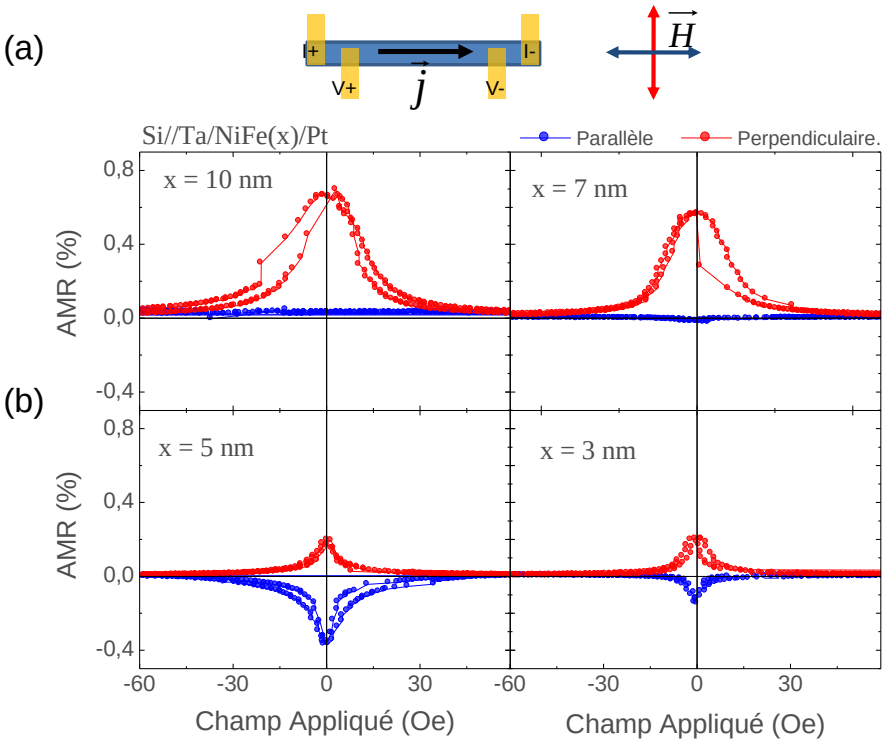


Fig. 3.26. a) Schéma représentant la configuration de mesure utilisée. Le champ et appliqué parallèlement (ligne bleue) puis perpendiculairement (ligne rouge) à l'axe du barreau b) Cycles d'AMR obtenus pour les dispositifs ayant une composition Si//Ta/NiFe(x)/Pt, avec x = 3, 5, 7 et 10 nm. Pour de fins de comparaison, les courbes sont normalisées par rapport à la résistance en saturation.

Afin de comprendre cette variation avec l'épaisseur de la couche magnétique, il faut s'intéresser aux modèles de renversement de l'aimantation dans des couches fines polycristallines. Les modèles de renversement de l'aimantation dans les systèmes polycristallins sont basés sur la formation de configuration d'aimantation de type « rides magnétiques », traduit de l'anglais *ripple*. Ces modèles ont été développés et perfectionnés depuis les années 60 par différents auteurs [11-16]. Dans tous les cas, ils considèrent un film mince polycristallin, constitué de petits grains magnétiques couplés entre eux par des interactions d'échange dont l'intensité fluctue spatialement. A une échelle macroscopique, les couches sont magnétiquement isotropes car l'orientation des axes faciles d'aimantation de chaque grain est complètement aléatoire. Pourtant, à une échelle microscopique et locale, on peut définir une anisotropie locale effective ainsi qu'une longueur de corrélation d'échange l_{ex}, distance sur laquelle l'aimantation s'inverse. Cette dernière est souvent plus grande que la taille des grains et est très sensible aux variations spatiales de l'anisotropie cristalline, aux fluctuations thermiques, au moment magnétique et au couplage entre les grains. On peut alors s'attendre à une distribution spatiale des longueurs de corrélation ainsi que de l'anisotropie locale effective.

Dans un film polycristallin, l'intensité du couplage d'échange entre grains dépend de l'épaisseur du film magnétique [16]. Des calculs de micromagnétisme montrent que :

a) Pour des films de faibles épaisseurs (inférieurs à 3nm), constitués de grains faiblement couplés, le retournement de l'aimantation s'effectue par rotation des moments magnétiques individuels de chaque grain.

b) Pour des films d'épaisseur intermédiaire compris entre 3nm et 6 nm, une structure caractéristique de type « rides magnétiques » apparaît lorsque soit le couplage entre les grains, soit l'épaisseur du film magnétique augmente [16].

c) Pour des films épais (épaisseur supérieure à 6nm), les anisotropies locales sont complètement moyennées et un comportement macroscopique avec souvent un axe d'anisotropie uniaxiale induit par la géométrie du dépôt apparaît.

Cette évolution en fonction de l'épaisseur est celle observée dans nos échantillons. On voit qu'aux fortes épaisseurs, le comportement est uniaxial. Lorsque l'épaisseur diminue, les anisotropies locales ne sont plus moyennées et des composantes d'AMR pour les deux géométries de champ doivent apparaître.

Afin de ne pas rendre l'analyse de nos échantillons encore plus délicate, nous avons choisi une épaisseur de NiFe égale à 10 nm. Pour cette épaisseur, il ne devrait pas y avoir de *ripple* dans nos échantillons. Les propriétés de transport de ces dispositifs seront présentées par la suite.

C.3. Résultats expérimentaux : Dispositifs à topologie modulée.

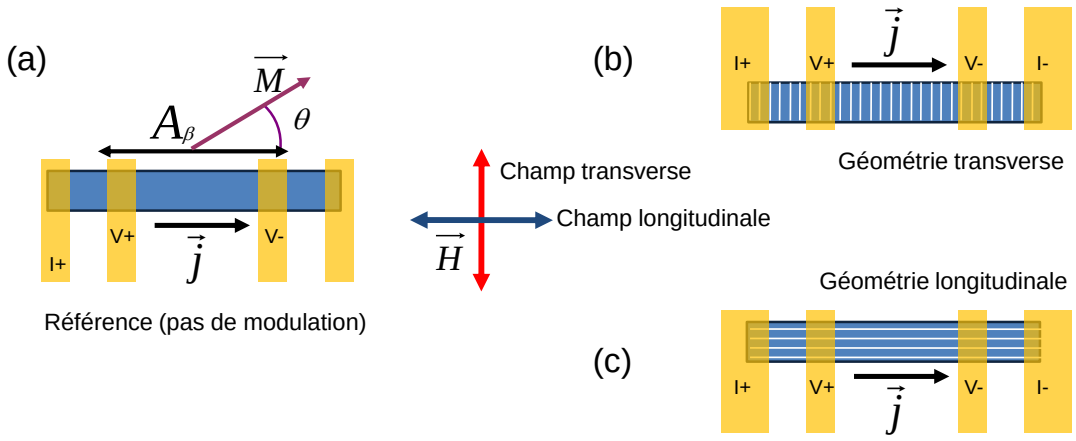


Fig. 3.27. Schéma représentant les trois types de dispositifs mesurés. a) Dispositif sans modulation de topologie. b) Dispositif ayant une géométrie de modulation transverse. c) Cas avec une géométrie de modulation longitudinale. Le champ magnétique est appliqué parallèlement (ligne bleue) puis perpendiculairement (ligne rouge) au grand axe du barreau et donc à la direction du courant.

Nous allons maintenant aborder les résultats obtenus lors de la caractérisation par magnéto-transport des dispositifs réalisés à partir d'une surface modulée. Des mesures d'AMR ont été conduites sur trois types de dispositifs : deux présentant une modulation et un troisième n'en comportant pas. Ce dernier sera utilisé comme référence pour comparer les propriétés intrinsèques de la couche magnétique de celles obtenues grâce à la modulation.

Par convention, un dispositif est dit à *géométrie longitudinale* lorsqu'il présente une modulation parallèle à l'axe du barreau, donc parallèle au courant ; un dispositif est dit à *géométrie transversale* lorsqu'il possède une modulation perpendiculaire à l'axe du barreau, donc perpendiculaire au courant (Fig. 3.C1). La mesure électrique des dispositifs est réalisée en quatre pointes à l'aide d'un Keithley 2400 en source de courant, l'intensité du courant étant égale à 700 µA. Le champ est appliqué parallèlement à l'axe du barreau (H longitudinal) ou perpendiculairement à l'axe du barreau (H transverse) avec des champs compris dans la gamme -1000 Oe < H < 1000 Oe.

C.3.1. Mise en évidence d'une anisotropie intrinsèque.

Dans un premier temps, le dispositif sans aucune modulation a été mesuré. Les cycles d'AMR obtenus pour celui-ci sont présentés dans la Fig. 3.28. La courbe rouge représente le signal d'AMR mesuré lorsque le champ magnétique est appliqué perpendiculairement au grand axe du barreau. En revanche, la courbe bleue correspond à une mesure effectuée en appliquant le champ parallèlement à ce dernier. Afin de comparer les courbes, celles-ci ont été normalisées par rapport à la résistance de saturation.

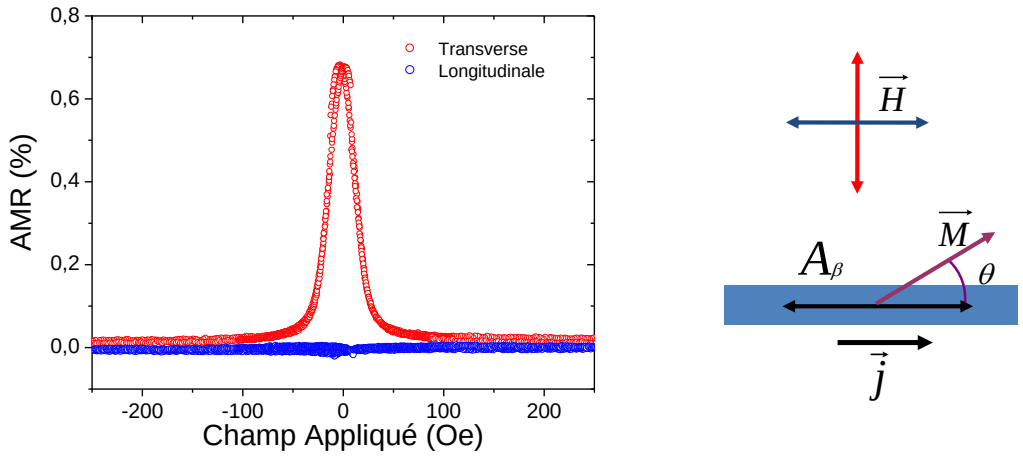


Fig. 3.28. Courbes d'AMR obtenues sur un dispositif ne comportant aucune modulation avec le champ appliqué parallèlement (ligne bleue) et perpendiculairement (ligne rouge) à l'axe du barreau. Une anisotropie uniaxiale orientée le long du barreau est mise en évidence.

En examinant la courbe rouge obtenue avec le champ perpendiculaire au barreau, on trouve un signal d'AMR égal à 0.69 %. Lorsqu'on compare ces courbes aux courbes d'AMR simulées pour les solutions analytiques du modèle de SW (voir paragraphe C.1.5), on constate la présence d'une anisotropie uniaxiale orientée le long du barreau. Cette anisotropie, appelée par la suite *anisotropie intrinsèque*, est introduite lors du dépôt de la couche magnétique à cause du champ résiduel présent dans le bâti ou la géométrie du dépôt. Ne pouvant pas être éliminée ou contrôlée lors du dépôt, il faudra tenir compte de cette anisotropie lors de l'analyse de mesures d'AMR sur des dispositifs ayant une modulation.

C.3.2. Mise en évidence d'une anisotropie uniaxiale induite par la modulation.

Regardons maintenant le dispositif à géométrie longitudinale ayant une période de modulation égale à 300 nm. Le résultat des mesures est donné dans la Fig. 3.29a.

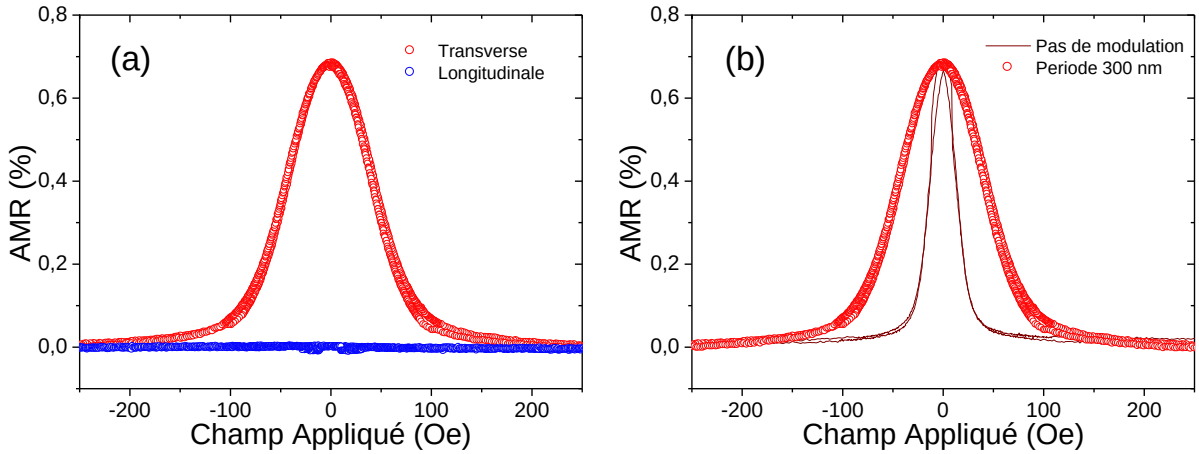


Fig. 3.29. a) Courbes d'AMR pour un dispositif à géométrie longitudinale de période égale à 300 nm. b) Comparaison des signaux d'AMR obtenus pour le dispositif modulé et le dispositif sans modulation en appliquant le champ dans la direction dite longitudinale. Une anisotropie uniaxiale induite par la modulation est mise en évidence.

A partir de ces mesures, on peut conclure qu'il existe un axe de facile aimantation orienté le long de la modulation. L'influence de la topologie est mise en évidence lorsqu'on compare le cycle obtenu dans la direction difficile pour ce dispositif à celui du dispositif sans modulation (Fig. 3.29b). En effet, on observe sur les courbes que, pour le dispositif ayant une modulation, le champ de saturation est, dans une première approximation, deux fois le champ de saturation du dispositif de référence.

C.3.3. Rotation de l'axe d'anisotropie.

Considérons maintenant le même dispositif mais à géométrie transverse, d'une période de modulation égale à 300 nm. La Fig. 3.30 montre les cycles d'AMR obtenus pour ce dispositif. Lorsque l'on compare ces cycles aux courbes d'AMR simulées (voir paragraphe C.1.5), on constate la présence d'une anisotropie uniaxiale orientée dans la direction du champ dite *transverse*, c'est-à-dire, le long de la modulation. De cette façon, c'est la direction de la modulation qui va déterminer l'orientation de l'axe d'anisotropie, en dépit de l'anisotropie intrinsèque orientée perpendiculairement à cette dernière

La couche magnétique a été déposée en même temps sur les dispositifs à géométrie transverse et longitudinale. Nous montrons ici clairement pour la première fois qu'un substrat à topologie modulée sous forme de lignes peut contraindre les aimantations de deux couches magnétiques distantes de quelques micromètres sur le même substrat à se mettre à 90°. Cette mise en évidence ouvre de nouvelles perspectives pour le domaine de l'électronique de spin et notamment dans le domaine des capteurs de champ magnétique comme nous allons le voir à la fin de ce chapitre.

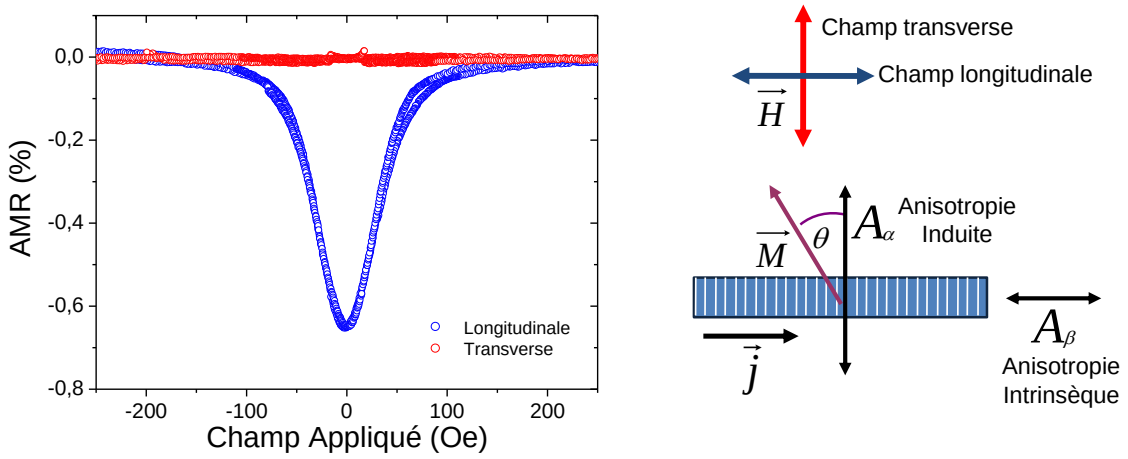


Fig. 3.30. Courbes de magnétorésistance pour un dispositif à géométrie transverse, de période égale à 300 nm, montrant la présence d'une anisotropie uniaxiale orientée dans la direction dite transverse du champ. Cette anisotropie est induite par la modulation.

C.3.4. Influence des paramètres de la modulation.

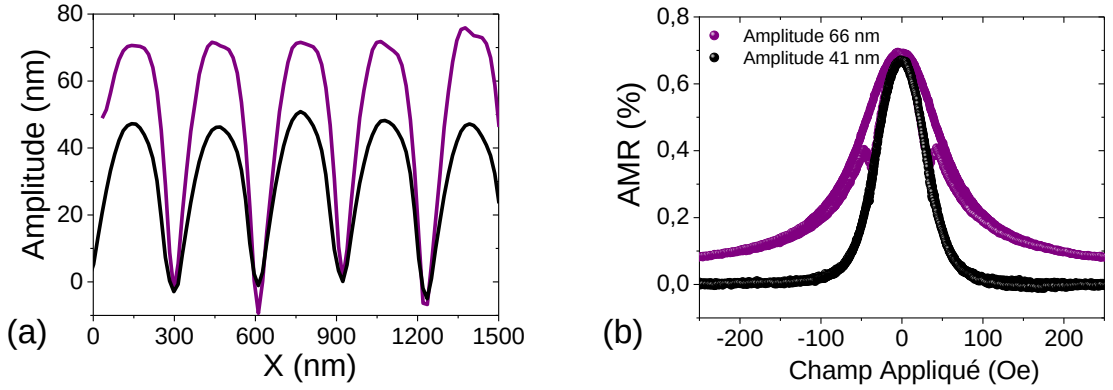


Fig. 3.31. a) Profils obtenus par AFM et b) signaux d'AMR associés. Ils correspondent à deux dispositifs à géométrie longitudinale de période égale à 300 nm.

Suite à la mise en évidence d'une anisotropie uniaxiale orientée le long des lignes gravées dans le substrat de Si, nous nous intéressons à l'influence des paramètres de la modulation sur l'anisotropie induite. La Fig. 3.31a présente le profil obtenu par microscopie à force atomique de la surface de deux dispositifs ayant une modulation longitudinale de période égale à 300 nm. L'amplitude moyenne de la modulation est 41 nm et 66 nm respectivement. Les cycles d'AMR correspondants sont présentés dans la Fig. 3.31b. On montre que plus l'amplitude de la modulation est grande, plus le champ pour mener le système à la saturation est grand. Ce dernier étant proportionnel à la constante d'anisotropie, elle sera plus grande à mesure que l'amplitude augmente.

La Fig. 3.32a présente des cycles d'AMR correspondants à deux dispositifs à géométrie longitudinale de périodes 300 nm et 400 nm respectivement. A partir de ces courbes, on voit que le champ d'anisotropie est similaire pour les deux dispositifs. Or, pour le dispositif de période 300 nm, l'amplitude moyenne de la modulation égale à 41 nm (Fig. 3.32b). Elle est inférieure à celle du dispositif de période 400 nm qui est égale à 95 nm. Tout indique donc par extrapolation que le champ d'anisotropie diminue à mesure que la période augmente.

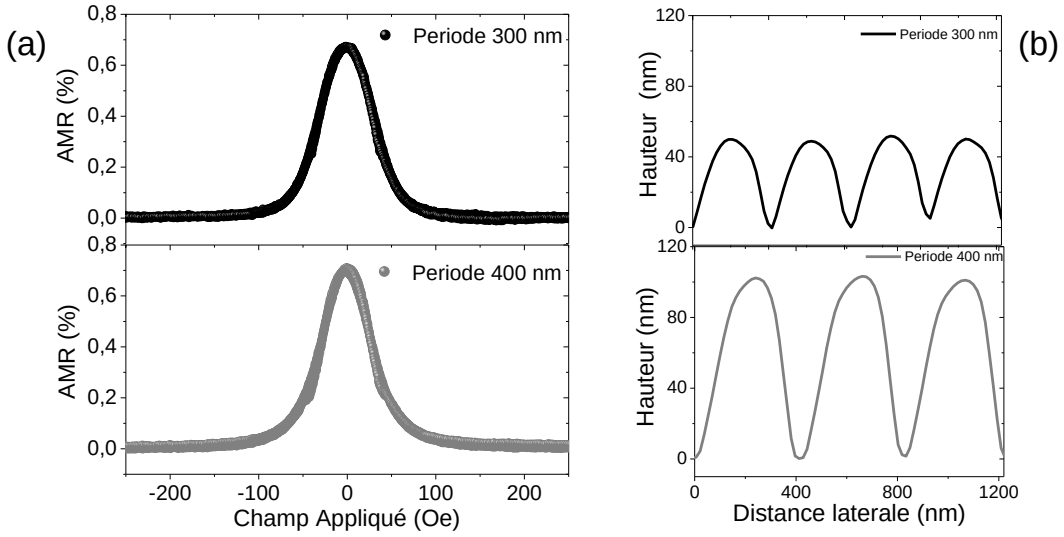


Fig. 3.32. a) Cycles de magnétorésistance pour deux dispositifs à géométrie longitudinale ayant des périodes 300 nm et 400 nm respectivement. b) Profils obtenus pas AFM.

C.4 Détermination du champ d'anisotropie.

Nous venons de voir que différents paramètres de modulation des lignes (i.e. période et amplitude) apportent des modifications dans les courbes d'AMR. Nous nous intéresserons dans la suite à la détermination du champ d'anisotropie de chaque dispositif à partir des mesures d'AMR effectuées. Pour cela, nous allons considérer que l'anisotropie induite par la modulation est une anisotropie uniaxiale. Ceci est vérifié grâce aux mesures angulaires réalisées sur les dispositifs et montrées dans la section C.5.

C.4.1. Le champ de saturation.

Le champ d'anisotropie peut *apriori* être déterminé à partir du champ de saturation mesuré lorsque le champ magnétique est appliqué perpendiculairement à l'axe d'anisotropie. En effet, comme cela a déjà été montré précédemment, lorsque $\phi = \pi/2$, les trois solutions à l'équation (3.4) sont $\theta = \pm\pi/2$ et $\sin\theta = H/Ha$. La saturation correspond au cas où l'aimantation est alignée avec le champ, c'est-à-dire, $\theta = \phi = \pm\pi/2$. La valeur du champ Hs pour laquelle ces solutions sont stables est donnée par la dérivée seconde de l'énergie :

$$\frac{1}{2K_1}\frac{\partial^2 E}{\partial\theta^2}(\theta = \frac{\pi}{2}) = -1 + \frac{H_{sat}}{H_a} = 0 \qquad (3.14)$$

Soit

$$H_{sat} = Ha \qquad (3.15)$$

Le champ d'anisotropie correspond donc au champ de saturation dans la direction difficile. Dans la pratique, il est pourtant difficile de définir exactement, dans une courbe d'AMR quel est le point que correspond à la saturation. En effet, la moindre déviation de la direction du champ magnétique par rapport à la perpendiculaire à l'axe d'anisotropie va entraîner un drastique changement de la forme de la courbe d'AMR. Ceci est illustré dans la Fig. 3.33. On y voit comment une déviation égale à 1° peut changer en 20 % le champ de saturation, tandis que pour une déviation égale à 5° ce changement est supérieur à 100 %.

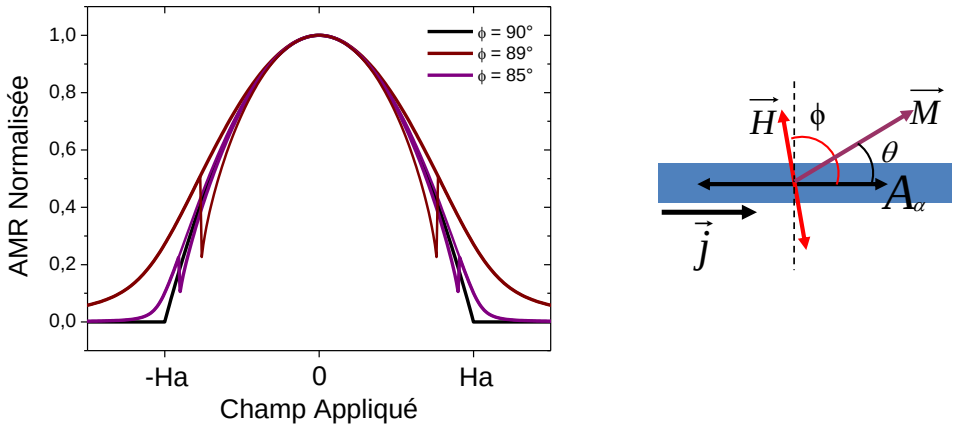


Fig.3.33. Courbes d'AMR montrant l'effet de la déviation de la direction du champ magnétique par rapport à la perpendiculaire à l'axe d'anisotropie. La valeur du champ de saturation augmente à mesure que ϕ s'éloigne de 90°.

C.4.2. Ajustement à une parabole à de bas champs.

Lorsque le champ magnétique est appliqué perpendiculairement à l'axe d'anisotropie ($\phi = \pi/2$), l'énergie du système est donnée par :

$$E = Ea(\theta) - HM\sin\theta \tag{3.16}$$

Où Ea(θ) est l'énergie d'anisotropie. Pour un champ assez faible pour que l'aimantation reste proche de l'axe facile l'équation 3.16 peut s'exprimer comme :

$$E = Ea(0) + E'a(0)\theta + \frac{1}{2}E''a(0)\theta^2 - HM\,\theta \tag{3.17}$$

De cette façon :

$$\frac{\partial E}{\partial \theta} = E'a(0) + E''a(0)\theta - HM \tag{3.18}$$

Pour une position de l'aimantation qui minimise l'énergie l'on a donc :

$$\theta = \frac{HM}{E''a(0)} \tag{3.19}$$

Or, dans la configuration indiqué, l'AMR évolue selon :

$$\rho = \rho_{\perp} + (\rho_{//} - \rho_{\perp})\cos^2\theta \tag{3.20}$$

A faible champ l'on a alors, pour un courant parallèle à l'axe d'anisotropie :

$$\rho = \rho_{\perp} + (\rho_{//} - \rho_{\perp})(1 - \theta^2) \tag{3.21}$$

Et pour un courant perpendiculaire à l'axe d'anisotropie :

$$\rho = \rho_{\perp} + (\rho_{//} - \rho_{\perp})\theta^2 \tag{3.22}$$

En utilisant l'expression 3.19, les équations 3.21 et 3.22 deviennent :

$$\rho = -\left(\frac{HM}{E''a(0)}\right)^2(\rho_{//} - \rho_{\perp}) - \rho_{//} \tag{3.23}$$

$$\rho = \left(\frac{HM}{E''a(0)}\right)^2(\rho_{//} - \rho_{\perp}) + \rho_{\perp} \tag{3.24}$$

De cette façon, à faible champ le champ d'anisotropie correspond à la courbure de l'énergie autour de l'axe d'anisotropie :

$$Ha = \frac{M}{E''a(0)} \tag{3.25}$$

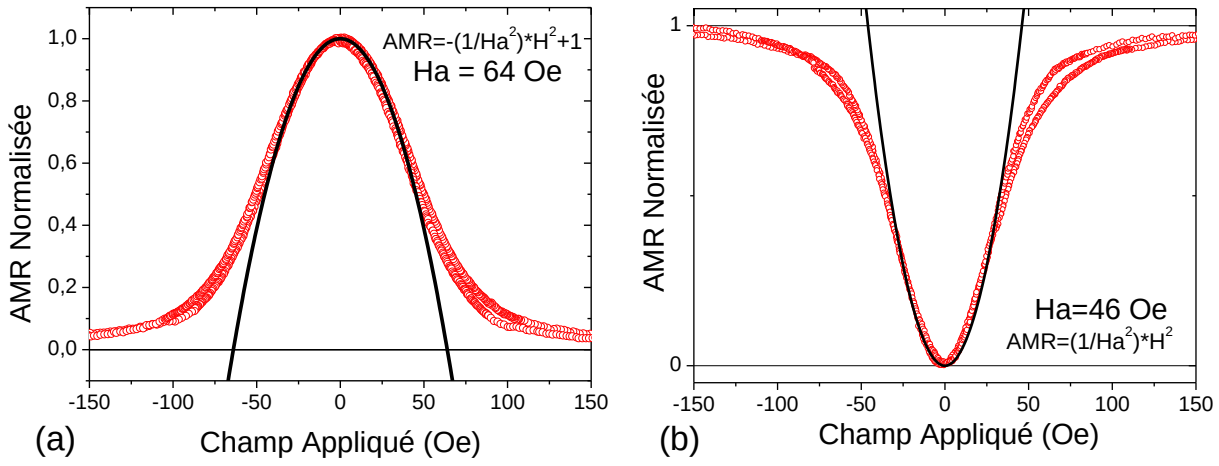


Fig. 3.34. Courbes montrant la détermination du champ d'anisotropie par approximation à une parabole à de bas champs. a) Dispositif à géométrie longitudinale de période égale à 300 nm, b) dispositif à géométrie transverse de période égale à 300 nm.

De cette façon il est possible de déterminer le champ d'anisotropie à partir des mesures d'AMR par ajustement à une parabole à de bas champs. Ainsi, lorsque les courbes sont normalisées à 1,

$$\rho_{AMR} = -\frac{1}{H_a^2} H^2 + 1 \qquad (3.26)$$

$$\rho_{AMR} = \frac{1}{H_a^2} H^2 \qquad (3.27)$$

La Fig. 3.34 illustre la détermination du champ d'anisotropie de deux dispositifs à l'aide de la méthode décrite.

C.4.3. Les courbes d'AMR pour les solutions numériques.

Lorsque le signal d'AMR obtenu devient complexe, la détermination du champ d'anisotropie par l'approximation à une parabole risque de manquer de précision. La Fig. 3.35a présente le cas d'un dispositif sans modulation ayant un signal d'AMR complexe. On peut observer sur la courbe que non seulement le maximum de résistance ne correspond pas au champ nul, mais encore deux maxima y sont présents, un pour chaque sens du balayage du champ. En revanche, la courbe de la Fig. 3.35b présent un seul maximum de résistance mais, dans ce cas, le signal d'AMR de chaque demi-cycle n'est pas symétrique (i.e. il y a une hystérésis).

Nous allons donc considérer des simulations du signal d'AMR construites à partir des solutions trouvées numériquement afin de remonter au champ d'anisotropie.

Le fait de simuler les courbes d'AMR à partir des solutions numériques nous permet d'une part de prendre en compte des effets de désalignement entre le courant et l'axe d'anisotropie, et d'autre part d'explorer l'évolution du signal d'AMR pour une direction quelconque du champ. Ce dernier aspect est particulièrement important lorsqu'on considère la précision avec laquelle on peut connaître la direction réelle d'application du champ.

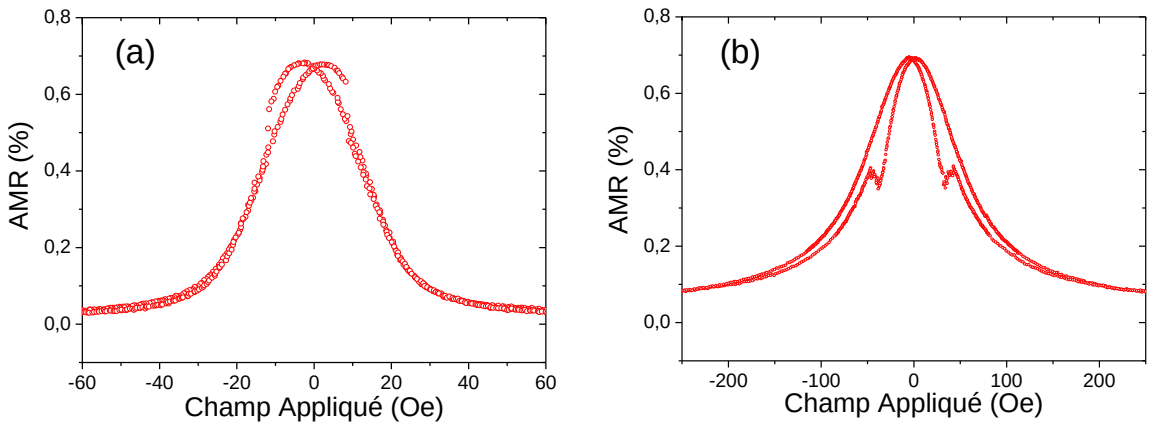


Fig. 3.35. Courbes complexes d'anisotropie de magnétorésistance ne permettant pas une détermination précise du champ d'anisotropie par l'approximation à une parabole. a) Dispositif sans modulation. b) Dispositif à géométrie longitudinale de période égale à 300 nm.

La Fig. 3.36 présente la reproduction de la courbe d'AMR mesurée pour le dispositif sans modulation. La simulation est réalisée en considérant que l'angle entre l'axe d'anisotropie et le courant est égal à 10°, et que le champ appliqué forme un angle égal à 86° avec le courant. La direction du courant étant fixée par la géométrie, nous pouvons conclure, de cette expérience, que le champ d'anisotropie, correspondant à l'anisotropie intrinsèque, est égal à 21 ± 3 Oe, et que la direction de cet axe forme un angle de 10° avec la direction du courant.

De la même manière, la Fig. 3.37 montre qu'un champ d'anisotropie de 63 Oe permet de simuler la courbe obtenue pour un dispositif à géométrie longitudinale, de période égale à 300 nm, lorsque le champ est appliqué à 80° par rapport à l'axe d'anisotropie. En plus, on voit que pour ce dispositif, la courbe d'AMR ne présente qu'un seul maximum, ce qui implique que l'axe d'anisotropie uniaxiale mis en évidence est dû intégralement à la modulation

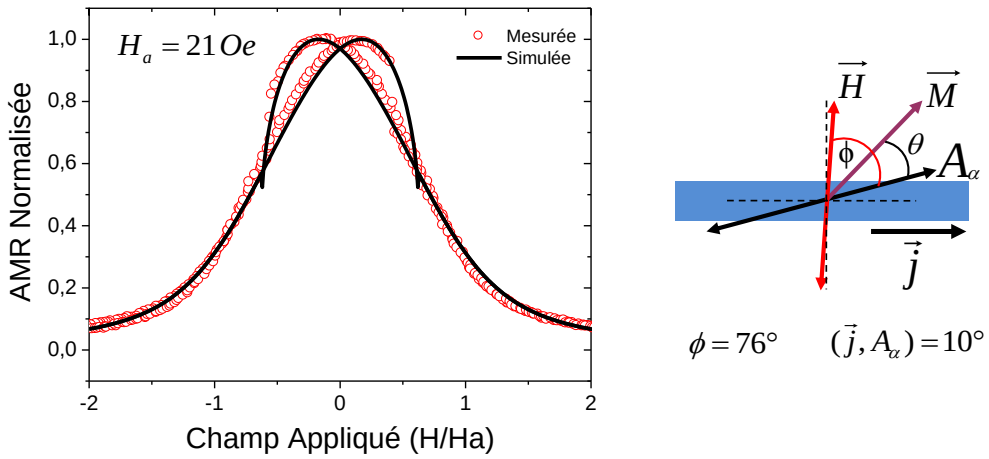


Fig. 3.36. Simulation de la courbe d'AMR du dispositif sans modulation. La forme de la courbe mesurée peut être obtenue à partir des solutions numériques en considérant un champ d'anisotropie égale à 21 Oe, un angle de 10° entre le courant et l'axe d'anisotropie, et un champ appliqué formant un angle égale à 86° par rapport au courant.

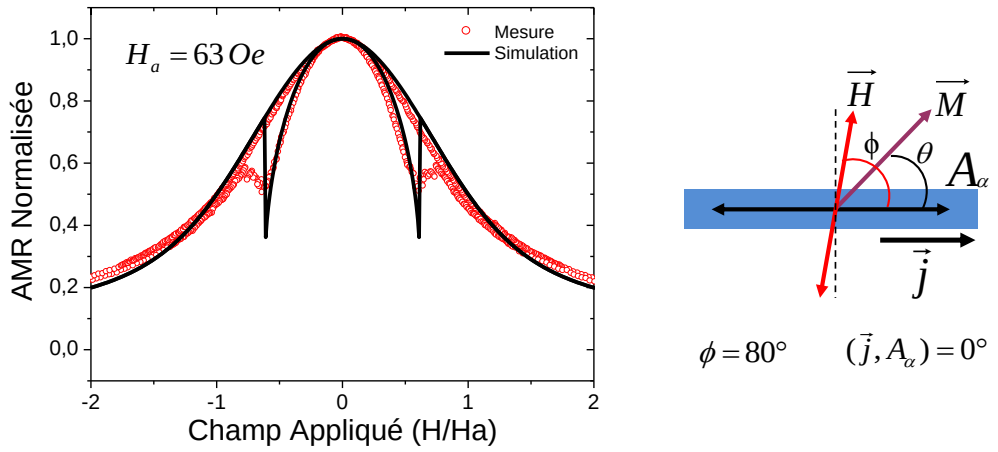


Fig. 3.37. Reproduction de la courbe d'AMR mesurée sur un dispositif à géométrie longitudinale de période égale à 300 nm. La simulation est faite en utilisant un champ d'anisotropie égale à 63 Oe et un champ appliqué à 80° par rapport au courant.

De cette façon, il a été constaté que le modèle de Stoner-Wohlfarth permet de décrire le comportement magnétique tant du dispositif sans modulation, ainsi que des dispositifs à géométrie longitudinale.

C.5. Mesures angulaires.

Bien que les simulations des courbes de magnétorésistance R(H) permettent de reproduire les signaux d'AMR mesurés (pour H // J et H ⊥ J), cette approche s'avère laborieux à cause de trois paramètres qu'il faut y spécifier : la direction réelle du champ appliqué (i.e. prendre en compte le désalignement du champ), l'angle entre le courant et l'axe d'anisotropie, ainsi que la valeur approximative du champ d'anisotropie. Nous allons aborder une façon plus précise de déterminer la valeur du champ d'anisotropie et qui permet, en même temps, de s'affranchir les problèmes rencontrés liés aux désalignements. A la différence des mesures *R(H)* présentées dans la section précédente, où la résistance est mesurée lorsque l'intensité du champ appliqué varie pour une direction du champ donnée, les mesures angulaires *R(θ)* consistent à figer l'intensité du champ et à mesurer la résistance tandis que la direction ϕ du champ change.

C.5.1. Comportement théorique.

La dépendance angulaire de l'AMR peut être obtenue facilement à partir des solutions numériques du modèle de SW. En effet, en normalisant l'équation qui décrit l'évolution de l'AMR en fonction de l'angle entre le courant et l'aimantation, on a :

$$\rho_{norm} = \cos^2(\vec{j}, \vec{M}) \qquad (3.28)$$

Lorsque le courant *J* est parallèle à l'axe d'anisotropie, l'angle entre l'aimantation et le courant sera $(\vec{j}, \vec{M}) = \theta$.

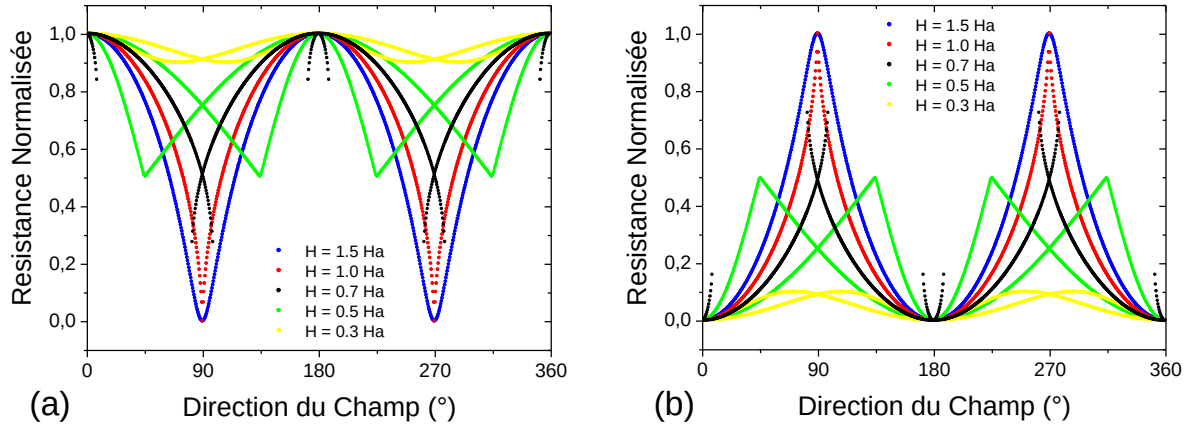


Fig. 3.38. Simulations de l'évolution de l'AMR en fonction de l'angle d'application du champ par rapport à l'axe d'anisotropie. a) Courant parallèle à l'axe d'anisotropie. b) Courant perpendiculaire à l'axe d'anisotropie.

En revanche, si J est perpendiculaire à l'axe d'anisotropie, l'angle sera $(\vec{j},\vec{M}) = \pi/2 - \theta$. La Fig. 3.38 présente les courbes angulaires simulées pour plusieurs valeurs du champ. Comme on le sait bien, à champ fort, l'aimantation sera alignée avec le champ ($\theta=\phi$), de cette façon, la résistance va évoluer, selon l'orientation de l'axe d'anisotropie, de la forme suivante :

$$\rho_{norm} = \cos^2\phi \quad (3.29) \qquad \text{ou} \qquad \rho_{norm} = 1 - \cos^2\phi \quad (3.30)$$

Pour des champs tels que $H \geq Ha$, la résistance aura une dépendance quasi-cosinusoïdale par rapport à ϕ, variant entre $\rho_\perp$ et $\rho_{//}$. En revanche, pour $H < Ha$, la résistance variera entre $\rho_{//}$ ($\rho_\perp$) et une valeur minimale (maximale) qui dépendra de l'intensité du champ.

Des mesures angulaires ont été effectuées à plusieurs intensités de champ pour trois dispositifs différents : un dispositif sans modulation, et deux dispositifs de période de modulation égale à 300 nm, l'un à géométrie longitudinale, l'autre à géométrie transverse. Les mesures ont été ensuite comparées aux simulations présentées dans le paragraphe précédent.

C.5.2. Confirmation de la présence d'une anisotropie uniaxiale.

La figure supérieure de la Fig. 3.39 montre un ensemble de courbes mesurées à des valeurs d'intensités du champ différentes pour un dispositif n'ayant pas de modulation. On peut constater qu'à champ fort, l'évolution de la résistance suit l'équation 3.29. En revanche, à bas champ, la résistance s'écarte progressivement de ce comportement. Sur la courbe du dessous, des mesures faites avec des champs de 19.6, 23.7 et 38 Oe sont comparées avec des simulations réalisées en utilisant des rapports H/Ha égaux à 0.9, 1.0 et 1.5, respectivement. Pour les trois cas, il existe une très bonne correspondance entre les mesures et les simulations. On peut donc en déduire un champ d'anisotropie égal à 23 ± 3 Oe. Lorsque l'on s'écarte de plus de 3 Oe du champ d'anisotropie, la position des pics n'est plus du tout en accord avec les résultats expérimentaux. La détermination du champ d'anisotropie est donc très précise. Il faut souligner que cette valeur de Ha est similaire à celle déterminée par la méthode d'ajustement à une parabole à bas champ.

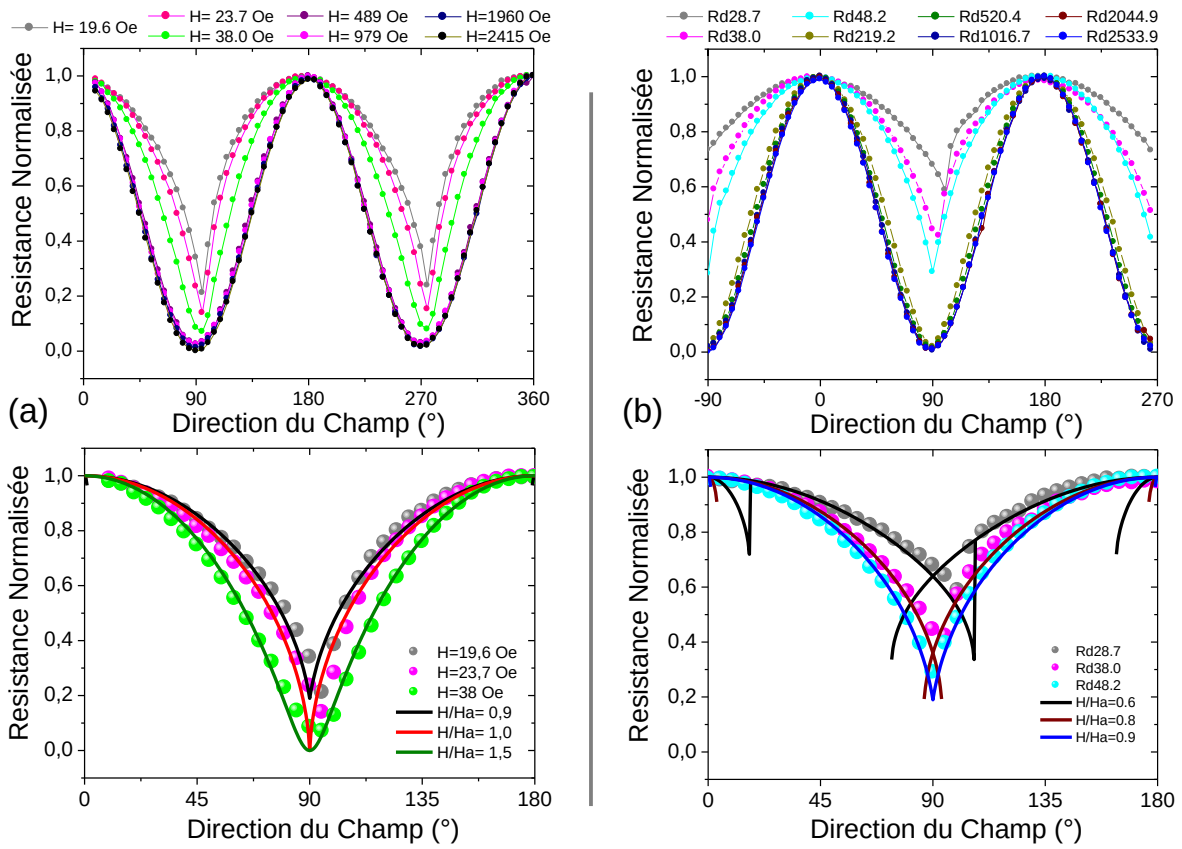


Fig. 3.39. Mesures angulaires et détermination du champ d'anisotropie vis-à-vis des simulations. a) un dispositif ne pas ayant de modulation. b) dispositif à géométrie longitudinale de période 300 nm.

De la même manière, un champ d'anisotropie égal à 50 ± 3 Oe a été déterminé pour un dispositif à géométrie longitudinale de période égale à 300 nm, dont les courbes obtenues sont montrées sur la Fig. 3.41b. Encore une fois, il faut souligner que cette même valeur a été obtenue par la méthode de la parabole.

De cette façon, nous avons confirmé la présence d'une anisotropie uniaxiale tant pour le dispositif sans modulation que pour le dispositif ayant une modulation longitudinale. Dans le premier cas il s'agit d'une anisotropie intrinsèque. Dans le deuxième cas, une anisotropie uniaxiale induite par la modulation s'ajouterait à l'anisotropie intrinsèque.

C.6. Evolution du champ d'anisotropie.

Les champs d'anisotropie de plusieurs dispositifs à géométrie longitudinale et transverse ont déterminés par les méthodes décrites dans la section précédente. L'amplitude moyenne de la modulation de chaque dispositif a été ensuite obtenue à l'aide du microscope à force atomique. Nous allons aborder l'évolution du champ d'anisotropie en fonction de cette dernière pour les différentes périodes de la modulation.

C.6.1. Dispositifs à géométrie longitudinale.

La Fig. 3.40 montre l'évolution du champ d'anisotropie en fonction de l'amplitude de modulation pour des dispositifs ayant de périodes 300 nm et 400 nm. On peut y remarquer que, pour chaque période de modulation, le champ d'anisotropie *Ha* augmente lorsque l'amplitude de la modulation *A* augmente. D'après la Figure 3.40 l'on arrive à deux résultats importants :

- Lorsque la période de la modulation augmente la pente d*Ha*/d*A* diminue ;
- Lorsque l'amplitude de la modulation diminue, la valeur de *Ha* devient 21 Oe, indépendamment de la période de la modulation Il est très remarquable ce valeur du champ d'anisotropie soit égale au champ d'anisotropie déterminé pour le dispositif sans modulation.

De cette façon, on pourrait exprimer le champ d'anisotropie total comme le résultat de la présence de deux anisotropies uniaxiales : une anisotropie induite par la modulation et l'anisotropie intrinsèque (introduite lors du dépôt). Ainsi, pour une géométrie longitudinale, l'anisotropie totale serait :

$$H_a = H_a^{instrinsèque} + H_a^{induit} \qquad (3.31)$$

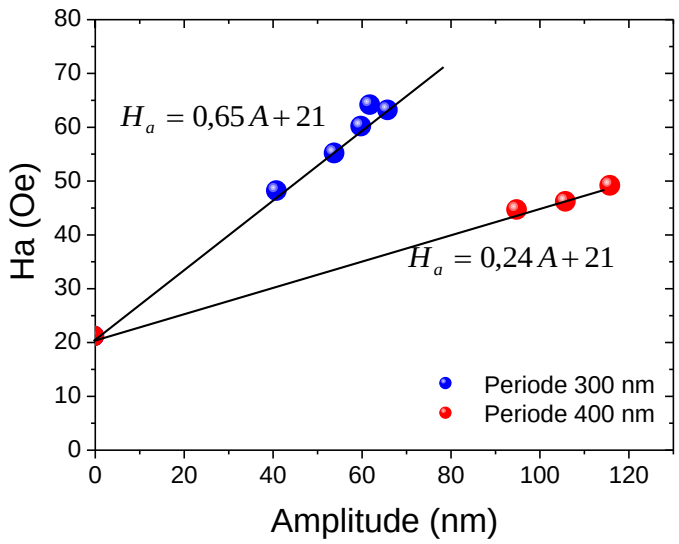


Fig. 3.40. Champ d'anisotropie en fonction de l'amplitude de modulation pour des dispositifs à géométrie longitudinale ayant de périodes 300 et 400 nm.

C.6.2. Dispositifs à géométrie transverse.

Dans ce paragraphe nous allons considérer l'évolution du champ d'anisotropie pour les dispositifs à géométrie transverse. Les résultats pour une période égale à 300 nm seront d'abord présentés.

Modulation de période égale à 300 nm.

L'évolution du champ de saturation est présentée dans la Fig. 3.41a. Si l'on ne tient pas en compte le point signalé par la flèche bleue dans la figure, correspondant à une amplitude égale à 30 nm, le champ d'anisotropie *Ha* augmente lorsque l'amplitude de la modulation *A* augmente (voir Fig. 3.41). En effet, on voit que pour une période égale à 300 nm, l'évolution du champ d'anisotropie d'une géométrie transverse obéit la même pente d*Ha*/d*A* que celle d'une géométrie longitudinale. Ceci indique que l'évolution du champ d'anisotropie est déterminée par l'amplitude de la modulation.

Or, lorsque des mesures angulaires sont effectuées sur le dispositif dont le champ d'anisotropie n'a pas été tenu en compte dans las Fig. 3.41, il est impossible de déterminer une valeur du champ d'anisotropie cohérente avec toutes les mesures réalisées (Fig. 3.41b). Pour ce dispositif une anisotropie uniaxiale n'est pas donc présente. Etant donné que l'amplitude de la modulation dans ce dispositif est égale à 30 nm, il semblerait que l'anisotropie induite n'est pas assez grande pour fixer un axe d'anisotropie uniaxiale. Ainsi, au-dessus d'une amplitude dite de transition $A_t \sim 30$ nm, l'anisotropie induite par la modulation fixerait la direction de l'anisotropie, tandis que au-dessous de cette valeur c'est l'anisotropie intrinsèque qui prédominerait. Toutefois on ne peut plus considérer que l'anisotropie intrinsèque associée à un dispositif à géométrie transverse soit uniaxiale, car si c'était le cas l'énergie totale d'anisotropie aurait la forme :

$$E = (K_a^{induit} - K_a^{instrinsèque})\sin^2\theta \qquad (3.32)$$

C'est-à-dire, l'anisotropie totale serait encore uniaxiale, ce qui n'est pas le cas comme le montre le cas du dispositif d'amplitude égale à 30 nm (Fig. 3.41b).

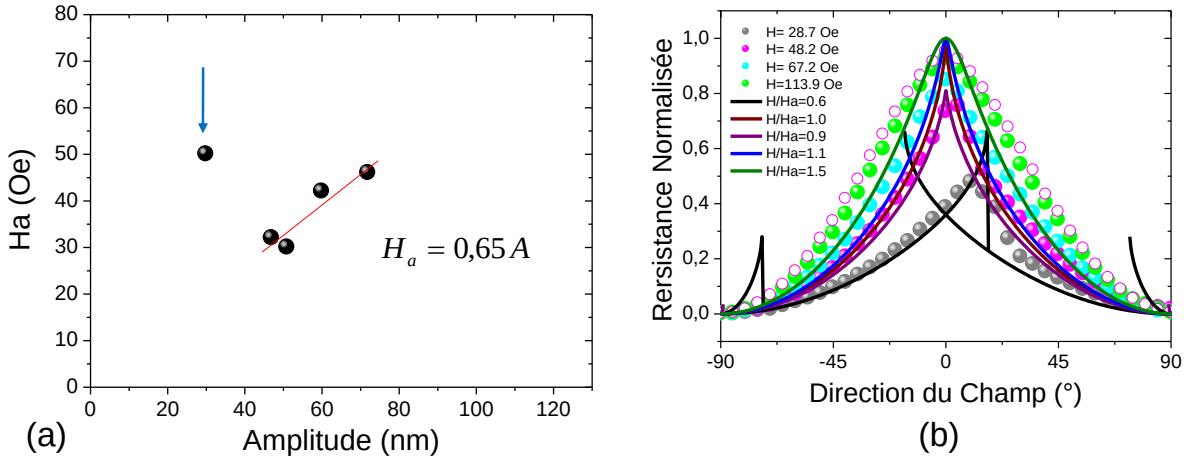


Fig. 3.41. a) Champ d'anisotropie en fonction de l'amplitude de modulation pour des dispositifs à géométrie transverse ayant une période égale à 300 nm. b) Mesures angulaires et simulations pour un dispositif à géométrie transverse de période 300 nm pour lequel le champ d'anisotropie n'a pas pu être déterminé.

Modulation de période égale à 400 nm.

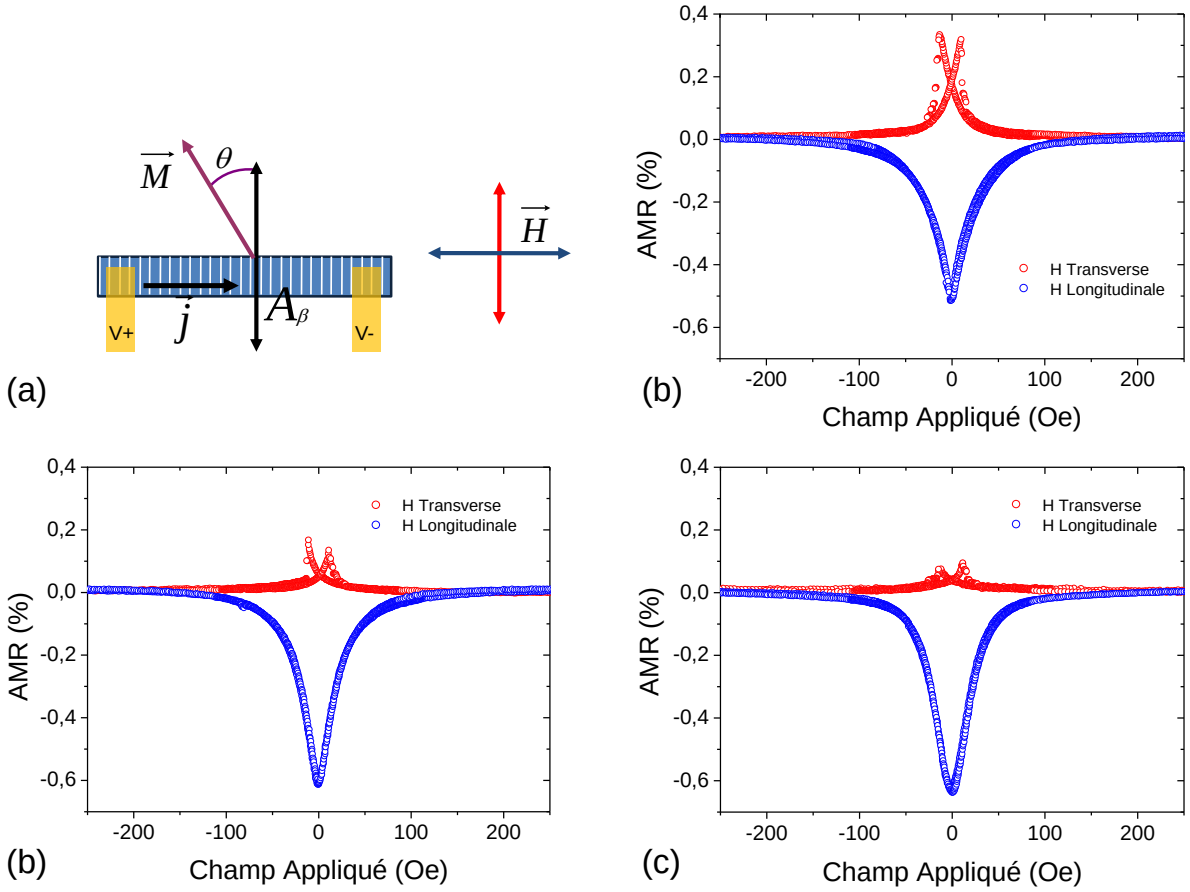


Fig. 3.42. Dispositifs à géométrie transverse de période égale à 400 nm. a) schéma représentant la configuration de mesure. b) Courbes d'AMR obtenues pour un dispositif ayant une amplitude de modulation égale à 115 nm. c) Courbes d'AMR pour une amplitude égale à 128 nm. d) Signales d'AMR pour un dispositif dont l'amplitude est égale à 135 nm.

La Fig. 3.42 présente les courbes d'AMR obtenues pour trois dispositifs à géométrie transverse de période égale à 400 nm. La forme très pointue des courbes pour un champ appliqué perpendiculairement aux *lignes* n'a pas permis l'ajustement à une parabole à des faibles champs. Le champ d'anisotropie n'a pas pu être déterminé. Toutefois, d'après le comportement obtenu dans les deux directions d'application du champ, les courbes obtenues ne correspondent pas à une anisotropie uniaxiale. Or, si l'on considère l'évolution de la forme des courbes en fonction de l'amplitude de la modulation, on y trouve qu'à mesure que l'amplitude augmente le comportement s'approche à celui d'une anisotropie uniaxiale. Ceci suggère que dans cette gamme d'amplitude l'anisotropie induite par la modulation n'est pas assez grande pour vaincre l'anisotropie intrinsèque.

De cette façon, on peut considérer que pour une géométrie transverse l'anisotropie intrinsèque évolue en fonction des paramètres de la modulation. Bien que cette évolution n'ait pas pu être déterminée à partir des expériences effectuées, il a été observé que lorsque l'amplitude de la modulation est grande et la période petite (40 nm pour une période égale à 300 nm) l'anisotropie intrinsèque sera négligeable devant l'anisotropie due à la modulation.

D. Application à un capteur à effet Hall planaire bidimensionnel.

L'une des applications importantes des matériaux magnétiques est celle des capteurs magnéto-résistifs. Dans ce type de dispositifs, la détection d'un champ magnétique consiste à établir l'amplitude et le signe d'une composante du champ à partir d'une mesure de la résistance. La quantification du champ appliqué implique ainsi la connaissance de la dépendance de l'aimantation à l'action de celui-ci, c'est-à-dire, de la fonction *M = M (H)*. Idéalement, cette fonction doit être linéaire. Or, il est très important que la réponse du système soit réversible afin d'assurer que la fonction *M = M (H)* ne dépende pas de l'histoire du système. Notamment, dans les matériaux déposés en couche mince ayant une anisotropie uniaxiale dans le plan, un champ appliqué perpendiculairement à cet axe entraîne une rotation réversible de l'aimantation et donc une variation réversible de la résistance.

Cette résistance peut être mesurée soit dans une configuration longitudinale, soit dans une configuration transverse (Fig. 3.43). Dans le premier cas, la résistivité mesurée est donnée par :

$$\rho_{AMR} = \rho_{\perp} + (\rho_{//} - \rho_{\perp})\cos^2\theta \qquad (3.33)$$

où θ est l'angle entre le courant et l'aimantation. En revanche, pour une mesure transverse appelée effet Hall planaire (*Planar Hall Effect, en anglais*), la résistivité est donnée par l'expression suivante :

$$\rho_{PHE} = (\rho_{//} - \rho_{\perp})\sin\theta\cos\theta \qquad (3.34)$$

Tant la mesure longitudinale (AMR) que la mesure transversale (PHE) de la résistance nous permettent de remonter à la direction de l'aimantation en fonction du champ appliqué *θ(H)*. Toutefois, la mesure transversale présente deux avantages :

a) Elle est sensible uniquement à la partie anisotrope de la résistivité. De cette manière, la dérive thermique est énormément réduite par rapport à la mesure longitudinale où le terme constant est une source importante du bruit[a] [17].

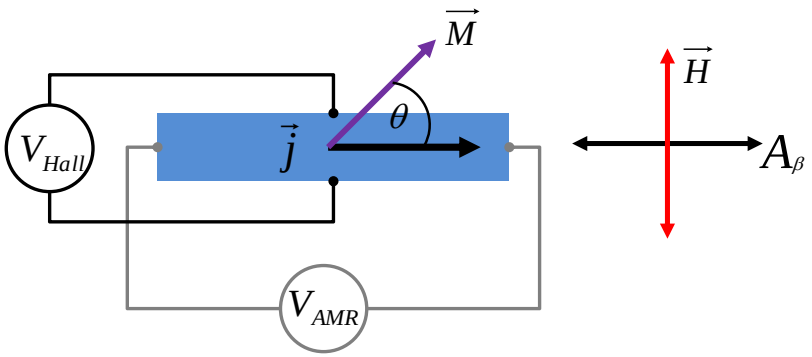


Fig. 3.43. Représentation schématique des configurations de mesure permettant de mesurer la composante du champ magnétique perpendiculaire à l'axe d'anisotropie du dispositif, lorsque le courant est parallèle à cet axe.

[a] Pour le permalloy standard (dR/dT)/T=0.25%.

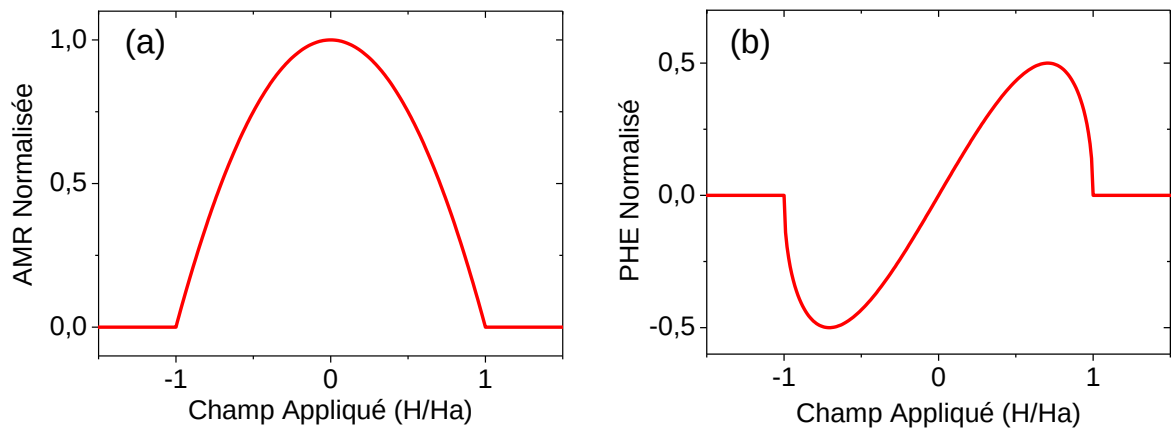


Fig. 3.44. Signaux normalisés de magnétorésistance anisotrope (a) et effet Hall planaire (b) pour un dispositif ayant une anisotropie uniaxiale dans le plan, lorsque le champ magnétique est appliqué perpendiculairement à l'axe d'anisotropie, le courant étant parallèle à ce dernier.

b) Le signal obtenu est décalé de 45° par rapport à la mesure longitudinale. Ainsi, la sensibilité est maximale lorsque *H=0*.

Or, pour une anisotropie uniaxiale, on a $\sin\theta = H/Ha$. De cette façon, les équations (3.33) et (3.34) deviennent :

$$\rho_{AMR} = -h^2(\rho_{//} - \rho_{\perp}) + \rho_{//} \qquad \text{mesure longitudinale} \qquad (3.35)$$

et

$$\rho_{PHE} = h(\rho_{//} - \rho_{\perp})\left(1 - h^2\right)^{1/2} \qquad \text{mesure transversale} \qquad (3.36).$$

où $h=H/Ha$ est le champ appliqué H normalisé avec le champ d'anisotropie Ha. L'évolution de chaque signal est présentée la Fig. 3.44.

Dans le cas du signal AMR, la détection d'un champ faible s'avère très difficile car $\partial\rho/\partial h \sim 0$ pour $||H|| \rightarrow 0$. De plus, le signal est une fonction paire de h, $\rho(h) = \rho(-h)$. Le sens du champ ne peut pas être donc déterminé. En revanche, le signal PHE est une fonction impaire. Ceci permet de remonter tant à l'intensité du champ que à son sens, avec une sensibilité maximale à H=0 comme il a été évoqué précédemment. On voit ainsi qu'une mesure de l'effet Hall planaire est plus avantageuse que celle de l'AMR.

Considérons maintenant l'évolution du signal PHE à bas champ. Lorsque h << 1 dans l'équation 3.36, on obtient que :

$$\rho_{PHE} = h(\rho_{//} - \rho_{\perp}) = \Delta\rho \frac{H}{Ha} \qquad (3.37).$$

Nous pouvons donc conclure que, pour une configuration de mesure sensible à l'effet Hall planaire, le signal obtenu à bas champ dépend linéairement de la composante perpendiculaire à l'axe d'anisotropie, lorsque le courant est parallèle à cet axe. Nous allons aborder par la suite la réalisation de capteurs à effet Hall planaire [18] et nous allons voir comment intégrer le contrôle d'anisotropie via un substrat à topologie modulée.

D.1. Le principe.

Comme nous l'avons montré précédemment dans le paragraphe C.3.2, il est possible d'introduire une anisotropie uniaxiale dans une couche mince de FeNi (10 nm), ainsi que de contrôler sa direction et son intensité, en modulant localement la surface du substrat préalablement au dépôt du film. La modulation, faite à l'échelle submicronique, a été accomplie grâce à la technique de lithographie électronique. Ce contrôle de l'anisotropie uniaxiale, par nanostructuration du matériau, ouvre la possibilité de développer un capteur de champ magnétique dont la détection repose sur la mesure de l'effet Hall planaire. Le principe du capteur est illustré sur la Fig. 3.45.

Le capteur 2D est formé de deux dispositifs similaires, étant eux-mêmes des capteurs 1D, dont les axes d'anisotropie sont orientés perpendiculairement l'un à l'autre. Chaque capteur 1D est constitué d'une couche mince de NiFe à topologie modulée, possédant une anisotropie uniaxiale induite par la modulation (Fig. 3.45a). Deux contacts, placés de part et d'autre du barreau constituant le capteur, permettent de mesurer la tension PHE perpendiculaire au courant et donc de déterminer l'intensité, ainsi que le sens, de la composante du champ perpendiculaire à l'axe d'anisotropie (Fig. 3.45b). De cette façon, le champ magnétique présent dans le plan peut être *reconstitué* à partir de ses composantes $[H_\alpha,H_\beta]$ déterminées par les capteurs ayant des axes d'anisotropie dans les directions Aα et Aβ respectivement (Fig. 3.45c).

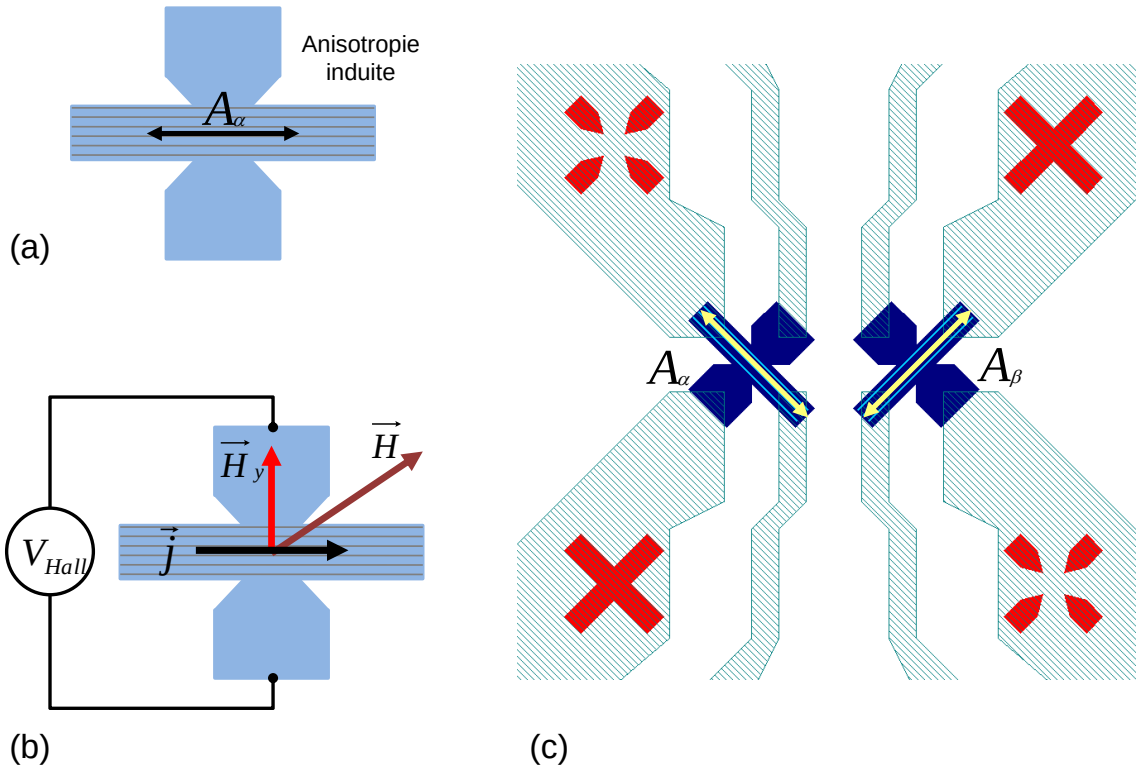


Fig. 3.45. Schémas illustrant le principe du capteur bidimensionnel à Effet Hall Planaire utilisant un substrat à topologie modulée. (a) Capteur 1D à Effet Hall Planaire dont l'axe d'anisotropie est parallèle à la modulation de la topographie. (b) Géométrie de mesure de ce capteur. (c) Ensemble de deux capteurs 1D dont les axes d'anisotropie A_α et A_β sont orthogonaux entre eux. Le champ magnétique présent dans le plan est reconstitué à partir de ses composantes $[H_\alpha,H_\beta]$ déterminées par les capteurs 1D.

D.2. Réalisation.

La réalisation du capteur 2D à Effet Hall Planaire implique trois étapes principales: la modulation locale de la surface du substrat, la définition des zones actives du capteur et la prise de contacts de mesure.

Modulation locale de la surface. Deux réseaux A et B de lignes sont définis par lithographie électronique dans une bicouche de résine, chaque réseau étant inscrit dans une zone 25 mμ x 25 μm. L'orientation des lignes en A est perpendiculaire à celle de B (Fig. 3.46a). Le dépôt et *lift-off* d'une couche d'Al de 80nm d'épaisseur permettent l'obtention d'un masque pour transférer les réseaux dans le substrat de Si à l'aide d'une étape de gravure ionique. De cette façon, deux zones modulées sont obtenues sur la surface du substrat (Fig. 3.46b).

Définition des zones actives du capteur. Les parties actives du capteur sont obtenues par *lift-off* d'une couche de Ta(5nm)/Permalloy(10 nm)/Pt(3nm) déposée dans des zones préalablement définies par lithographie électronique (Fig. 3.46c).

Prise de contacts de mesure. Quatre électrodes sont requises pour chacun des deux éléments du capteur. Le masque de lithographie UV décrit au chapitre 2 semble alors convenir à ce propos. Ainsi, les contacts de mesure ont été réalisés par lithographie UV sur une résine photosensible et lift-off d'une couche de Ti/Au (Fig. 3.46d).

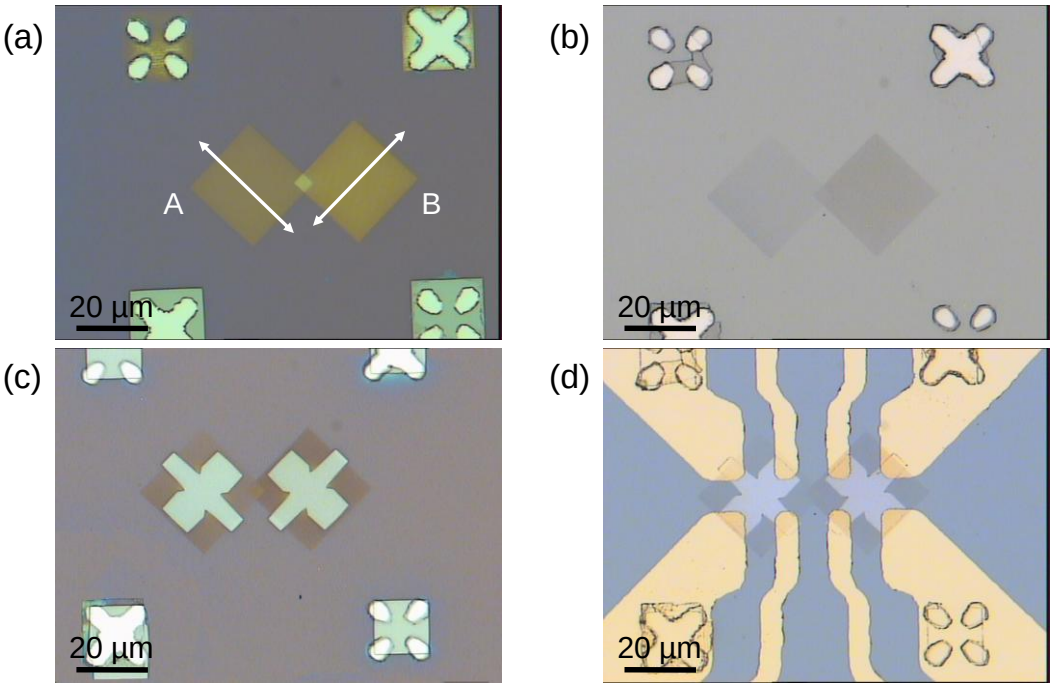


Fig. 3.46. Images par microscopie optique correspondantes à différentes étapes de la réalisation du capteur bidimensionnel à Effet Hall Planaire. a) Réseaux de lignes définis par lithographie électronique dans une bicouche de résine. Les flèches indiquent la direction des lignes pour chaque réseau A et B. b) Surface du substrat modulé localement par gravure des réseaux de lignes définis en Al. c) Zones actives du capteur, réalisées par lithographie électronique et lift-off d'une couche de permalloy. d) Electrodes de mesure faites par lithographie UV et lift-ff d'une couche de Ti/Au.

D.3. Résultats.

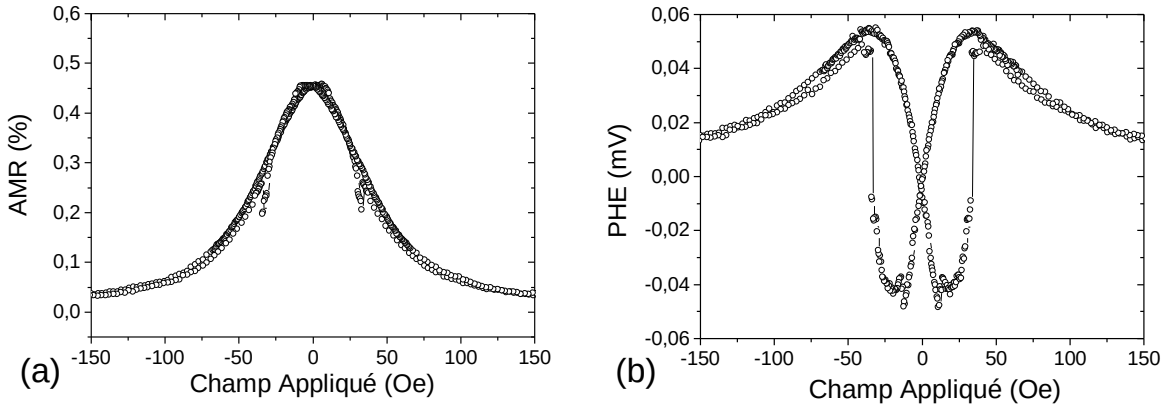


Fig. 3.47. Mesures de transport effectuées simultanément sur un même dispositif grâce à la géométrie utilisée. a) Résistance longitudinale (AMR). b) Résistance transverse (Effet Hall planaire)

La géométrie utilisée permet de mesurer à la fois la résistance longitudinale (AMR) et la résistance transverse (Effet Hall planaire). La Fig. 3.47 représente des mesures typiques obtenues simultanément sur le même dispositif dans la direction difficile. D'un côté, la caractéristique d'AMR présentée dans la Fig. 3.47a est semblable à celle mesurées précédemment. D'un autre côté, a bas champs, la caractéristique d'effet Hall plan est bien linéaire et impaire comme attendue et donc propice à l'utilisation en capteur de champ (Fig. 3.47b). En revanche à haut champs, on n'observe pas la réponse impaire attendue (présentée dans la Fig. 3.44b).

La différence avec le comportement théorique s'explique parfaitement en considérant que le champ n'est pas appliqué parfaitement le long de la direction difficile. En effet, dans ce cas, les deux directions faciles ne sont pas équivalentes et à fort champ, quel que soit le comportement antérieur, une seule solution est possible et donc un seul niveau d'effet Hall plan. La Fig. 3.48 représente les caractéristiques théoriques attendues pour un désalignement de 5° entre le champ appliqué et la direction difficile (pour l'AMR, ce résultat a déjà été donné dans la Fig. 3.33).

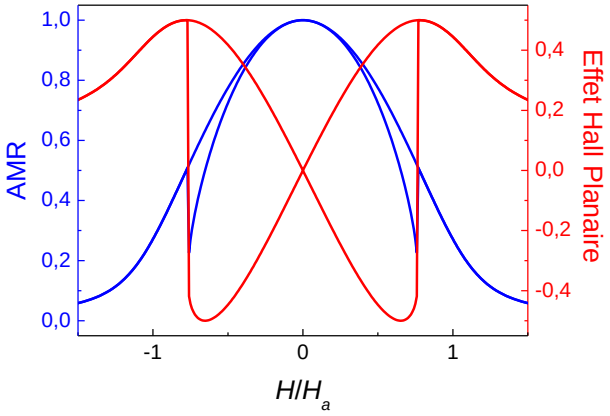


Fig. 3.48. Courbes montrant le comportement théorique attendu lorsqu'un désalignement de 5° entre le champ appliqué et la direction difficile est présent pour une mesure d'AMR (ligne bleue) et une mesure de l'Effet Hall Planaire (ligne rouge).

D'après la Fig. 3.48 on observe que l'on retrouve bien une forme tout à fait analogue au résultat expérimental. Notons que la transition abrupte observée correspond à un changement de direction d'anisotropie. L'effet Hall révèle de façon bien plus marquée une transition irréversible bien moins "visible" dans la réponse d'AMR. Le désalignement entre le champ et la direction difficile explique également une importante différence entre les valeurs du signal à champ nul et à saturation. Dans la direction difficile, ces deux points devraient correspondre au même signal (aimantation à 0° et 90°). Si un angle est présent, le signal à saturation est directement lié à cet angle. Ainsi pour l'exemple donné dans la Fig. 3.47, le désalignement peut être estimé à 4° ce qui est de l'ordre de notre précision expérimentale. Notons que cette considération faite, les courbes d'effet Hall plan doivent être "décalées" par rapport à la valeur à champ nul plutôt qu'à saturation[b].

Les mêmes tendances, évoquées précédemment, avec la période et l'amplitude de la modulation concernant l'évolution de l'anisotropie sont observées en effet Hall plan. La Fig. 3.49 représente la réponse des deux géométries perpendiculaires pour un même dispositif dans leur direction difficile respective. Le motif en question a une période de 400 nm et une modulation de l'ordre de 60 nm. Une fois les réponses ajustées à champ nul, les caractéristiques sont relativement similaires démontrant encore une fois le fait que l'orientation des motifs permet bien de contrôler la direction de l'anisotropie.

Les sensibilités à bas champ sont identiques pour les deux dispositifs dans la limite de notre précision expérimentale. On note cependant de manière évidente que les deux réponses ne sont strictement identiques. Mais les différences observées pourraient très bien s'expliquer par la différence de désalignement en champ entre les deux mesures (l'échantillon a été tourné entre les deux mesures). Des mesures plus précises en champ tournant sont donc nécessaires pour préciser ce point. Il faut cependant admettre que le résultat ci-dessus est un des meilleurs obtenus. En règle générale, les différences entre les deux directions sont plus importantes (tout en gardant toutefois le bon contrôle de la direction difficile) et des différences supérieures à la précision expérimentale sur l'alignement sont observées.

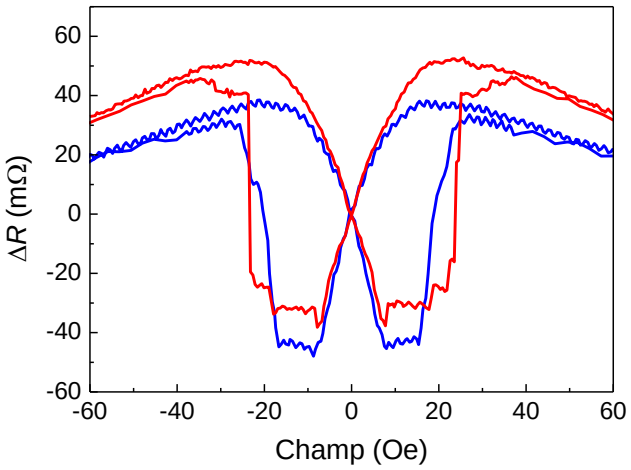


Fig. 3.49. Mesures par Effet Hall Planaire montrant la réponse des deux géométries perpendiculaires pour un même dispositif dans leur direction difficile respective.

[b] Ce décalage est rendu nécessaire par la présence d'un "offset" dans la résistance transverse dont le comportement n'est pas symétrique autour de zéro. Cet offset peut être du à des imperfections dans le motif de Hall faisant qu'une partie de la résistance longitudinale participe à la résistance transverse. Il peut également être dû à des fuites de courant dans le substrat de silicium. Pour le premier échantillon étudié, cet offset est de l'ordre du signal mesuré. Une meilleure isolation du dispositif (couche isolante et/ou substrat moins conducteur) devrait permettre d'améliorer ce point.

Ces différences entre les deux géométries ne sont pas systématiques. On peut donc exclure l'effet de l'anisotropie intrinsèque, les effets de désalignement de champs de mesure ou encore l'angle d'incidence du flux d'aluminium lors du dépôt du masque. Les mesures de microscopie à force atomique révèlent des différences significatives d'amplitude de modulation entre les deux géométries (Fig. 3.50). Ces différentes d'amplitudes sont toujours cohérentes avec le comportement magnétique observé comme il est possible de constater pour les deux dispositifs (appelés *46* et *43*) et présentés dans la Fig. 3.50.

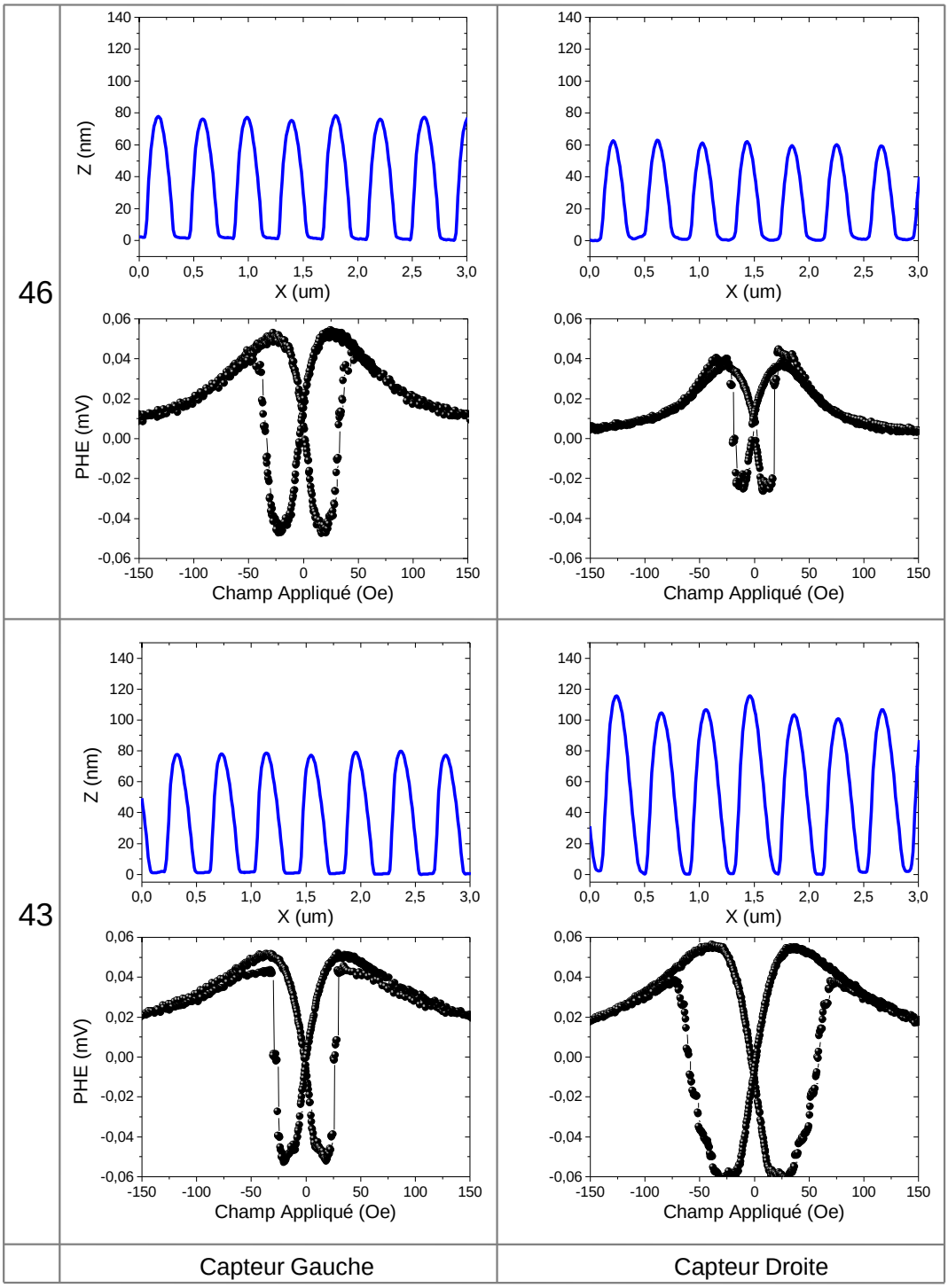


Fig. 3.50. Courbes montrant l'amplitude de modulation (en bleu) et le signal PHE associé (en noir) pour les deux capteurs 1D (gauche et droite) présents dans chacun des deux dispositifs 46 et 43.

De telles variations de structure, non systématiques de cellule à cellule, au sein d'un même dispositif ne peuvent être expliquées que par un astigmatisme du faisceau. Puisque la mise au point est modifiée de dispositif en dispositif, l'astigmatisme peut être plus ou moins correctement effectué. De nouvelles réalisations, avec une attention plus particulièrement portée sur ce point, seront nécessaires pour évaluer les limites de notre système dans ce domaine.

Pour le seul échantillon de capteur à effet Hall plan 2D réalisé durant cette thèse, la différence de sensibilité est liée au bon réglage de l'astigmatisme du faisceau. Lorsque celui-ci est optimal et que les structures réalisées dans les deux directions sont identiques, une sensibilité identique est observée pour les deux directions de détection. La sensibilité obtenue, de l'ordre de 50 V/T.A, est du même ordre de grandeur que les autres réalisations de capteur à effet Hall plan. Nous avons dû montrer la pertinence de notre concept pour la réalisation de capteurs bidimensionnels.

E. Conclusions du chapitre.

La fabrication de films magnétiques (FeNi) à topologie modulée a été accomplie grâce à la mise en place de la technique de lithographie électronique ainsi qu'à l'optimisation du procédé de transfert. Le contrôle de la direction, amplitude et période de cette modulation a été étudié à l'aide du microscope à force atomique.

La caractérisation magnétique, par mesures de magnétorésistance anisotrope, des couches non modulées, utilisées comme référence, a été effectuée. Ces dernières ont mise en évidence la présence d'une anisotropie dite intrinsèque introduite involontairement lors du dépôt de la couche magnétique. Une étude de la présence de cette dernière en fonction de l'épaisseur de la couche a permis de déterminer la gamme d'épaisseur adéquate pour l'élaboration des échantillons pour l'étude de l'influence de la topologie sur les propriétés magnétiques.

La présence d'une anisotropie uniaxiale orientée parallèlement à la modulation a été mise en évidence par de mesures d'AMR effectuées sur plusieurs dispositifs à topologie modulée. Dans le cas de dispositifs dits à géométrie transverse l'anisotropie induite par la modulation a prédominée sur l'anisotropie intrinsèque entraînant la réorientation de l'axe d'anisotropie.

Les valeurs des champs d'anisotropie pour les dispositifs dits à géométrie longitudinale ont été déterminées grâce aux simulations des courbes d'AMR réalisées à partir des solutions numériques du modèle de Stoner-Wohlfarth. Une évolution du champ d'anisotropie en fonction de paramètres de la modulation a été mise en évidence. Notamment, cela a été montré qu'il existe une dépendance linéale entre le champ d'anisotropie et l'amplitude de la modulation pour une période fixe.

Le contrôle local de l'anisotropie, obtenue par nano structuration, a ouvert la possibilité de développer un capteur de champ sensible aux composantes perpendiculaires du champ dans un plan (i.e. un capteur 2D). Ainsi, une géométrie de capteur dont la détermination du champ repose sur la mesure de l'Effet Hall Planaire a été proposée. La fabrication et caractérisation de ce capteur ont été effectuées, une sensibilité de l'ordre de 50 V/T.A ayant été obtenue.

F. Références.

[1] W. Oepts, R. Coehoorn, J.C.S. Kools, W.J.M. de Jonge. Enhanced anisotropy of permalloy layers deposited on V-grooved substrates and tilted surfaces. J. Magn. Magn. Mat. 218, 114 (2000).

[2] Magali Sussiau. Thèse de Doctorat. Université Paris VII - Denis Diderot. 1997.

[3] Armando Encinas Oropesa. Nanostructures magnétiques à topologie modulée : Des propriétés physiques à la réalisation des capteurs. Thèse de Doctorat. Université Paris-Sud XI. 1999.

[4] François Montaigne. Thèse de Doctorat. Université Paris VII – Denis Diderot. 1999.

[5] F. Montaigne, P. Gogol, J. Briatico, J. L. Maurice, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, A. Fert, A. Schuhl. Magnetoresistive tunnel junctions deposited on laterally modulated substrates. Appl. Phys. Lett. 76, 3286 (2000).

[6] R. P. Cowburn, D. K. Koltsov, A. O. Adeyeye and M. E. Welland, Europhys. Lett., 48 (2), pp. 221-227 (1999).

[7] H. Jaffres, L. Ressier, F. Michelini, D. Chandesris et al. J. Magn. Magn. Mat. 203, 132-134 (1999).

[8] Mihir Parikh: Proximity Effects in Electron Lithography. IBM J. Res. Develop. 24,438 (1980).

[9] Mihir Parikh, David F. Kyser. Energy deposition functions in electron resist films on substrates. J. Appl. Phys. 50, 1104 (1979).

[10] E. C. Stoner, E. P. Wohlfarth. Phil. Trans. Lond. Soc. A240, 599 (1948).

[11] H. W. Fuller, M. E. Hale, J. Appl. Phys, 31, 238, (1960).

[12] K. D. Laver, Thin Solid Films, 2, (1968), 149-172, Elsevier, Laussane-Printed in the Neterlands.

[13] R.J. Spain, I. B. Puchalska, J. Appl. Phys. 35, 824, (1968).

[14] H. Herzer, IEEE. Trans. on Magn. 25, 3327, (1989).

[15] K. J. Harte, J. Appl. Phys. 39, 1503, (1997).

[16] D. V. Berkov, N. L. Gorn, Phys. Rev. B 57, 14332, (1998).

[17] A. Schuhl, F. Nguyen Van Dau, J. R. Childress. Appl. Phys. Lett. 66, 2751 (1995).

[18] François Montaigne, Alain Schuhl, Fréderic Nguyen Van Dau, Armando Encinas. Development of magnetoresistive sensors based on planar Hall effect for applications to microcompass. Sensors and Actuators 81, 324 (2000).

Chapitre 4

Contrôle d’une paroi de domaines

A. Introduction.

Une paroi entre domaines magnétiques dans une piste sub-micrométrique est par nature un nano-objet de dimensions déterminées par une longueur d'échange, la largeur de la piste et l'épaisseur du film ferromagnétique. Entre un matériau massif et un matériau en couche mince, la nature des parois de domaines évolue considérablement. En effet, dans une couche mince, le champ démagnétisant rend les parois de type Néel beaucoup plus avantageuses que les parois de Bloch. De même, dans une piste sub-micronique présentant une anisotropie uniaxiale planaire importante, d'autres types de parois sont observés. Les parois de domaines sont des nano-objets manipulables en tant que tels grâce à un champ magnétique ou à un courant parcourant la piste. De différentes géométries ont été utilisées pour piéger une paroi de domaines à un endroit précis [1-11]. Sa position peut être déterminée par des techniques d'imagerie magnétique (MFM, X-PEEM…)[5,10-13] ou grâce aux propriétés de magnéto-transport (AMR, GMR…). Les propriétés de ces nano-objets soulèvent encore bien des questions tant en ce qui concerne leur propagation (vitesse de propagation, changement de nature de la paroi, influence des défauts…) que leur interaction avec un courant polarisé en spin (magnétorésistance de paroi, couple dû au transfert de spin). Ces études sont en partie motivées par des applications potentielles dans le domaine du stockage magnétique [14] de l'information ou de la logique magnétique [15].

Dans des dispositifs multicouches du type vanne de spin, la détection repose sur la mesure de la GMR [2,3,6,8,9,13]. Dans ce cas, une couche dure est nécessaire comme référence. Toutefois, jusqu'à présent, cette influence n'a pas été étudiée quantitativement.

Dans le cadre de cette thèse, nous nous sommes principalement intéressés au dépiégeage d'une paroi d'une constriction (apriori) symétrique. Cette constriction est présente au milieu d'une piste submicronique réalisée sur une structure de multicouches magnétiques du type vanne de spin. Le moyen de détection de la paroi reposera sur mesure de la variation du signal GMR.

B. Réalisation des dispositifs.

Nous allons présenter, dans cette section, le dispositif conçu pour l'étude de la propagation d'une paroi de domaines. Dans un premier temps, le principe de fonctionnement du dispositif sera abordé. Ensuite, le système de multicouches magnétiques utilisé pour la détection de la paroi, ainsi que sa fabrication et ses propriétés, seront présentés.

B.1. Principe du dispositif.

Le dispositif est composé d'un fil de longueur égale à 25 µm et de largeur 300/500 nm. Lorsque un champ magnétique est appliqué parallèlement au fil, une zone attachée au fil dans l'une de ses extrémités, appelée *le pad* par la suite, permettra de nucléer un domaine magnétique à bas champ (Fig. 4.1a). Une augmentation du champ entraînera alors l'expansion de ce domaine, ainsi que son injection dans le fil. La présence d'une constriction au milieu du fil va alors stopper la propagation de ce domaine, permettant ainsi contrôler la position de la paroi de domaines qui sépare la partie retournée du fil de celle non retournée.

La géométrie décrite est réalisée dans une structure de multicouches magnétiques, du type vanne de spin, formée par deux couches ferromagnétiques séparées d'un matériau métallique non magnétique (Fig. 4.1b). Nous nous intéressons à l'étude de la propagation de la paroi de domaines dans la couche libre de ce système. Ainsi, pour la gamme de champ magnétique utilisée, uniquement l'aimantation dans la couche libre pourra changer de direction. De plus, dû à la forte anisotropie de forme, l'aimantation des domaines présents dans la couche libre sera orientée le long du fil, c'est-à-dire, soit parallèlement, soit antiparallèlement à l'aimantation de la couche de référence. La détection de la paroi le long de fil repose sur la mesure de la magnétorésistance géante (GMR) présente dans ce type de système. L'effet GMR entraîne une résistance minimale lorsque les aimantations des couches sont parallèles P, ainsi qu'une résistance maximale pour une configuration antiparallèle AP.

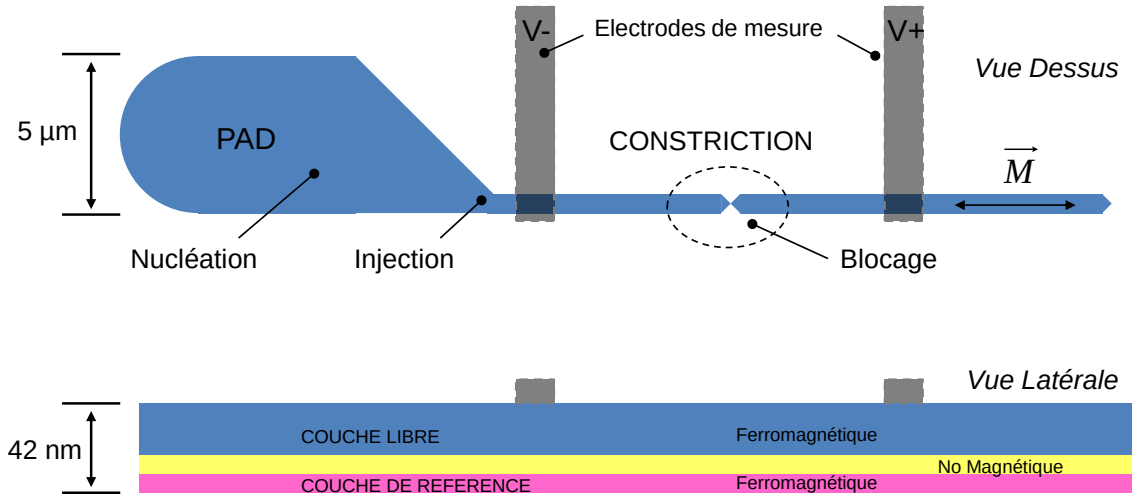


Fig. 4.1. Schéma représentant le dispositif utilisé pour l'étude de la propagation d'une paroi de domaines magnétiques. Vue dessus: les parois de domaines sont injectées dans le fil à partir du pad de nucléation, puis bloqués par la constriction. Vue latérale : la détection de la paroi le long de fil repose sur la mesure de la magnétorésistance géante (GMR) présente dans cette structure de vanne de spin.

La détection de la paroi se déroule ainsi de la façon suivante : un champ magnétique est appliqué au système de telle sorte qu'une configuration bien définie (parallèle ou antiparallèle) des aimantations soit obtenue. Cette configuration sera mise en évidence par la valeur de la résistance : une résistance minimale pour R_P et une maximale pour R_{AP}. A mesure que le champ appliqué change de sens, et étant donné une direction de l'aimantation dans la couche fixe qui ne change pas, toute variation de la résistance sera proportionnelle à la fraction de couche libre dont l'aimantation aura retournée. Puisque la fraction de couche retournée est séparée de la fraction non retournée par une paroi de domaines, la variation de la résistance permet de connaître la position de la paroi par rapport aux électrodes de mesure. Il faut souligner à ce point que ce principe de détection de la paroi repose sur l'hypothèse qu'une seule paroi de domaines est présente dans le fil.

B2. Structures vannes de spin.

B.2.1. Composition.

Les structures utilisées pour cette étude sont des vannes de spin fabriquées à Hitachi San Jose Research Center[a], ayant la composition suivante:

$$\text{Ta (3) / Cu (2) / } \overbrace{\underbrace{\text{IrMn (6)}}_{\text{Couche AF}}}^{\text{Couche ancrée}} \text{ / } \underbrace{\text{Co}_{65}\text{Fe}_{35}\text{ (2.5)}}_{\text{Couche de référence}} \text{ / Cu (3) / } \underbrace{\text{Co}_{65}\text{Fe}_{35}\text{ (4) / Ni}_{86}\text{Fe}_{14}\text{ (15)}}_{\text{Couche libre}} \text{ /Ru (6)}$$

où l'épaisseur est donnée en nanomètres. La couche ferromagnétique libre est constituée de la bicouche CoFe/NiFe, tandis que la couche de référence est composée d'une couche ferromagnétique dure de CoFe et d'une couche antiferromagnétique de IrMn. Les couches ont été déposées sur des substrats de verre par pulvérisation cathodique assistée par magnétron. Un recuit sous champ a été ensuite réalisé sur le système pour induire le couplage d'échange entre la couche antiferromagnétique et la couche dure.

Bien que lors des premiers expériences des vannes de spin fabriqués au Laboratoire de Physique de Matériaux aient été utilisées pour cette étude, les bonnes propriétés *d'exchange bias*, présentées dans le paragraphe suivant, de celles réalisées à Hitachi ont permis une rapide validation du dispositif proposé pour conduire des expériences sur la propagation des parois de domaines dans une piste submicronique. Ainsi, afin d'utiliser le même système tout au long de cette étude, tous les résultats présentés par la suite ont été obtenus en utilisant les multicouches fabriqués à Hitachi.

[a] M. J. Carey et J. R. Childress. Hitachi San Jose Research Center, 3403 Yerba Buena Rd, San Jose, California 95135, USA.

B.2.2. Propriétés magnétiques et de transport.

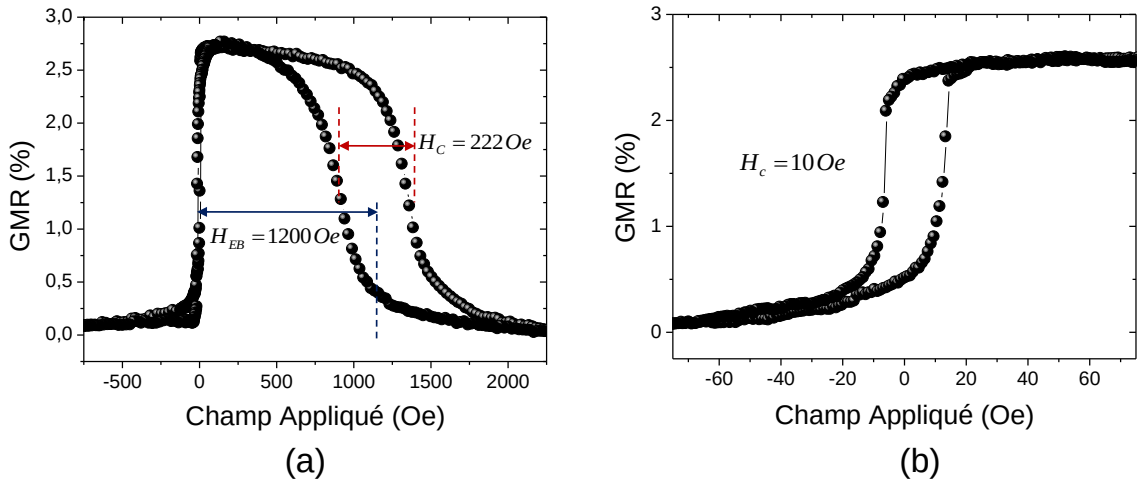


Fig. 4.2. a) Cycle de magnétorésistance correspondant à la structure de vanne de spin de composition : Ta(3)/Cu(2)/IrMn(6)/$Co_{65}Fe_{35}$(2.5)/Cu(3)/$Co_{65}Fe_{35}$(4)/$Ni_{86}Fe_{14}$(15)/Ru(6), où l'épaisseur est donné en nanomètres. b) Cycle d'hystérésis de la couche libre. Mesure réalisée sur une pleine plaque 2 cm x 2 cm.

Dans la couche de référence, l'aimantation de la couche (dure) de $Co_{65}Fe_{35}$ est bloquée par interaction d'échange avec la couche antiferromagnétique adjacente (IrMn), étant le champ d'échange associé égale à 1200 Oe. Le champ coercitif de la couche bloquée est égal à 222 Oe, tandis que celui de la couche libre est égal à 10 Oe. La Fig. 4.2 montre un cycle de magnétorésistance obtenue sur une pleine plaque de 2cm x 2cm ayant la structure de vanne de spin présentée dans le paragraphe précédent. La valeur de la GMR présente est égale à 2.8 %.

B.3. Fabrication des dispositifs.

B.3.1. Présentation et choix du procédé.

La fabrication des dispositifs repose sur l'utilisation de la lithographie électronique. Elle consiste à reproduire sur la vanne de spin la géométrie présentée dans le paragraphe C1. Comme cela a été abordé dans le chapitre 2, après l'étape de lithographie, deux possibilités peuvent être envisagées pour accomplir cette tache:

I. *Le lift-off*. Ceci implique la réalisation du motif par lithographie électronique sur la résine, suivie du dépôt de la vanne de spin et son *lift-off*.

II. *La gravure*. Ici, le dépôt de la vanne de spin est effectué au début. Un masque ayant la géométrie du motif est alors défini sur la vanne par lithographie électronique, après de ce que le motif est transféré dans la vanne de spin par gravure ionique.

Dans le premier cas, puisque le dépôt des couches est réalisé par pulvérisation cathodique, la présence de collerettes, typique de ce procédé, peut entraîner l'apparition de couplages magnétostatiques indésirables tout au long les bords du fil. Ainsi, la gravure a été choisie pour effectuer le transfert du motif.

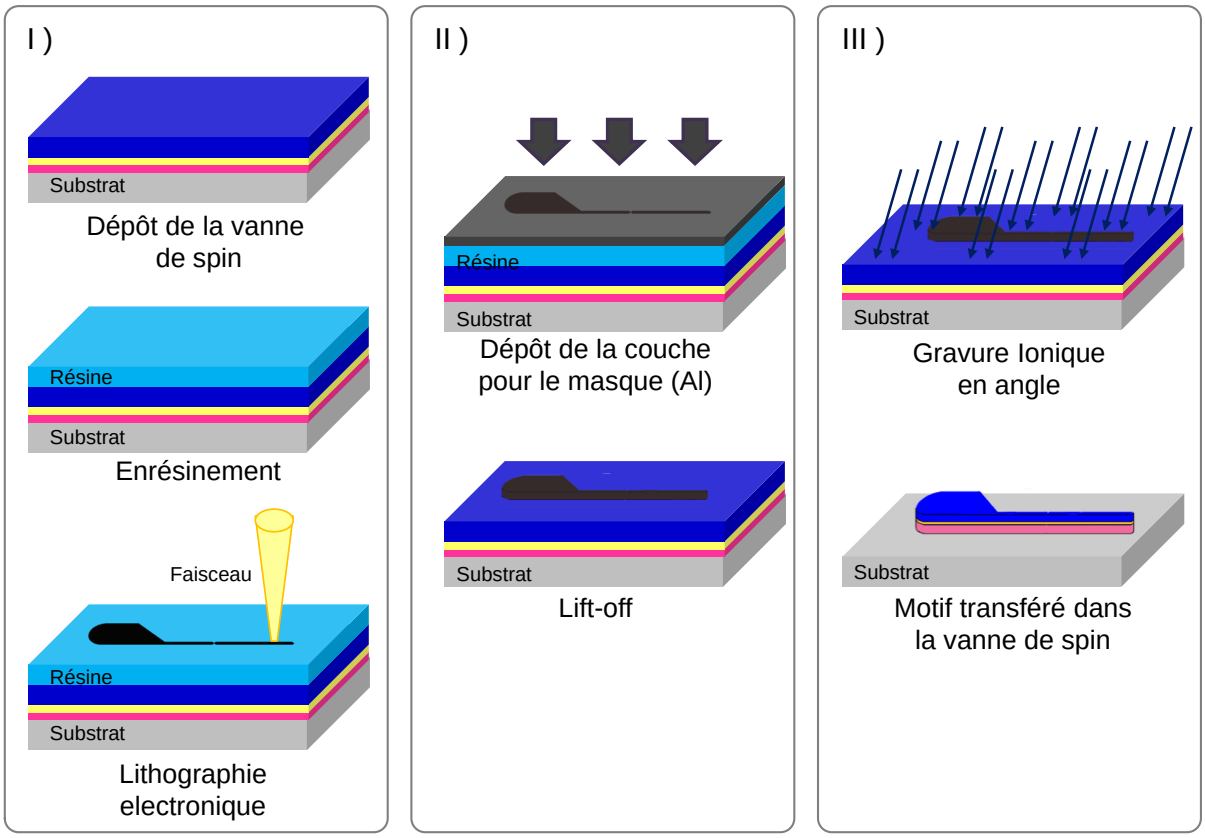


Fig. 4.3. Schéma représentant le procédé de fabrication des dispositifs pour l'étude de la propagation d'une paroi de domaines. I) Définition du motif par lithographie électronique dans une couche de résine déposée sur la vanne de spin. II) réalisation du masque d'Aluminium par lift-off. III) Transfer du motif dans la vanne de spin par gravure ionique.

La Fig. 4.3 illustre le procédé de fabrication de dispositifs pour l'étude de la propagation des parois de domaines. Ce procédé est composé de trois étapes principales : I) définition du motif sur la résine par lithographie électronique; II) transfert du motif sur une couche d'aluminium afin d'obtenir un masque ; III) transfert du motif dans la structure de vanne de spin par gravure ionique. Nous allons détailler par la suite chacune de ces étapes.

B.3.2. Réalisation de motifs sur la résine.

Cette étape consiste à définir les motifs dans une bicouche de résine déposée sur la vanne de spin. Les motifs ont été dessinés par de groupes contenant six dispositifs (Fig. 4.4a). Parmi eux, trois dispositifs contiennent des fils de largeur nominale égal à 500 nm et trois de 300 nm. Pour chacun des groupes de trois éléments, la largeur de la constriction prend les valeurs 50, 100 et 150 nm. Etant donné la haute résolution requise pour la réalisation de ces motifs, la stratégie d'exposition individuelle (voir Chapitre 2) est utilisée lors de la lithographie électronique. Pour cette raison, des croix d'alignement sont d'abord effectuées sur la vanne de spin, préalablement à la réalisation des motifs.

L'étape de réalisation de motifs est accomplie selon le procédé suivant :

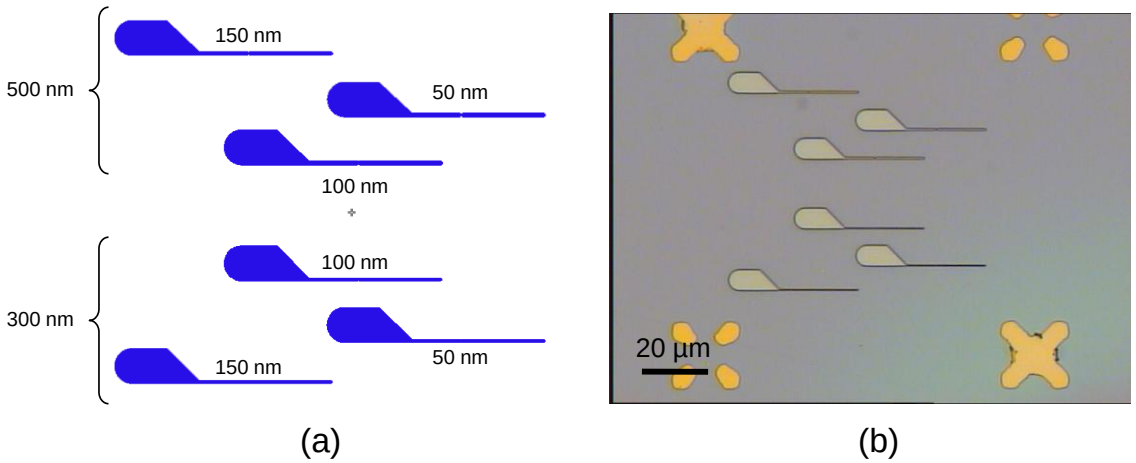


Fig. 4.4. a) Schéma du dessin utilisé pour la définition des dispositifs par lithographie électronique. b) Image de l'échantillon par microscopie optique, après lithographie et développement

Une bicouche de résine (PMMA/MMA) est déposée sur la vanne de spin. Le dépôt de chaque couche est effectué à l'aide de la tournette en utilisant une vitesse de rotation de 2000 tpm pendant 30 s. Pour chacune des couches, un recuit a été effectué pendant 60 min dans un four à 160 °C.

La lithographie électronique a été effectuée en utilisant les paramètres suivants : une tension d'accélération égale a 30 kV, un courant de l'ordre de 50 pA, une *area dose* égale à 200 µC/cm^2 et un *step size* égale à 6.1 nm. La stratégie d'exposition individuelle a été utilisée lors de la lithographie. Etant donnée la taille de l'échantillon (2 cm x 2 cm), il est possible de réaliser 3 x 3 cellules contenant le motif présenté dans la Fig. 4.4. Dans nos expériences, 3 doses différentes ont été utilisées systématiquement lors de la réalisation des motifs : 160, 180 et 200 µC/cm^2. En ce qui concerne le développement, celui-ci a été effectué dans une solution MIBK/IPA (1:3) pendant 60 s, suivi d'un rinçage à l'isopropanol. La Fig. 4.4b montre une image de l'échantillon après développement.

B.3.3. Réalisation du masque.

Dans cette étape, le motif réalisé sur la bicouche de résine est transféré vers un matériau afin d'obtenir un masque. Encore une fois, c'est l'aluminium le matériau choisi pour le masque. Le transfert a été réalisé par dépôt et *lift-off* d'une couche d'aluminium de épaisseur égale à 80 nm.

L'influence du dépôt.

Afin d'éviter la présence de collerettes, le dépôt a été effectué par évaporation thermique. De plus, lorsque des vitesses élevées sont utilisées, on a constaté la présence de grains dont la taille (~50 nm) est comparable à la largeur des constrictions (Fig. 4.5a).

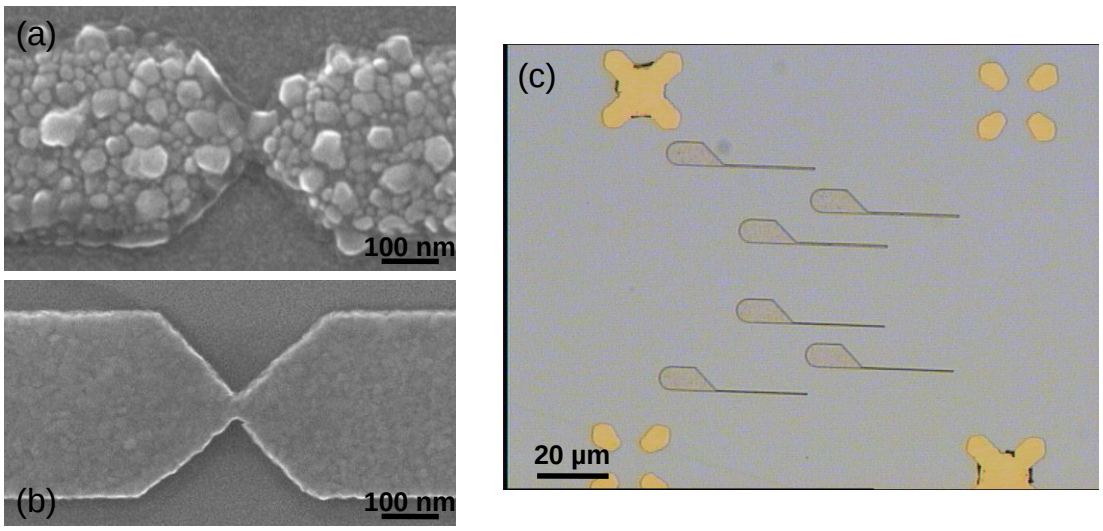


Fig. 4.5. Images par microscopie électronique montrant l'allure du masque d'aluminium, au niveau de la constriction, contenu lorsque la vitesse de dépôt est égale à 0.8 Å/s (a) et 0.1 Å/s (b). c) Image par microscopie optique montrant les dispositifs après lift-off d'une couche d'aluminium.

La présence des ces grains, notamment sur les bords, peut entraîner l'apparition d'effets de couplage. Ainsi, des faibles vitesses de dépôt (~0,1 Å/s) ont été utilisées pour réduire la formation de grains (Fig. 4.5b).

Le lift-off.

Le lift-off de la couche d'aluminium est obtenu par immersion de l'échantillon dans l'acétone (3 heures) et application d'un bain d'ultra-son (3 minutes). La Fig. 4.5c montre une image optique de l'échantillon après le *lift-off*.

B.3.4. Transfert du motif dans la structure multicouche.

Une fois le masque réalisé, l'étape suivante consiste à transférer le motif dans la vanne de spin à l'aide de la gravure ionique. Cette étape implique d'une part, la gravure elle-même et, d'autre part, le retrait du masque restant après la gravure.

Optimisation de la gravure.

Comme cela a été évoqué dans le chapitre 2, lors de la gravure, il arrive que des atomes éjectés de la surface se redéposent le long des structures gravées. Ces redépôts sont nuisibles car elles peuvent entraîner des couplages entre les différentes couches composant la vanne de spin. Cet effet peut être réduit, voire complètement éliminée, en augmentant l'angle d'attaque du faisceau d'ions [16]. De cette façon, il est nécessaire de trouver l'angle de gravure permettant de minimiser les effets indésirables cités, pour le matériau et l'épaisseur du masque choisis (i.e. 80 nm d'Al).

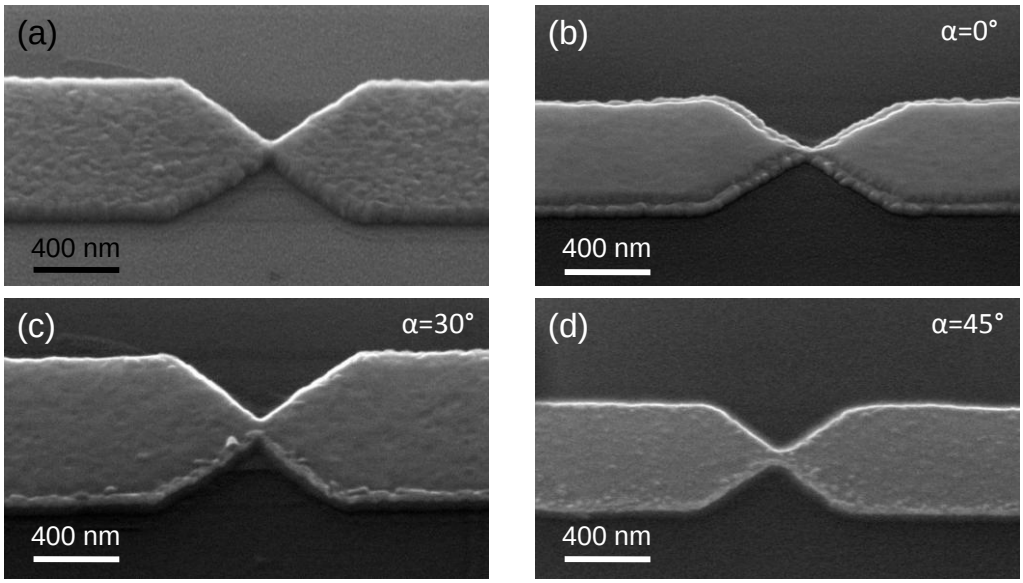


Fig. 4.6. Images MEB montrant l'influence de l'angle de gravure sur le profil du motif transféré. a) Masque d'alu avant gravure. b) Motif après gravure à 0°. On y peut constater des effets de redéposition au niveau des bords. c) Une gravure à 30° réduit les effets cités. d) Avec une gravure à 45° la redéposition et la surgravure sont minimisés.

La Fig. 4.6 présente le profil du motif après gravure pour des différents angles d'incidence du faisceau d'ions. On y trouve que, en utilisant un angle d'incidence égale à 45°, les effets de redépôt sont minimisés.

Retrait du masque.

L'épaisseur du masque d'aluminium a été choisie de telle sorte qu'elle permette de graver la totalité des couches, dont l'épaisseur est de l'ordre des 50 nm, et en même temps de protéger les motifs avant l'arrêt de la gravure. En effet, la façon dont ce dernier a lieu pose le risque de graver plus de ce qu'il a été prévu. Ceci implique qu'après la gravure, il restera toujours une couche d'aluminium à enlever. En réalité, c'est dû au fait qu'il restera une partie du masque à enlever que l'aluminium a été choisi car son retrait est effectué aisément à l'aide d'une solution basique. Dans nos expériences, une solution d'hydroxyde de tétra-méthyle-ammonium (MF319) ayant une vitesse de gravure de 30 nm/min est utilisée.

B.4. Prise de contacts.

Une fois la fabrication achevée, des électrodes de mesure sont définies sur les dispositifs par lithographie optique et *lift-off* d'une couche de Ti/Au. Le masque utilisé permet de placer 2 électrodes de mesure pour chacun des six dispositifs (Fig. 4.7). La lithographie optique a été effectuée en utilisant le procédé pour obtenir un profil de casquette. Le dépôt du matériau conducteur a été ensuite réalisé par évaporation thermique.

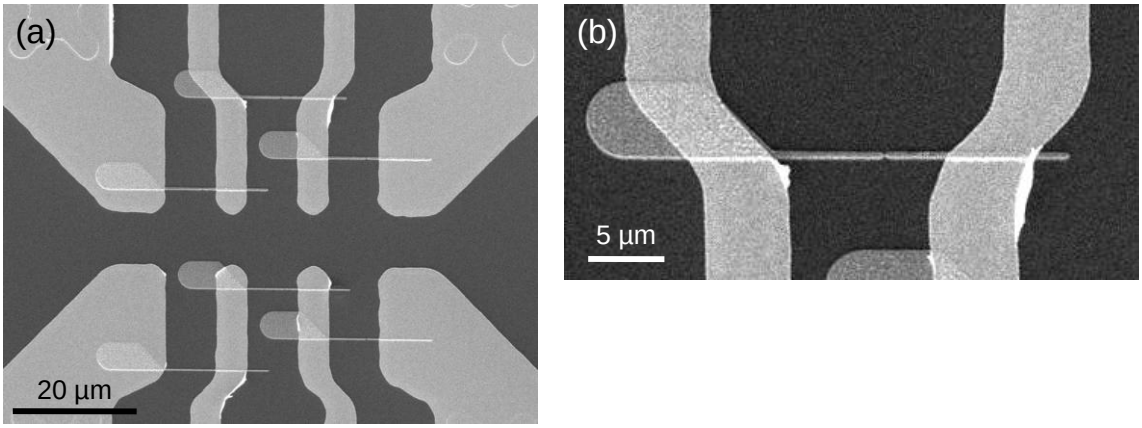


Fig. 4.7. Electrodes de mesure réalisées par lithographie optique. a) Image par microscopie électronique montrant les six dispositifs présents dans chacune des cellules. b) Zoom sur l'un des dispositifs.

B.5. Résume du procédé de réalisation.

La fabrication des dispositifs pour l'étude de la propagation d'une paroi de domaines est accomplie grâce à plusieurs étapes de nanostructuration. Chacune de ces étapes a impliqué la mise en place, ainsi que l'optimisation, de différents procédés technologiques. Le tableau I montre un résumé des procédés qui ont dû être mis au point. Nous pouvons compter un temps moyen de fabrication de 2 semaines.

Etape		Procédé technologique
Fabrication de la vanne de spin		Dépôt des couches par *sputtering*
Définition de croix d'alignement		Lithographie UV (casquette) de croix
		Dépôt Ti / Au + Lift-off
Structuration des motifs dans la vanne de spin	Fabrication du masque	Lithographie électronique
		Dépôt Al + Lift-off
	Transfert dans la vanne de spin	Gravure ionique en angle
		Retrait du masque
Définition des électrodes de mesure		Lithographie UV (casquette) de contacts
		Dépôt Ti / Au + Lift-off

Tableau I. Résumé des différentes étapes et procédés technologiques impliqués pour la réalisation des dispositifs qui permettront l'étude de la propagation d'une paroi de domaines dans une piste submicronique.

C. Modélisation de la paroi.

Avant d'aborder les résultats expérimentaux obtenus sur nos dispositifs, concernant la génération, le déplacement, ainsi que le piégeage et dépiégeage d'une paroi de domaines dans une piste submicronique, nous allons présenter quelques résultats déterminés à l'aide de simulations micro-magnétiques. Nous nous sommes principalement intéressés au dépiégeage d'une paroi de domaines d'une constriction (*a priori*) symétrique. Nous présenterons donc, dans cette section, les résultats correspondant à cette géométrie. Nous nous sommes concentrés sur les différentes configurations possibles à l'équilibre pour les parois de domaines et sur la stabilité de ces configurations sans aborder l'aspect dynamique. Ces simulations mettent en évidence l'existence de plusieurs types de configurations possibles dans une constriction ainsi qu'une variété des mécanismes de dépiégeage.

C.1. Présentation du système.

Toutes les simulations qui seront présentées par la suite concernent la géométrie montrée sur la Fig. 4.8. Ces simulations ont été effectuées sur le simulateur micro-magnétique OOMMF [17]. Afin de limiter le nombre de cellules du problème, la longueur de la piste a été limitée à 4 µm. On ne considère que les configurations de la couche libre, supposées uniformes dans l'épaisseur de la couche, le solveur 2D a donc été utilisé. Nous avons adopté les paramètres "standards" pour le FeNi (i.e. 860.10^3 A/m pour l'aimantation, 13.10^{-12} J/m pour la constante d'échange) et une anisotropie uniaxiale intrinsèque de 500 J/m^3 dans la direction de la piste (ce qui correspond à un champ d'anisotropie de l'ordre de 12 Oe). Puisque nous nous intéressons uniquement aux configurations d'équilibre, le coefficient d'amortissement a été pris égal à 0,5. La taille de cellule est de 2,5 ou 5 nm. Le nombre de cellules du problème est donc égal à 384 000 et les temps de calcul peuvent atteindre 7 jours pour une seule configuration à un champ donné.

Avant de présenter nos résultats, notons que nous n'envisageons les simulations micro-magnétiques que comme une indication qualitative. Il est hors de question de reproduire avec des simulations micromagnétiques les champs de dépiégeage mesurés dans nos dispositifs. D'une part, ces simulations ne tiennent pas compte de la température (alors que nous démontrerons par la suite l'influence de l'activation thermique sur le dépiégeage). D'autre part, les champs calculés dépendent énormément de la géométrie exacte de la constriction. Or, cette géométrie n'est généralement pas connue puisque les mesures électriques se terminent généralement par la "mort" du dispositif!

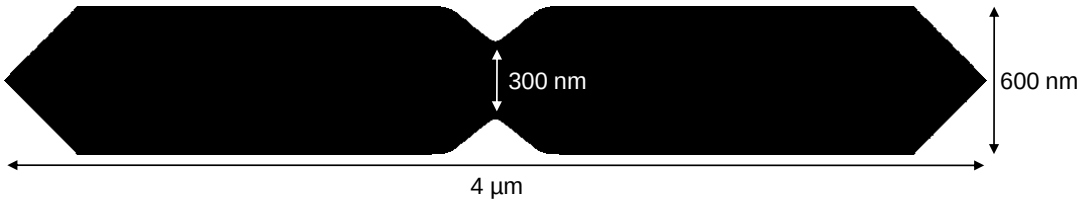


Fig. 4.8. Schéma montrant la géométrie de la piste utilisée pour la simulation des différentes configurations des parois de domaines piégées dans une constriction.

C.2. Résultats.

C.2.1. Types de paroi et configurations à l'équilibre.

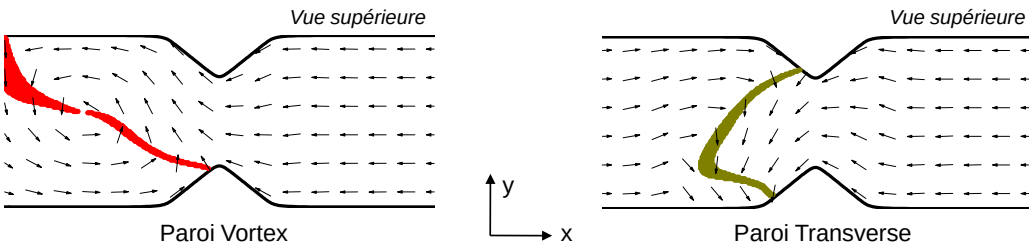


Fig. 4.9. Simulations micro magnétiques à champ nul montrant les deux types de paroi qui peuvent exister dans une piste submicronique à aimantation planaire. Les représentations montrées pour chaque paroi correspondent aux points où M_x=0.

A l'équilibre, deux types de paroi simple sont possibles dans une piste submicronique à aimantation planaire : les parois vortex et les parois transverses (Fig.4.9). La configuration "anti-vortex" qui est prédite dans le régime dynamique [18,19] n'a pas pu être stabilisée à l'équilibre. La Fig. 4.11 récapitule les configurations possibles, pour les deux types de paroi, pour une épaisseur de 19 nm pour des champs de 0 et 2 mT.

La Fig. 4.10a concerne les parois vortex. La représentation du lieu des points où l'aimantation est perpendiculaire à l'axe du fil (i.e. $M_x = 0$) laisse apparaître le cœur du vortex. On constate qu'il existe plusieurs positions de piégeage possibles pour la paroi. Il est possible de caractériser ces différentes configurations par la position où l'aimantation est perpendiculaire sur le bord du dispositif. L'intersection peut être en dehors de la constriction : en dehors en haut, à gauche pour la configuration Va ; en dehors en bas, à droite pour la configuration Vb. Nous utiliserons la Fig. 4.10a comme définition des configurations Va, Vb, Vc, Vd, Ve et Vf (Ve étant "symétrique" de Vb). Il faut noter que certaines configurations de paroi existent uniquement pour une gamme de champ définie (e.g. Vb n'existe pas à 0 mT).

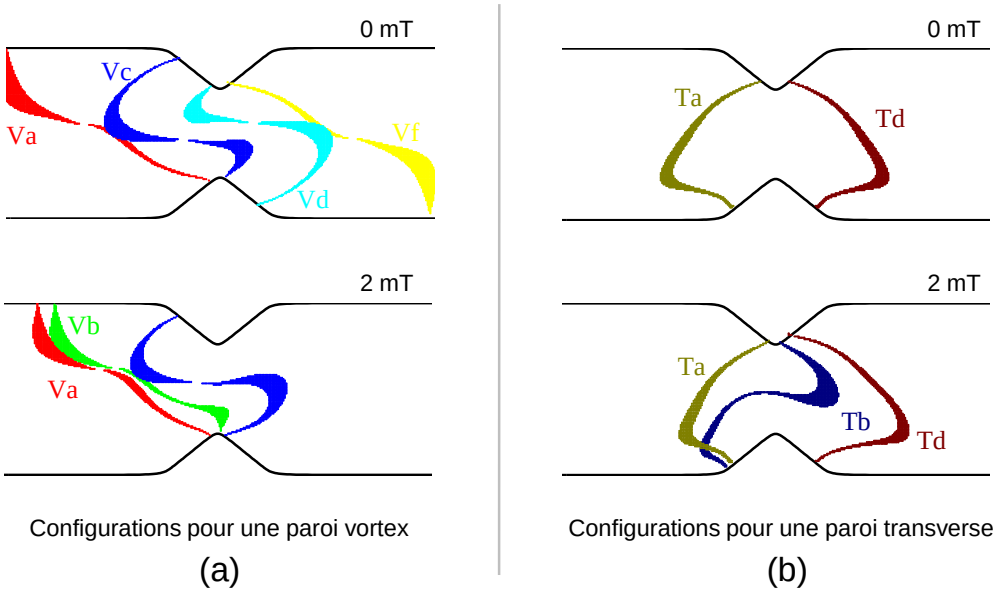


Fig. 4.10. Simulations micro-magnétiques montrant les possibles configurations des parois, à champ nul est sous champ (2 mT), pour des parois du type : a) vortex, b) transverse.

De manière similaire, les différentes configurations pour une paroi transverse sont montrées sur la Fig. 4.10b. On y trouve que 4 configurations sont possibles : Ta, Tb, Tc ("symétrique" de Tb) et Td. Dans la gamme de paramètres étudiée, les "extrémités" des parois sont toujours dans la constriction.

Ces différentes configurations trouvées, pour les parois vortex ainsi que pour les transverses, ne sont pas dégénérées et possèdent des différentes énergies. Les courbes présentées sur la Fig. 4.11 représentent l'énergie de la paroi dans les différentes configurations en fonction de l'épaisseur de la couche. Il s'agit là de l'énergie totale liée à la présence de la paroi[b] divisée par l'épaisseur de la couche. Notons que dans le modèle utilisé, où l'aimantation est uniforme dans l'épaisseur de la couche, la dépendance en épaisseur provient d'une importance relative prépondérante du champ démagnétisant pour les épaisseurs plus grandes. En effet, les énergies Zeeman, d'échange et d'anisotropie varient linéairement avec l'épaisseur alors que l'énergie associée au champ démagnétisant augmente avec le carré de celui-ci [20].

La Fig. 4.11a montre l'énergie des configurations à champ nul. On observe que pour des épaisseurs au dessus de 11,5 nm, ce sont les parois du type vortex le plus avantageuses énergétiquement. Toutefois, cette tendance est déjà présente à partir des 5 nm pour les configurations Va et Vf. En revanche, lorsqu'un champ égal à 2 mT est appliqué au système, parmi les différentes configurations de paroi qui apparaissent, celle correspondant à la paroi transverse Td sera la plus favorable énergétiquement jusqu'à ce que l'épaisseur de la couche devienne supérieure à 15 nm. En effet, au dessus de cette épaisseur les parois vortex Va et Vb seront plus favorables (Fig. 4.11b).

De cette façon, la tendance générale est qu'aux faibles épaisseurs, les parois de type transverse sont plus "avantageuses" que les parois vortex. Les parois de type Vc et Vd, notamment, ont une énergie toujours plus élevée dans les mêmes conditions que les parois Va et Vf. Il est donc plus désavantageux d'avoir le cœur du vortex dans la constriction elle-même. Cette constatation va à l'encontre de calculs réalisés pour la géométrie perpendiculaire par Bruno [21] ou d'idées préconçues du positionnement à l'équilibre de la paroi au centre de la constriction.

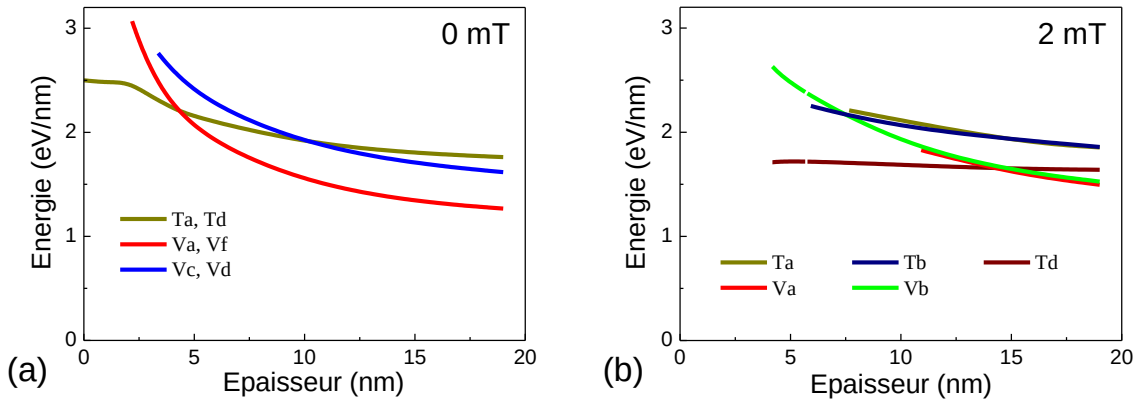


Fig. 4.11. Courbes obtenues par simulation montrant l'énergie de la paroi pour les différentes configurations en fonction de l'épaisseur de la couche de FeNi. a) A champ nul. b) A 2 mT.

[b] A l'énergie totale calculée par OOMMF, a été soustraite l'énergie moyenne des deux configurations sans domaine aux mêmes champs.

C.2.2. Evolution des configurations.

Intéressons nous maintenant à l'évolution en champ de ces configurations. Nous allons considérer cet évolution pour deux épaisseurs différentes : 19 nm (une couche épaisse) et 5 nm (couche fine).

Cas d'une couche épaisse.

Sur la Fig. 4.12 est représentée l'aimantation longitudinale normalisée m_x pour tous les types de parois présents dans une couche épaisse de 19 nm. Regardons d'abord le cas des parois type vortex (Fig. 4.12a). Si l'on considère que la paroi est injectée par la gauche de la constriction, la première configuration adoptée *à priori* par la paroi est le type Va (voir Fig. 4.10). Lorsque le champ augmente, la configuration Vb devient énergétiquement plus favorable que la configuration Va et cela pour un champ de 3 mT (le diagramme en énergie n'est pas présenté ici). Mais en considérant uniquement la dynamique de l'aimantation à température nulle, la configuration Va reste stable et le système évolue dans cet état métastable. A plus fort champ, la configuration Vb n'existe plus car, pour cette configuration, le champ est suffisant pour dépiéger la paroi si elle était dans cette configuration. Le système n'a d'autre possibilité que de rester dans l'état Va jusqu'au dépiégeage. Malgré la multitude de configurations possibles, en l'absence d'excitation thermique, une seule configuration, la configuration Va, est adoptée par le système.

Le phénomène est exactement le même pour les parois transverses, où seulement un passage de la constriction par une paroi de type Ta est possible (Fig. 4.12b). Enfin, on remarque sur certaines courbes l'existence de plusieurs états possibles pour une même configuration et pour une même valeur de champ (e.g. l'évolution de la configuration Vb autour de 6 mT sur la Fig. 4.12a). Ces différents états sont vraisemblablement des artefacts numériques dus à la taille de cellule de 5 nm utilisée dans ces calculs. Ces grandes cellules introduisent une "rugosité" supplémentaire dans la constriction.

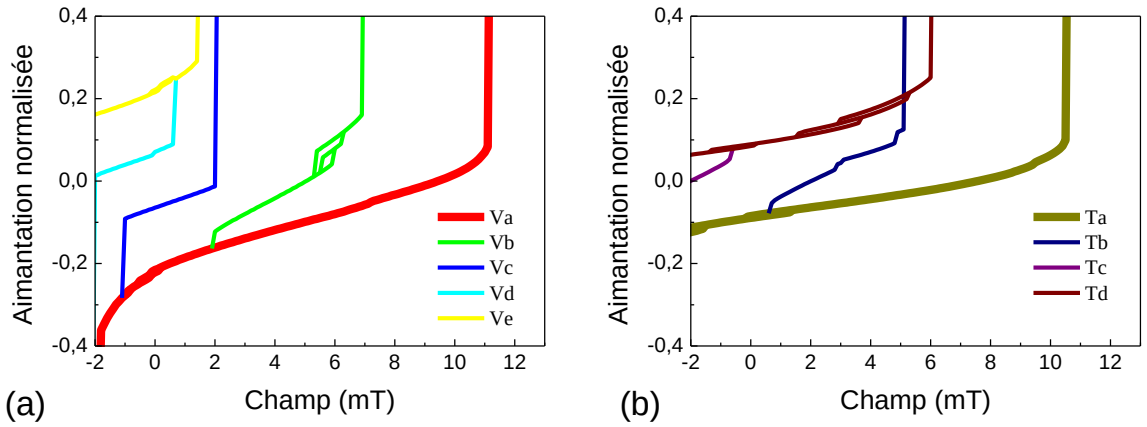


Fig. 4.12. Simulations montrant l'évolution en champ de l'aimantation longitudinale normalisée pour toutes les configurations de paroi présentes dans une couche épaisse de 19 nm. a) Parois du type Vortex. b) Parois du type transverse.

Cas d'une couche fine.

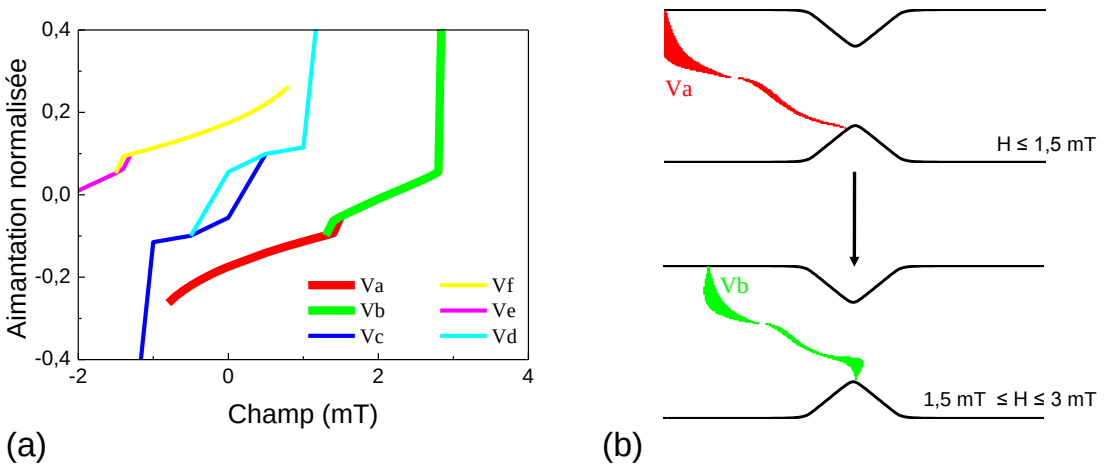


Fig. 4.13. Simulations pour une paroi vortex dans une couche d'épaisseur égale à 5 nm, montrant : a) l'évolution en champ de l'aimantation longitudinale normalisée pour les configurations adoptées, b) transformation Va → Vb de la paroi avant son dépiegeage.

La situation est toute différente pour une couche de 5 nm (Figs. 4.13 et 4.14). En effet, dans le cas de la paroi vortex, en partant d'une paroi Va, on voit qu'à un champ de 1,5 mT cette configuration se transforme irréversiblement en configuration Vb avant d'être dépiégée (Fig. 4.13a). Le dépiégeage de la paroi se fait alors en deux étapes (Fig. 4.13b).

Le scenario est encore plus complexe pour la paroi transverse (Fig. 4.14). En effet, la paroi, ayant initialement une configuration Ta, va adopter successivement les configurations Tb et Td à mesure que le champ augmente pour, finalement, être dépiégée vers 2,6 mT (Fig. 4.14b). Notons alors qu'avec des balayages en champ adaptés sous forme de cycles mineurs, il devrait alors être possible de faire passer la paroi par toutes ces configurations.

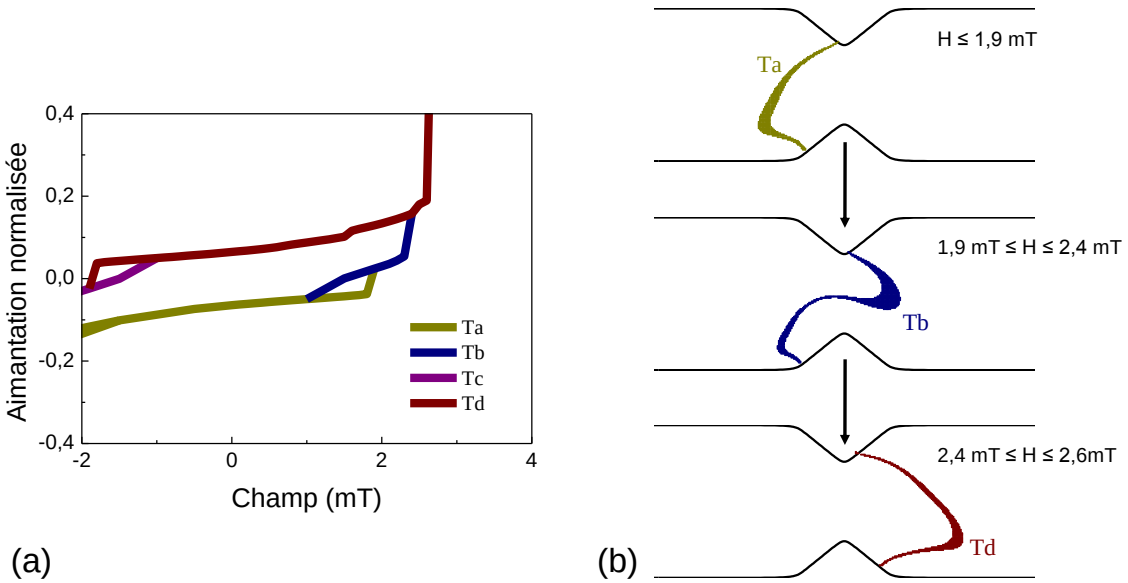


Fig. 4.14. Simulations pour une paroi transverse dans une couche d'épaisseur égale à 5 nm, montrant : a) l'évolution en champ de l'aimantation longitudinale normalisée pour les configurations adoptées, b) transformation Ta → Tb → Tc de la paroi avant son dépiégeage.

C.2.3. Résumé de résultats.

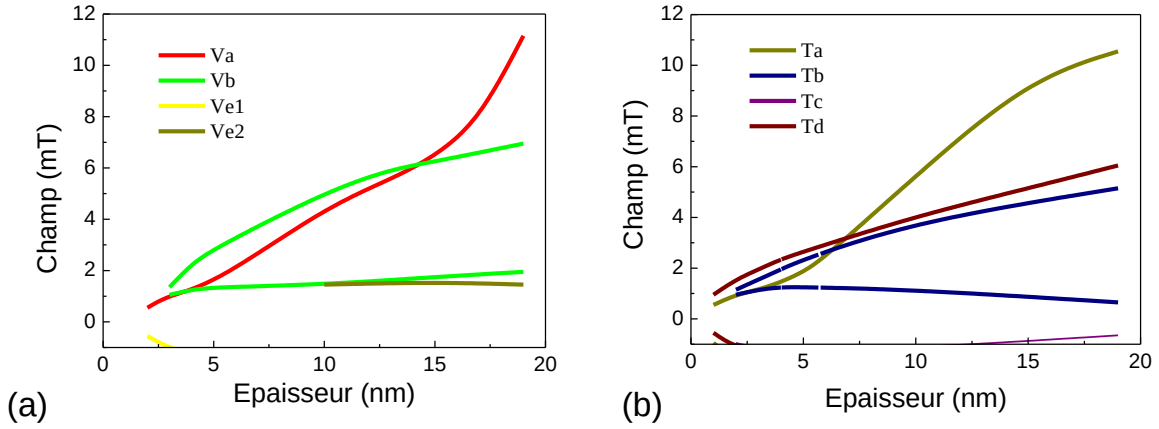


Fig. 4.15. Courbes représentant le domaine d'existence en champ des configurations des parois en fonction de l'épaisseur de la couche : a) parois du type vortex, b) parois tu type transverse.

Pour la géométrie de constriction utilisée dans cette étude, on peut donc avoir un mécanisme de dépiégeage différent selon l'épaisseur de la couche. Le type de mécanisme peut être déduit des courbes de la Fig. 4.15. Celles-ci représentent les domaines d'existence en champ des différentes configurations.

Dans le cas des parois vortex, au dessus de 14,3 nm comme nous l'avons dans le cas d'une couche épaisse (19 nm), un dépiégeage via uniquement la configuration Va devrait être observé. A plus faibles épaisseurs en revanche, la configuration Va se transforme en configuration Vb de plus basse énergie avant le dépiégeage. On a alors un dépiégeage via les configurations successives Va et Vb. Aux épaisseurs les plus faibles, la configuration Vb n'existe plus mais la paroi se dépiége via un passage en configuration transverse. C'est un exemple de changement de nature de paroi lors du passage par un défaut.

Pour les parois transverses au dessus de 6,9 mT, on passe uniquement par une paroi de type Ta. En dessous, comme représenté sur la Fig. 4.15b, pour une épaisseur de 5 nm, on a d'abord une transition de Ta à Tb, puis de Tb à Td avant le dépiégeage final de la paroi.

Nous allons aborder, dans la section suivante, les mesures de magnéto-transport effectuées sur une série d'échantillons. La même structure de multicouches a été utilisée pour l'élaboration de tous les dispositifs qui seront présentés. Notamment, l'épaisseur de la couche libre est égale à 19 nm, ce qui correspond à une épaisseur qui se trouve dans la gamme des simulations abordées dans cette section.

D. Observation.

D.1. Détection de la paroi.

Comme cela a été indiqué précédemment, nous allons nous intéresser à la propagation d'une paroi de domaines dans la couche libre de la vanne de spin. La mesure de la magnétorésistance géante (GMR) nous permettra de connaître la position de la paroi par rapport aux électrodes de mesure. Puisque nous sommes intéressés à la variation relative de la résistance, et afin d'éliminer des effets dus aux variations de la température, les courbes de résistance seront normalisées de tel sorte que 0% corresponde à la résistance dans un état parallèle (P) des aimantations et 100% corresponde à un état antiparallèle (AP). Les mesures qui seront présentées par la suite ont été réalisées à température ambiante, en 2 pointes, en utilisant un courant AC égal à 1 µA, avec le champ magnétique appliqué dans le plan, parallèlement à l'*axe* du fil.

La Fig. 4.16 montre un cycle de magnétorésistance mesuré pour l'un des dispositifs. Le cycle commence dans un état de saturation à champ négatif, avec une configuration parallèle (P) des aimantations. A mesure que le champ diminue et sa direction s'inverse, l'aimantation dans le pad s'inverse à un certain champ positif (~30 Oe). Toutefois, la propagation de ce domaine inversé est limitée par le rétrécissement du pad (Fig. 4.17a). Une augmentation du champ permettra alors d'injecter le domaine dans le fil à une certaine valeur du champ appelée par la suite *le champ d'injection*. Ce domaine se propagera alors jusqu'à la constriction. La propagation du domaine à partir du *pad* vers la constriction, et donc depuis un état parallèle vers un état antiparallèle (représentée par la suite P $\rightarrow$ AP), est associée à une augmentation de la résistance $\Delta R_{P \rightarrow AP}$ (ligne bleu du cycle montré sur la Fig. 4.16).

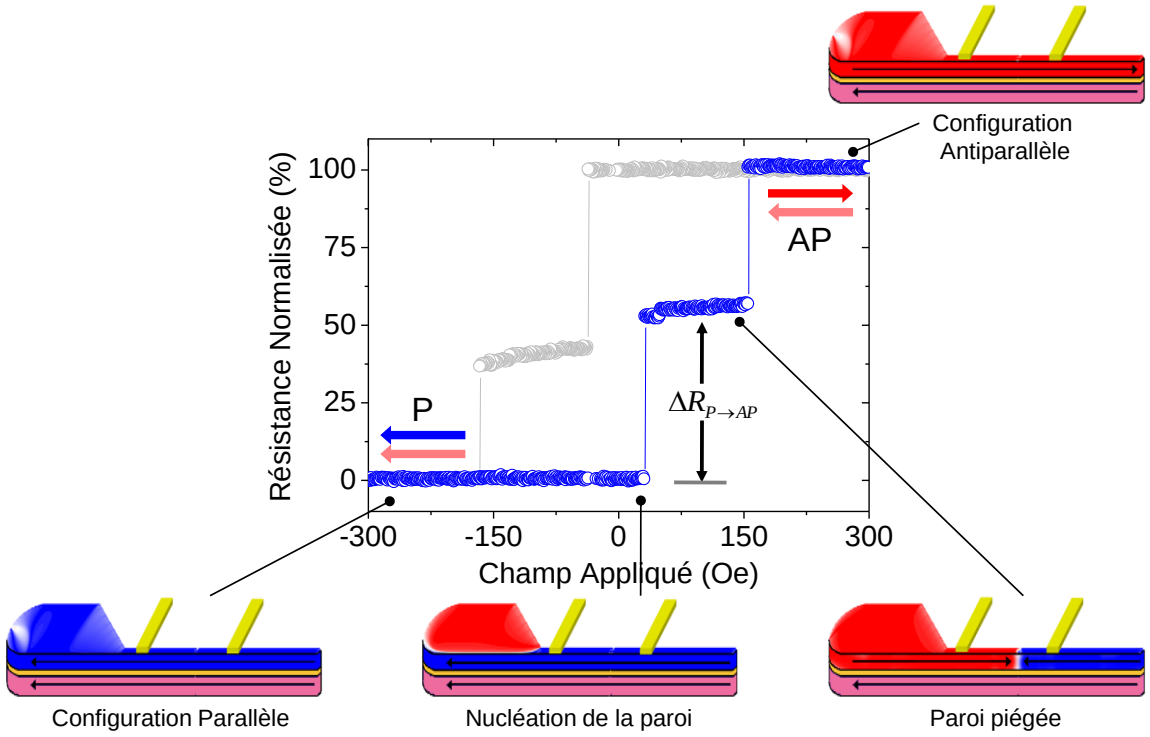


Fig. 4.16. Schéma représentant la détection de la paroi de domaines à partir de l'évolution de la résistance en fonction du champ appliqué, pour une transition P $\rightarrow$ AP des aimantations.

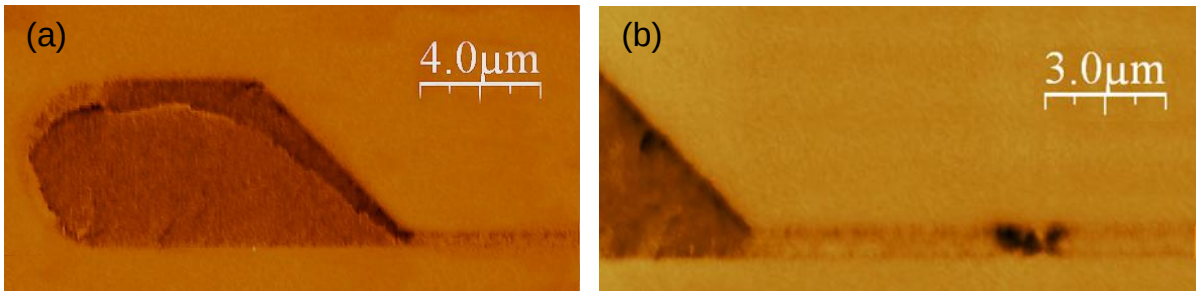


Fig. 4.17. Observations par microscopie à force atomique magnétique montrant : a) le blocage de la paroi de domaines au rétrécissement du pad avant son injection dans le fil, b) le piégeage de la paroi dans la constriction.

La constriction va stopper la propagation du domaine, constituant, ainsi, un site de piégeage. Ce piégeage, observé comme un plateau sur la courbe de magnétorésistance (Fig. 4.16), est confirmé par des observations effectuées à l'aide du microscope à force atomique magnétique (Fig. 4.17b). La nature de la paroi observée, c'est-à-dire, sa configuration micromagnétique, sera discutée dans la section D3. Un champ plus grand sera alors nécessaire pour dépiéger la paroi. Ainsi, pour un certain champ, appelé par la suite *champ de dépiégeage*, la résistance montera jusqu'à 100%, correspondante à l'état antiparallèle (Fig. 4.16). Un balayage du champ dans le sens inverse entraînera un comportement similaire (Fig. 4.18). Toutefois, pour une transition AP → P, la propagation de la paroi sera accompagnée d'une chute de la résistance $\Delta R_{AP \rightarrow AP}$.

Le fait que $\Delta R_{P \rightarrow AP} = \Delta R_{P \rightarrow AP}$ implique qu'une seule paroi a été injectée dans le fil. En effet, un même changement de résistance pour les deux types de transition (P → AP et AP → P) est associé au retournement d'une fraction identique de l'aimantation de la couche libre.

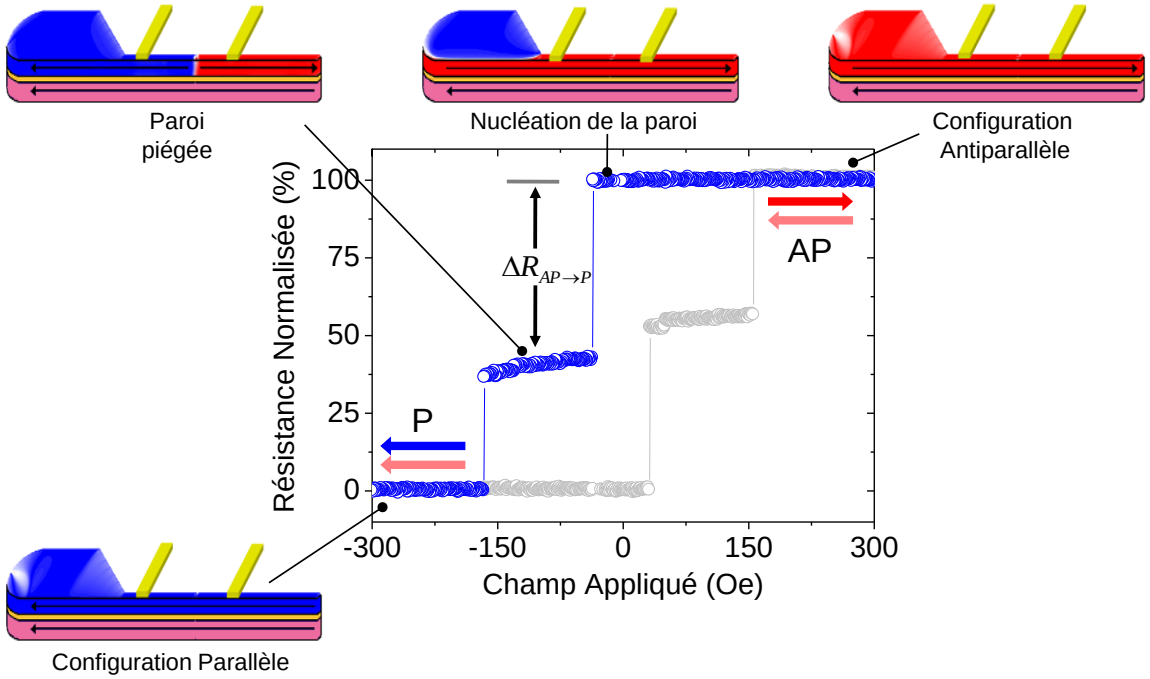


Fig. 4.18. Schéma représentant la détection de la paroi de domaines à partir de l'évolution de la résistance en fonction du champ appliqué, pour une transition AP → P.

Cette fraction, de l'ordre de 60%, reflète la position de la constriction par rapport aux électrodes de mesure. De plus, puisque cette fraction se trouve du côté le plus proche du pad de nucléation, la variation de 60% implique aussi que la paroi à été injectée depuis le pad. Il faut souligner, enfin, que la direction de propagation de la paroi ne dépend pas du sens d'application du champ. En effet, la paroi se propage toujours du *pad* vers la constriction.

D.2. Nature stochastique.

Cela a été montré, dans le paragraphe précédent, que le dispositif conçu permet de créer et détecter une paroi de domaines dans un fil submicronique. De plus, la position de la paroi le long du fil a pu être contrôlée grâce à une constriction. Des champs caractéristiques, appelés respectivement d'injection et de dépiégeage ont été ainsi définis. Nous allons nous intéresser, par la suite, à l'étude de la reproductibilité de ces champs.

D.2.1. Mise en évidence d'une nature stochastique.

Si, maintenant, on considère plusieurs mesures, on trouve que le cycle de magnétorésistance n'est pas reproductible (Fig. 4.19). En effet, lorsqu'on regarde la partie des cycles correspondant au passage P → AP, on peut remarquer que, tandis que la paroi de domaines est toujours piégée au même endroit (même résistance intermédiaire), la valeur exacte des champs de piégeage et de dépiégeage change d'une expérience à l'autre. Un comportement similaire est observé pour le passage AP → P (Fig. 4.19). Cette nature stochastique a été déjà observée dans des systèmes multicouches du type NiFe/Cu/NiFe [2,3]. Afin de caractériser le comportement magnétique de ce système, il est nécessaire de mesurer la distribution statistique des champs d'injection et de dépiégeage. Dans ce but, plusieurs centaines de cycles de magnétorésistance ont été mesurés pour plusieurs dispositifs. La Fig. 4.20 montre quelques-uns parmi un total de 1200 cycles effectués sur un dispositif, que nous appellerons par la suite *dispositif A*, pour AP → P.

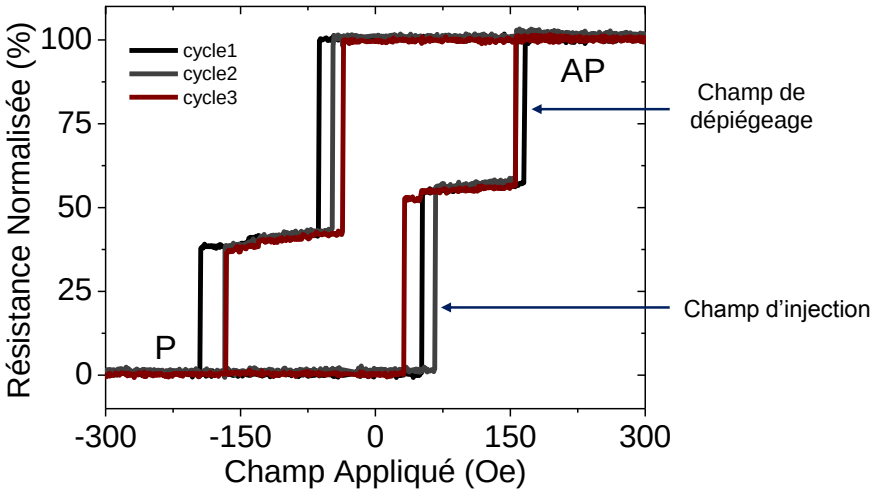


Fig. 4.19. Courbes de magnétorésistance, correspondantes à trois cycles différents effectués sur le même dispositif, montrant la nature stochastique des phénomènes d'injection et du dépiégeage d'une paroi de domaines.

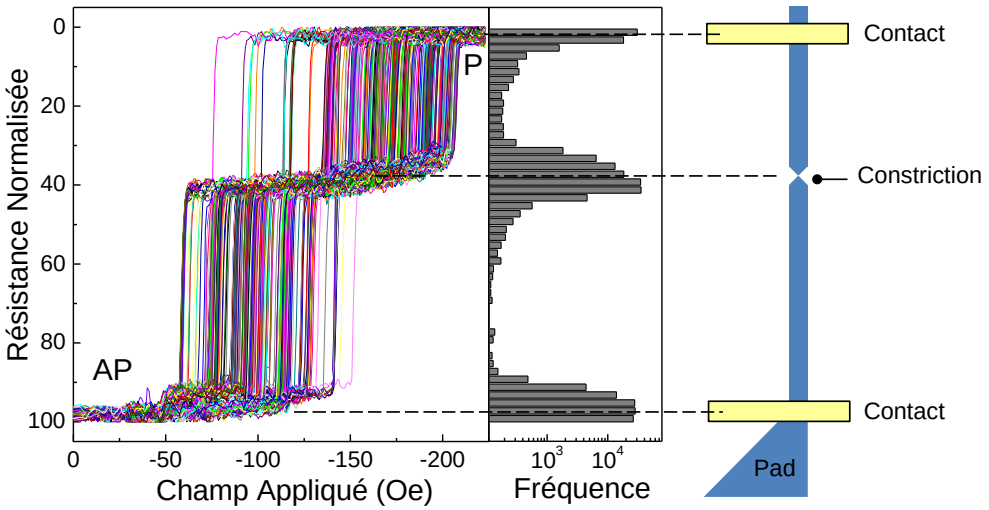


Fig. 4.20. Cycles de magnétorésistance et histogramme de résistance associé montrant le blocage de la paroi de domaines par la constriction. Les mesures correspondent à une propagation AP → P de la paroi de domaines dans un fil de largeur égale à 500 nm.

D.2.2. Analyse statistique.

L'histogramme de résistance à droite sur la Fig. 4.20 a été construit à partir des cycles montrés sur la même courbe. On peut y distinguer trois maxima, dont deux correspondent aux états AP et P d'aimantation, respectivement, et un troisième associé au blocage de la paroi dans la constriction. De manière similaire, il est possible d'établir d'histogrammes de champ. Toutefois, avant d'aborder le comportement des champs d'injection et de dépiégeage, considérons la statistique du blocage de la paroi (Fig. 4.21). Pour ce dispositif, on trouve que 98% de cycles présentent un plateau bien défini, correspondant au piégeage de la paroi par la constriction (Fig. 4.21a). En revanche, dans le 2% des cas, la paroi se propage par le fil sans être piégée (Fig. 4.21b). Par la suite, uniquement les cycles associés au piégeage d'une paroi seront considérés.

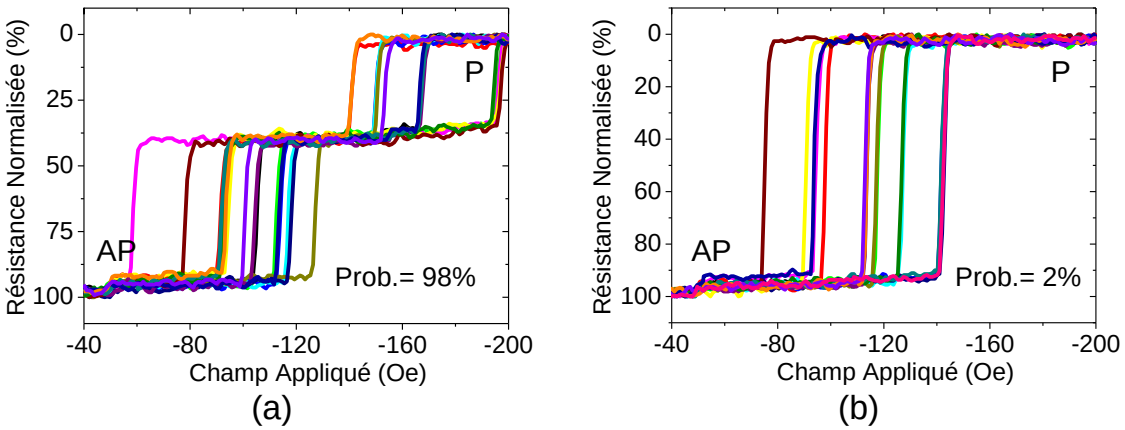


Fig. 4.21. Courbes de magnétorésistance associées à la propagation d'une paroi de domaines lors du passage AP → P. D'un total de 1200 cycles effectués : a) la paroi de domaines est piégée dans la constriction pour 98% des cas; b) pour le restant 2% la paroi se propage dans le fil sans être piégée par la constriction.

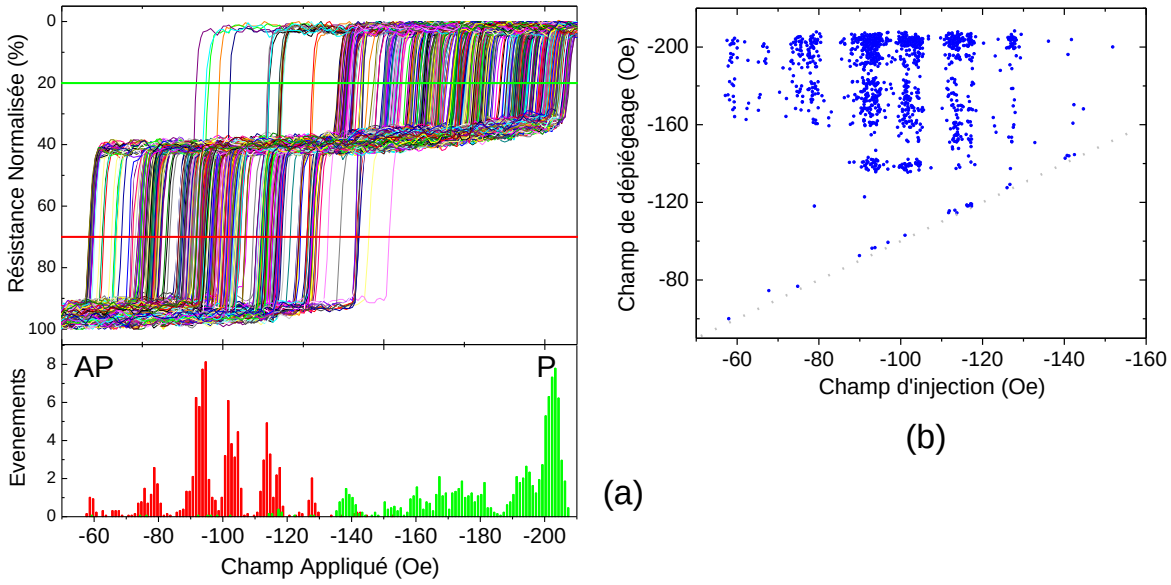


Fig. 4.22. a) Histogrammes montrant la distribution des champs d'injection (rouge) et de dépiégeage (vert) construits à partir de deux seuils de résistance (lignes vert et rouge sur la courbe des cycles). b) Champ de dépiégeage en fonction du champ d'injection.

La Fig. 4.22a présente les histogrammes des champs d'injection et de dépiégeage construits à partir des cycles mesurés. On y trouve que le champ d'injection ainsi que le champ de dépiégeage obéissent à une distribution complexe. En effet, sur l'histogramme du champ d'injection, l'on peut remarquer la présence de six sous-distributions bien définies, de différente intensité (centrées sur -58,-78,-94,-103,-115 et -133 Oe). De manière similaire, sur l'histogramme du champ de dépiégeage, on trouve trois sous-distributions bien définies (centrées sur -139, -194 et -204 Oe), ainsi qu'une quatrième étalée (entre -150 et -180 Oe). La complexe distribution de champ observée indique que le mécanisme impliqué dans le dépiégeage de la paroi est plus complexe qu'un unique processus thermiquement activé. Cette complexité pourrait résulter de la présence de différents types et configurations des parois (voir section B). En effet, dans cette gamme d'épaisseurs, les parois de domaines de type vortex et transverse sont stables. De plus, les parois vortex peuvent avoir des différentes chiralités et polarités. Les parois transverses peuvent, à sont tour, avoir deux orientations différentes. La position exacte où la paroi est piégée peut changer aussi. En même temps, pour une même configuration de paroi, l'occurrence de différents types de mécanismes de dépiégeage ne peut pas être exclue[c]. Pour chaque configuration magnétique, une distribution différente de champ de dépiégeage serait alors attendue. De cette façon, la complexité de la distribution mesurée refléterait la variété des configurations magnétiques possibles. Or, le même type de distribution complexe est observé pour le champ d'injection et le champ de dépiégeage. Ceci est compréhensible lorsqu'on tient en compte que le champ d'injection ne correspond pas à une nucléation mais au dépiégeage de la paroi dans la partie étroite du *pad*. Il faut souligner qu'aucune corrélation n'est observée entre le champ d'injection et le champ de dépiégeage pour un même cycle (Fig. 4.22b). Ceci constitue une indication de la nature changeant de la paroi pendant sa propagation par le fil. Un tel changement a déjà été observé lors du déplacement d'une paroi par un courant polarisé en spin [22,23], ainsi que par un déplacement en champ magnétique [19,24].

[c] Ceci a été mis en évidence, notamment, dans des fils structurés sur des couches ayant une forte anisotropie perpendiculaire [25].

D.3. Injection indirecte.

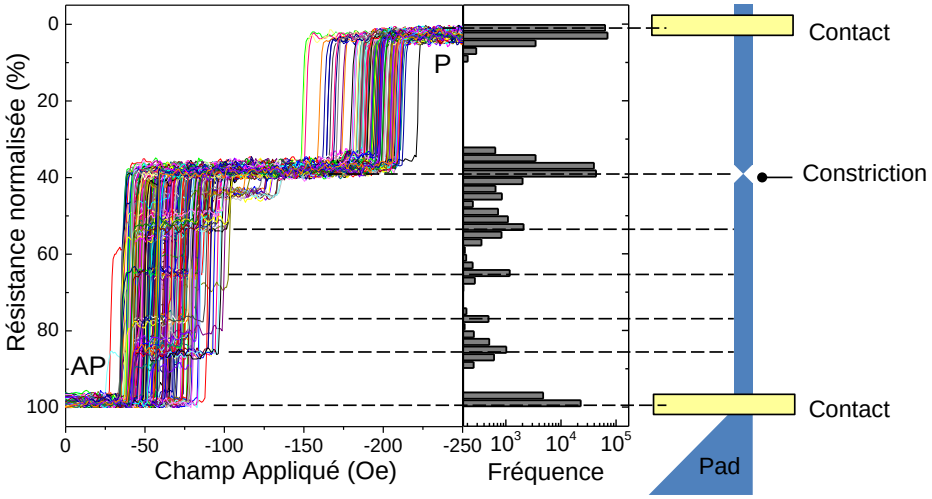


Fig. 4.23. Observation du blocage de la paroi de domaines à des différents points (situés entre le pad de nucléation et la constriction) pour un fil de largeur égale à 300 nm. Cycles de magnétorésistance et histogramme de résistance pour une propagation AP → P de la paroi.

Considérons maintenant un dispositif, appelé *dispositif B* par la suite, dont la largeur nominale du fil est égale à 300 nm et celle de la constriction est 50 nm. De manière similaire au dispositif *A*, plusieurs centaines de cycles de magnétorésistance ont été effectués sur ce dispositif. La Fig. 4.23 montre les mesures effectuées, ainsi que l'histogramme de résistance correspondant, pour une propagation AP → P de la paroi. Tout d'abord, on y trouve que, contrairement au cas du dispositif *A*, la paroi de domaines est piégée par la constriction lors de chaque cycle (i.e. blocage = 100 %). Toutefois, on peut remarquer la présence de plusieurs plateaux sur la courbe de résistance en fonction du champ. En effet, l'histogramme de résistance met en évidence l'existence de quatre sites de blocage en plus de la constriction (Fig. 4.24). Ces sites, appelés par la suite *A*, *B*, *C* et *D* respectivement, se situent entre le pad et la constriction. Ces points, n'ayant pas été introduits volontairement, reflètent donc l'influence de la réduction de la taille de la paroi pour de largeurs de fil plus petites où la rugosité des bords peut entraîner le piégeage.

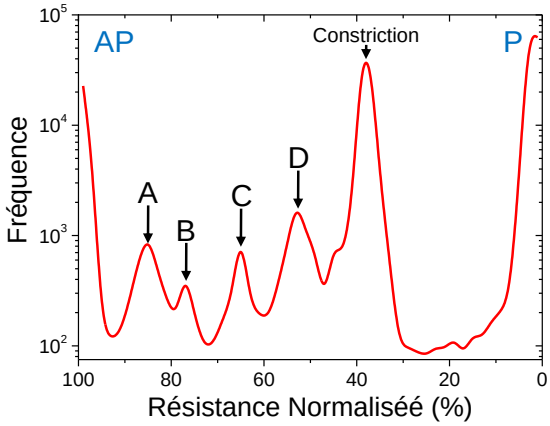


Fig. 4.24. Histogramme de résistance pour une transition AP → P montrant l'existence des différents sites de blocage entre le pad et la constriction.

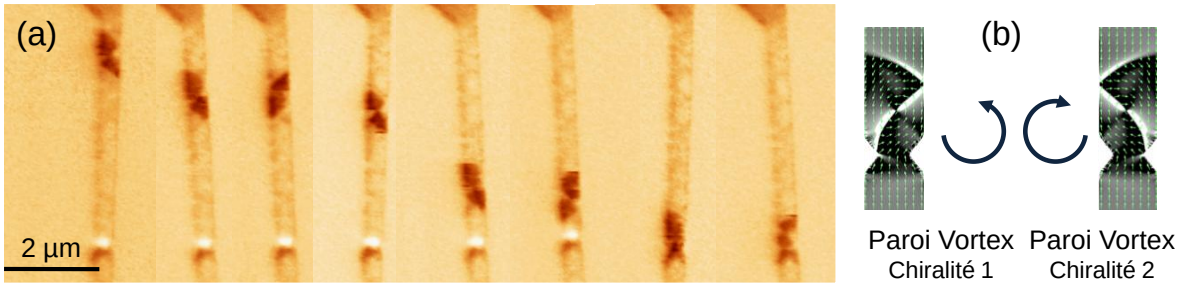


Fig. 4.25. a) Observations M-AFM montrant le blocage d'une paroi de domaines à de différents endroits du fil, entre le pad et la constriction. Ces images mettent en évidence la présence des parois du type vortex de chiralité opposée. b) Simulations montrant la configuration de l'aimantation et sa divergence pour deux parois vortex de chiralité opposée.

La présence de ces points de piégeage additionnels, entre le pad et la constriction, a été confirmée par des observations effectuées au M-AFM (Fig. 4.25a). Ces images ont été prises à champ nul, après application d'un champ de 90 Oe pour l'injection du domaine. Tout d'abord, il est possible d'identifier le type de paroi observée. En effet, le contraste observé à l'AFM permet d'identifier la paroi par comparaison à la divergence de l'aimantation dans des configurations de parois connues (Fig. 4.25b). De cette façon, on trouve que la paroi observée est une paroi vortex. De plus, les deux chiralités possibles pour ce type de paroi sont observées.

La Fig. 4.26 présente les histogrammes de champ, correspondants à l'injection de la paroi, ainsi qu'au dépiégeage de celle-ci à partir de chaque point de piégeage (constriction comprise). De plus, une distribution complexe est retrouvée pour l'injection et le dépiégeage des sites A, B, C et D (Fig. 4.26b). En revanche, on observe que le champ de dépiégeage associé à la constriction présente une distribution simple qui peut être ajustée par une fonction gaussienne centrée en 197 Oe (Fig. 4.26a). L'analyse de ces histogrammes permet d'associer à chacun des sites S une probabilité de piégeage P_S. On obtient ainsi que : P_A = 13.7%, P_B = 3.6 %, P_C = 8.3 % et P_D = 22.4%. Comme cela a été indiqué précédemment, pour la constriction on trouve que P_{cons} = 100%. C'est-à-dire, une paroi piégée par un site S sera aussi piégée par la constriction. En revanche, uniquement 51.7% des événements de piégeage par la constriction ont été précédés par blocage dans un site S. Nous reviendrons sur ces probabilités dans la section suivante.

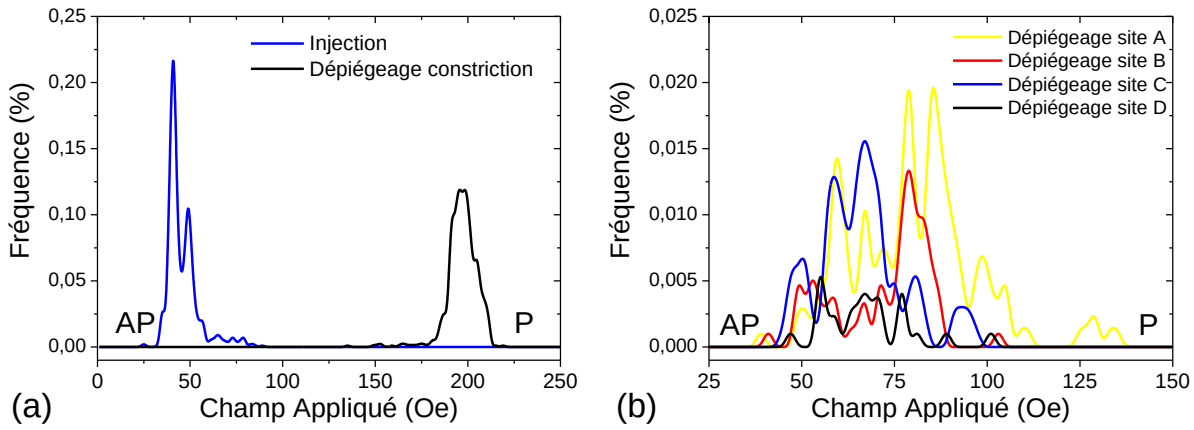


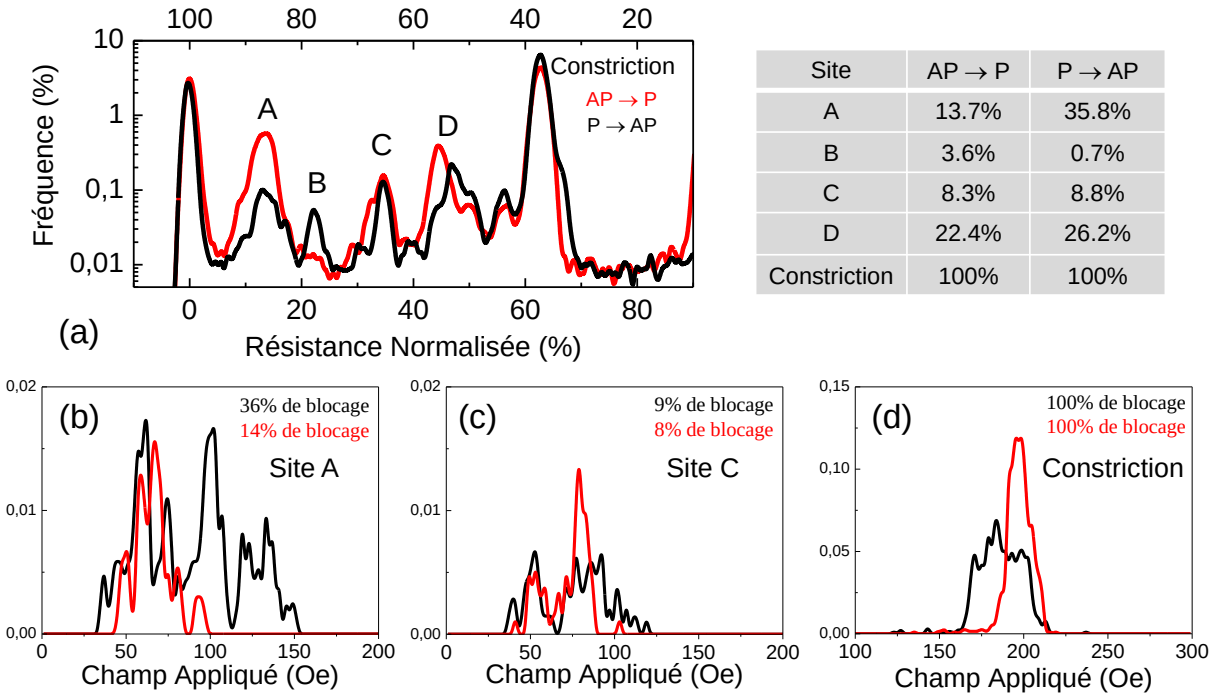
Fig. 4.26. Histogrammes montrant la distribution des champs : a) Injection et dépiégeage de la constriction. b) Dépiégeage des sites de blocage A, B, C et D.

E. Asymétrie.

E.1. Mise en évidence d'une asymétrie.

Le blocage d'une paroi de domaines, à de différents endroits bien définis, entre le pad de nucléation et la constriction, a été mis en évidence à partir de l'histogramme de résistance pour une propagation AP → P. Lorsque cet histogramme est comparé à celui correspondant à une propagation P → AP, on observe que, même si les positions de blocage ne changent pas, des différences significatives sont remarquées sur la probabilité de piégeage à chaque site (Fig. 4.27a). Ainsi, pour le *site A* la probabilité de piégeage augmente de 13.7 à 35.8 %, tandis que pour le *site B* celle-ci diminue de 3.6 à 0.7%. En revanche, pour les *sites C* et *D* on n'observe pas de différence significative (voir tableau sur la Fig. 4.27).

La Fig. 4.27b montre la distribution du champ de dépiégeage obtenue pour les propagations AP → P et P → AP correspondantes au *site A*. On y trouve que la distribution est différente selon le sens du champ, ou plus justement selon que la transition soit AP → P ou P → AP. Notamment, on observe l'apparition de plusieurs pics, ainsi que une distribution plus étalée pour P → AP par rapport au passage AP → P. En revanche, pour le site C, les distributions sont similaires pour les deux transitions (Fig. 4.27c). Considérons maintenant le dépiégeage de la paroi depuis la constriction. Bien qu'une probabilité de piégeage du 100% soit observée pour les deux transitions, l'histogramme de dépiégeage associé non seulement montre que la distribution est significativement différente entre les propagations AP → P et P → AP mais, encore, il met en évidence l'existence d'une statistique complètement différente (Fig. 4.27d).



Site	AP → P	P → AP
A	13.7%	35.8%
B	3.6%	0.7%
C	8.3%	8.8%
D	22.4%	26.2%
Constriction	100%	100%

Fig. 4.27. a) Histogramme de résistance et tableau montrant la dépendance de la probabilité de piégeage à chaque site entre les propagations AP → P (en rouge) et P → AP (en noir). Histogrammes de champ de dépiégeage pour : b) le site A, c) le site C et d) la constriction.

De cette façon, on trouve que, tandis que les probabilités de présence sont significativement influencées pour certains sites (A et B), pour d'autres, l'on n'observe pas de différence significative entre les deux transitions (C et D). Cette différence pourrait être attribuée à une différence de nature des sites de piégeage. Ainsi, pour le site *A*, une augmentation de la probabilité de piégeage a été accompagnée par un étalement de la distribution du champ de dépiégeage. Toutefois, dans le cas de la constriction, pour laquelle la probabilité de piégeage est la même pour le deux sens du champ, une forte asymétrie, concernant la distribution ainsi que la statistique, est observée. Afin de réduire les variables du système, notamment celles concernant la nature des sites de piégeage, nous allons considérer par la suite exclusivement des dispositifs ayant la constriction comme unique site de blocage de la paroi.

E.2. Asymétrie pour un blocage dans la constriction.

La Fig. 4.28 montre les distributions de champ obtenues pour un dispositif, nommé C par la suite, dont la largeur nominale du fil est égale à 500 nm. Pour le champ d'injection, on trouve une différence entre les distributions AP → P et P → AP. Pourtant, l'injection a lieu dans la même gamme de champ pour le deux sens (Fig. 4.28a). En revanche, lorsque l'on considère les champs de dépiégeage, une nette asymétrie est observée entre les deux distributions (Fig. 4.28b). En effet, tandis que celle associée à une propagation AP → P présente trois pics bien définis, et d'intensité différente, à 106, 130 et 180 Oe, respectivement, la distribution pour P → AP présente un seul pic bien défini à 115 Oe. L'asymétrie dans la propagation d'une paroi de domaines a déjà été reportée pour de directions différentes de propagation [3,7,26]. Toutefois, dans notre cas, il n'y a pas de changement de la direction de propagation de la paroi. Celle-ci se propage toujours du pad vers la constriction. La seule différence est que, pour une propagation AP → P, un domaine parallèle à la couche fixe se propage en détriment d'un domaine antiparallèle. Par contre pour une propagation P → AP, c'est un domaine antiparallèle à la couche fixe qui amène le renversement de l'aimantation de la couche libre. Toutefois, dû à la symétrie par renversement du temps, aucune différence ne devrait exister entre les deux types de transition. En effet, les propagations d'une paroi dite *head-to-head* et celle d'une paroi dite *tail-to-tail* devraient être équivalentes.

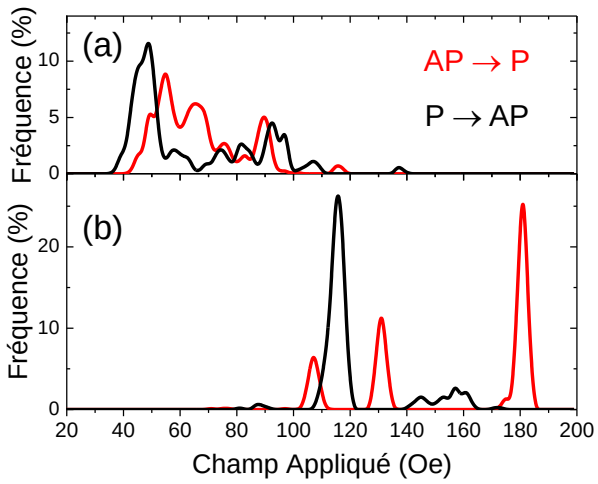


Fig. 4.28. Distributions de champ montrant l'asymétrie de la propagation de la paroi entre les transitions AP → P et P → AP. a) Champ d'injection. b) Champ de dépiégeage.

E.3. Influence de la couche dure.

E.3.1. Origine.

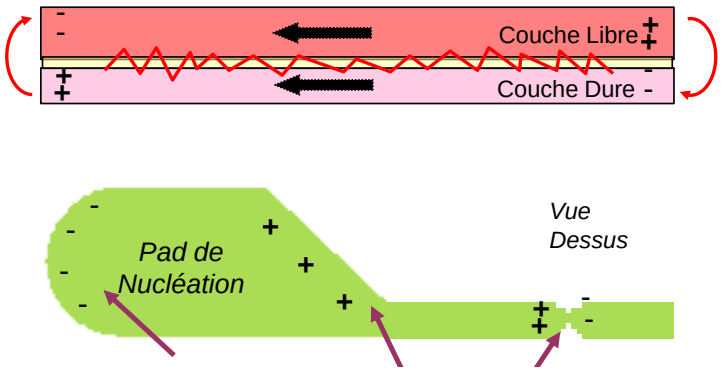


Fig. 4.29. Représentation schématique de l'influence du champ dipolaire dû à la couche fixe sur la couche libre. Ce couplage est présent aux endroits où l'aimantation de la couche fixe n'est pas parallèle aux bords de la structure : sur le côté circulaire du pad, au rétrécissement du pad et dans la constriction.

Le seul élément capable de briser la symétrie est la présence de la couche fixe, dont l'aimantation n'est pas retournée lors du balayage du champ magnétique. Pour une épaisseur standard de Cu dans une vanne de spin, il existe toujours, dans une couche continue, un couplage fini entre la couche libre et la couche fixe. Ce couplage peut être soit magnétostatique (couplage de Néel ou pelure d'orange) ou électronique (Ruderman-Kittel-Kasuya-Yoshida). Pour la structure de vanne de spin utilisée dans cette étude, le couplage net est positif (i.e. il favorise un alignement parallèle des aimantations), ce qui se traduit par un décalage en 3 Oe du cycle de hystérésis de la couche libre. Puisque la couche fixe n'est pas retournée, ce couplage agit sur la couche libre comme un champ effectif constant, ce qui entraînerait un simple décalage des distributions de champ. Toutefois, les observations effectuées ont mis en évidence un comportement plus complexe qui n'est pas en accord avec un scénario si simple (Fig. 4.28c). La différence significative dans les distributions doit donc être due à des effets plus complexes, tels que le couplage non homogène qui se produit aux bords de la nanostructure. Une influence de cette nature à déjà été observée dans de microstructures similaires [27,28]. Ce couplage est présent aux endroits où l'aimantation de la couche fixe n'est pas parallèle aux bords de la structure : sur le côté circulaire du pad, au rétrécissement du pad et dans la constriction (Fig. 4.29). Considérons ces possibles effets :

a) Couplage dans le pad de nucléation. Le champ de fuite produit par la couche fixe dans le pad peut affecter le processus de nucléation du domaine et, par conséquent, avoir une influence sur la nature de la paroi injectée. Ceci pourrait expliquer la différence des distributions du champ d'injection (Fig. 4.28b). Cependant, puisque la nature de la paroi évolue au cours de sa propagation, et étant donné que les champs d'injection et de dépiégeage ne sont pas corrélés, ceci ne peut pas expliquer la différence entre les distributions du champ de dépiégeage (Fig. 4.28c). En revanche, le champ de fuite présent dans le rétrécissement du pad peut affecter le champ d'injection.

b) Couplage dans la constriction. Similairement au cas du rétrécissement du pad, un couplage au niveau de la constriction peut avoir une influence sur le champ de dépiégeage.

E.3.2. Influence du champ dipolaire sur la configuration de la paroi.

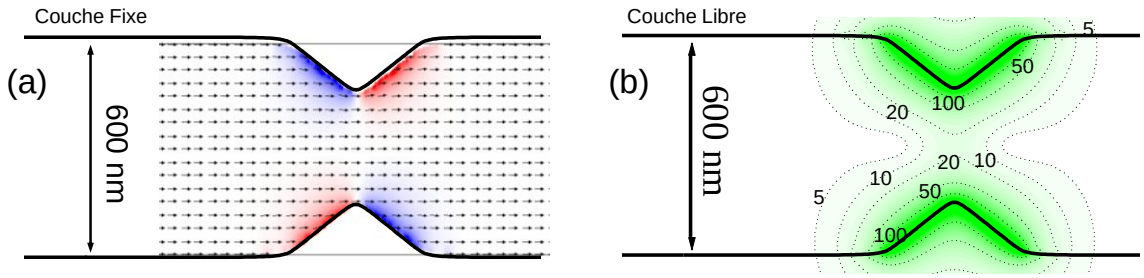


Fig. 4.30. a) Simulation OOMMF de la configuration micromagnétique présente dans la couche fixe (Co 2.5 nm). L'effet du couplage avec le matériau antiferromagnétique est modelé par l'application d'un champ uniforme égale à 1200 Oe. b) Champ dipolaire effectif agissant sur la couche libre (NiFe 19 nm).

Afin de vérifier l'hypothèse selon laquelle le champ de fuite produit par la couche fixe, au niveau de la constriction, peut avoir une influence sur le champ de dépiégeage, le champ de fuite a été évalué. Pour cela, la configuration magnétique au sein de la couche fixe a d'abord été calculée, à l'aide du logiciel OOMMF, en considérant une couche de Co d'épaisseur égale à 2.5 nm (Fig. 4.30a). L'effet du blocage de la couche, dû au couplage d'échange avec la couche antiferromagnétique, a été modélisé par l'application d'un champ uniforme égale à 1200 Oe. La géométrie idéalisée montrée dans la Fig. 4.30a reproduit la forme d'une constriction réelle. Le champ dipolaire créé par cette configuration magnétique est alors moyenné sur les 19 nm d'épaisseur correspondante à la couche libre. L'amplitude du champ dipolaire effectif qui agit sur la couche libre est représentée sur la Fig. 4.30b. La modélisation *in silico* montre que des champs dipolaires significatifs (plusieurs dizaines d'Oersted) sont présents à proximité de la constriction, affectant son "potentiel de piégeage".

La Fig. 4.31a représente la configuration magnétique d'une paroi du type vortex dans la couche libre pour une transition $AP \rightarrow P$, sous l'action du champ dipolaire calculé (superposée sur un champ uniforme égale à 50 Oe). Cette paroi s'avère être une paroi du type Vb d'après les définitions adoptées dans la section C. La Fig. 4.31b compare la morphologie de la paroi Vb à celle d'une paroi Va (déterminée pour une transition $P \rightarrow AP$) dans des champs équivalents. La différence drastique entre les deux types de paroi pourrait en effet expliquer la différence observée dans les stastisques du champ de dépiégeage. Si l'on considère, maintenant, le cas d'une paroi du type transverse, une différence significative est aussi trouvée entre les morphologies des parois Ta déterminées pour chaque transition (Fig. 4.32).

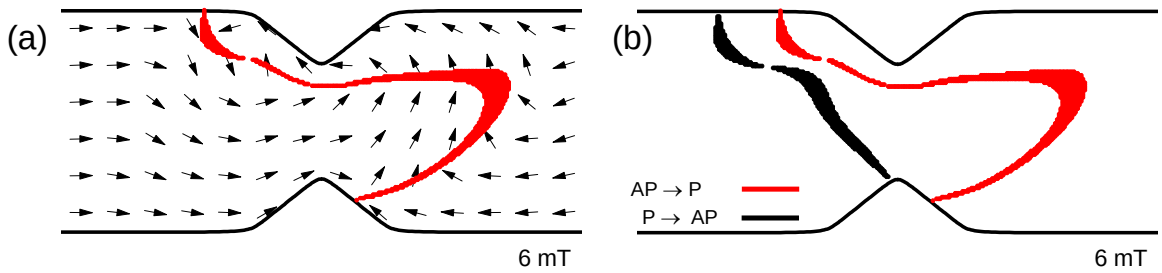


Fig. 4.31. a) Simulation OOMMF de la configuration micro-magnétique d'une paroi du type vortex pour une transition $AP \rightarrow P$: une paroi Vb est déterminée. b) comparaison entre les configurations Vb et Va (déterminée pour $P \rightarrow AP$) en présence des champs équivalents.

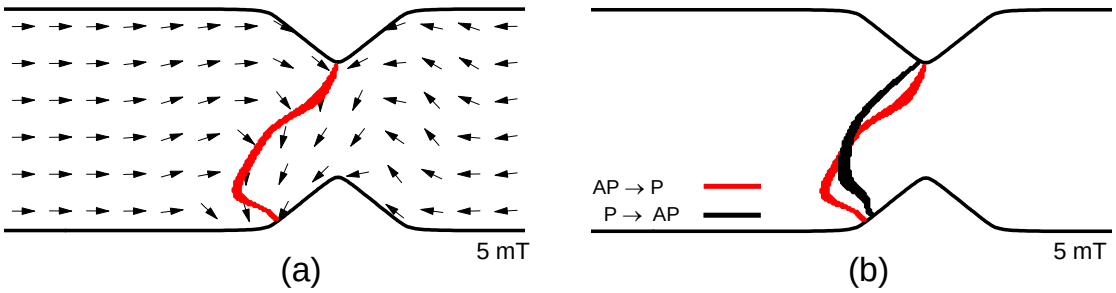


Fig. 4.32. a) Simulation OOMMF de la configuration micro-magnétique d'une paroi de domaines transverse du type Ta. b) Comparaison entre les configurations de paroi Ta déterminées pour AP → P et P → AP en présence des champs équivalents.

Les déterminations du champ de dépiégeage dans cette géométrie idéalisée, ne reproduisent pas quantitativement le champ de dépiégeage mesurée. Cependant, les différences prédites, entre les transitions AP → P et P → AP, pour les champs de dépiégeage, égales à 37 Oe pour une paroi vortex et à 47 Oe pour une paroi transverse, sont du même ordre de grandeur que les valeurs expérimentales. Ceci confirme l'importance du champ dipolaire, créé par la couche fixe, sur le champ de dépiégeage.

E.3.3. Influence du champ dipolaire sur l'évolution des configurations.

Une fois montrée l'influence importante du champ dipolaire sur la configuration des parois piégées dans la constriction, nous nous intéresserons à un analyse plus fine de ce phénomène. Considérons, d'abord, l'évolution de la configuration d'une paroi vortex sous l'action du champ dipolaire pour des différentes valeurs du champ appliqué. La Fig. 3.33a montre cette évolution dans le cas d'une paroi Va associée à une transition P → AP. On y trouve que lorsqu'un champ égal à 5 mT est appliqué, la paroi est comprimée significativement. Cette compression continue à mesure que le champ augmente de 5 à 7 mT. Considérons maintenant la transition *AP → P* (Fig. 3.33b). On observe que, de manière similaire au cas d'une transition *P → AP*, la paroi Va subi une compression lorsqu'un champ égal à 5 mT est appliqué. Toutefois, cette compression continuera uniquement jusqu'à 5,5 mT. En effet, lorsque le champ atteint les 6 mT, la paroi change drastiquement de configuration Va→ Vb, passant même, presque entièrement, de l'autre côté de la constriction (voir ligne cyan sur la Fig. 4.33). Pour un champ de 7 mT la paroi continue à se déformer jusqu'au son dépiégeage.

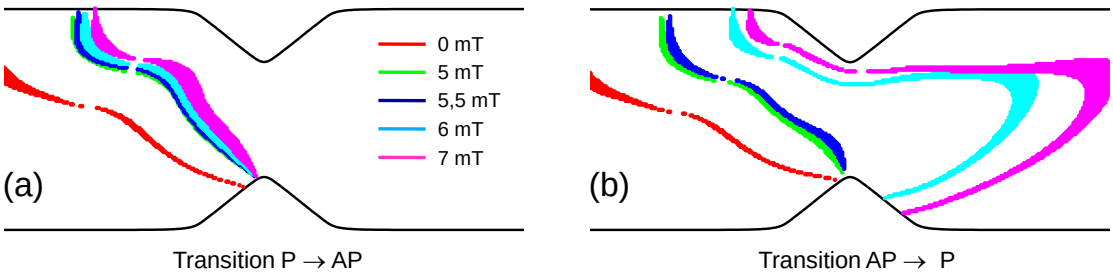


Fig. 4.33. Simulations OOMMF montrant l'évolution de la configuration d'une paroi vortex sous l'action du champ dipolaire pour plusieurs valeurs du champ magnétique externe appliqué. a) Transition P → AP. b) transition AP → P.

De cette façon, les simulations micro magnétiques non seulement montrent l'importance de l'influence du champ dipolaire mais, de plus, elles apportent également des informations permettant de faire des hypothèses en ce qui concerne à la nature réversible ou irréversible du déplacement des parois. En effet, le changement drastique de la configuration de la paroi lors de la transition $AP \rightarrow P$ constitue un indice d'irréversibilité, alors que la compression prévue pour la transition $P \rightarrow AP$, avant le dépiégeage de la paroi, correspondrait à une évolution entièrement réversible. Or, tant la compression que le changement de configuration de la paroi devraient pouvoir être observés dans les cycles de magnétorésistance. De cette façon, pour la transition $P \rightarrow AP$, la compression de la paroi devrait être aperçue comme une augmentation continue de la résistance à mesure que le champ augmente. En revanche, pour la transition $AP \rightarrow P$, une augmentation progressive de la résistance, suivie d'un saut bien défini, devraient mettre en évidence la compression et le changement de configuration de la paroi, respectivement.

Jusqu'à présent la caractérisation du système a reposée sur le grand nombre de mesures effectuées pour obtenir une statistique fiable. Toutefois, afin de réduire le temps total de caractérisation, les mesures ont été effectuées en utilisant une vitesse de balayage élevée (i.e. 5 Oe/s), ce qui s'est traduit par une réduction de la précision de la mesure. Néanmoins, l'observation de la compression de la paroi et/ou du changement de configuration, prédits par les simulations, va requérir la réalisation des mesures très précises avec de vitesses de balayage en champ adaptées pour mettre en évidence de faibles variations de résistance. De cette façon, les résultats qui seront présentés par la suite ont été obtenus en appliquant le champ magnétique à un rythme de 0,2 Oe/s (avec une constante de temps égale à 1 s).

Considérons le cycle d'hystérésis montré sur la Fig. 4.34a. Dans le cas d'une transition $P \rightarrow AP$ (ligne noire), une paroi de domaines *tail-to-tail* est injectée dans le fil à -46 Oe, et ensuite piégée dans la constriction. On peut remarquer que la résistance associée à ce blocage reste constante (à 56 %) jusqu'à ce que la paroi soit dépiégée à -155 Oe. En revanche, pour une transition $AP \rightarrow P$ (ligne rouge), une paroi *tail-to-tail* est injectée à 62 Oe et ensuite piégée par la constriction. Toutefois, dans ce cas-ci, la résistance associée au piégeage ne reste pas constante à mesure que le champ augmente. En effet, la résistance change doucement d'abord, puis elle varie rapidement avant le dépiégeage à 212 Oe. Les changements de résistance associés à chaque transition peuvent être comparés entre eux en inversant l'une des échelles tel qu'il est illustré sur la Fig. 4.34b. On peut y constater que l'évolution de la résistance de piégeage est différente selon que la transition soit $P \rightarrow AP$ ou $AP \rightarrow P$.

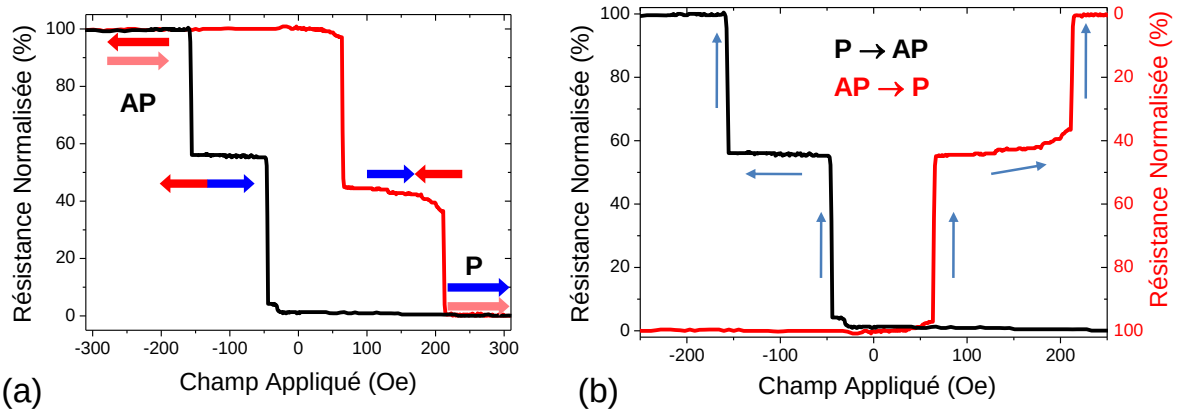


Fig. 4.34. Courbes d'hystérésis montrant l'évolution de la résistance associée au piégeage de la paroi dans la constriction pour les transitions $P \rightarrow AP$ (ligne noire) et $AP \rightarrow P$ (ligne rouge). a) Mesure normal. b) Echelles inversées pour comparer les niveaux de résistance.

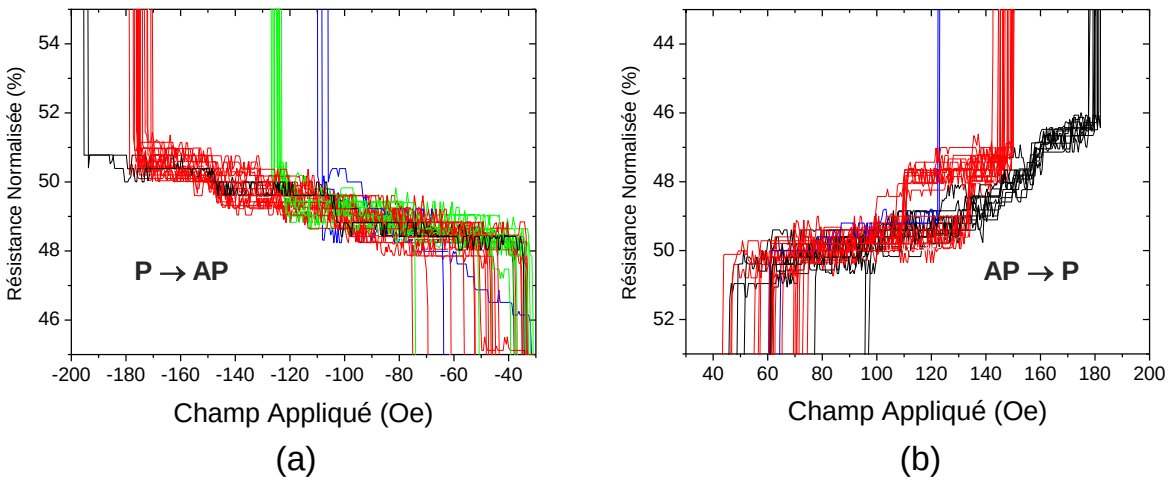


Fig. 4.35. a) Variation de la résistance normalisée associée au piégeage de la paroi montrant l'évolution de la configuration en fonction du champ appliqué pour une transition $P \rightarrow AP$. Les couleurs indiquent les cycles dont le dépiégeage a lieu à de champs similaires. b) Evolution de la configuration pour une transition $AP \rightarrow P$.

La Fig. 4.35 présente l'évolution de la résistance de piégeage pour une série de mesures effectuées sur le même dispositif. On y trouve que pour la transition $P \rightarrow AP$ une augmentation graduelle de la résistance est observée dans chacun des cycles (Fig. 4.35a). De plus, exactement la même évolution de résistance est suivie pour chaque cycle avant le dépiégeage de la paroi, ce dernier ayant lieu à quatre valeurs différentes de champ (indiqués avec une couleur différentes sur la Fig. 4.35a).

En revanche, pour la transition A$P \rightarrow P$, bien qu'initialement les cycles suivent la même évolution, des différences remarquables apparaissent à mesure que le champ augmente (Fig. 4.35b). En effet, on peut y distinguer deux types de comportements. D'une part, une variation continue de la résistance jusqu'au dépiégeage, ceci ayant lieu à deux valeurs du champ distincts (120 Oe et 180 Oe). D'autre part, une variation abrupte de la résistance normalisée (de l'ordre de 2%). Dans ce dernier cas, il est possible de distinguer deux *sauts* qui entrainent une même variation de résistance, mais ayant lieu à de champs différents (110 Oe et 130 Oe). Toutefois, le champ de dépiégeage ne semble pas être influencé par la valeur du champ associée au saut.

De cette façon, les mesures réalisées confirment le comportement trouvé à l'aide des simulations, à savoir une variation continue de la résistance, correspondante à une compression de la paroi pour $P \rightarrow AP$, et d'autre part, une variation régulière suivie d'un saut de résistance, correspondantes à une compression de la paroi suivie d'un changement de configuration pour $AP \rightarrow P$.

E.3.4. Evolution temporelle des dispositifs.

Cela a été observé, après un temps très long de mesure, une augmentation des valeurs de résistance à saturation, ainsi que une modification de l'allure des courbes de magnétorésistance (Fig. 4.36).

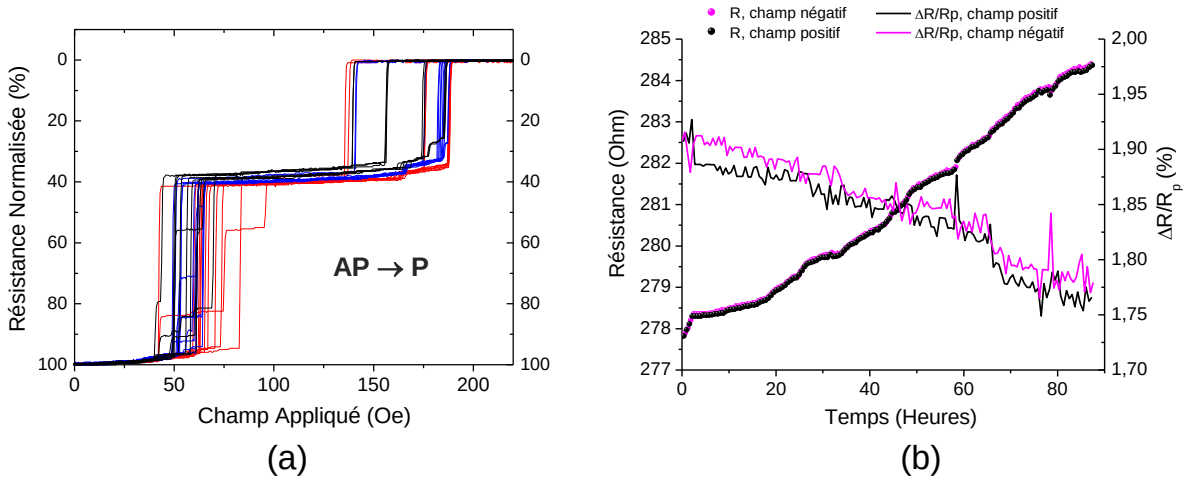


Fig. 4.36. a) Courbes de magnétorésistance montrant l'évolution temporelle de l'un des dispositifs. Les couleurs correspondent à des groupes de cycles effectués dans une même gamme de temps. Une anomalie remarquable est présente pour la transition P →AP. b) Evolution de la résistance de saturation (lignes) et de la GMR en fonction du temps (cercles).

Sur la Fig. 4.36a, nous constatons que les courbes correspondant à des mesures non consécutives (de couleurs différentes), ne se superposent pas et semblent se décaler toujours dans le même sens au fil du temps (surtout pour la transition $AP \rightarrow P$).

D'autre côté, il a été observé que, au cours du temps, les résistances à saturation croissent de manière quasi-linéaire, tandis que la variation de GMR entre les deux états saturés diminue (Fig. 4.36b). Cependant, la diminution du rapport ΔR/R ne peut pas être attribuée à l'augmentation de la résistance à saturation, puisque la variation de résistance ΔR (non représentée ici) est décroissante. Cette diminution de ΔR/R est donc reliée à une évolution du dispositif en lui-même. On peut par exemple penser à des modifications intervenant au niveau de l'interface entre les couches constituant le dispositif.

Ces deux aspects (augmentation de la résistance et modification de l'allure des courbes) traduisent une modification des dispositifs lorsqu'ils sont soumis au passage d'un courant pendant un temps long. Cette dégradation peut être due à des phénomènes d'électromigration induits par le courant dans nos dispositifs, par exemple.

La durée des séries de mesures est donc limitée ; en effet, des mesures effectuées après un long temps de passage du courant ne sont pas comparables aux premières de la série puisqu'un dispositif mesuré pendant un temps très long subit des modifications. Ainsi, il va falloir donc faire un choix : effectuer une étude statistique ou des mesures précises. Dans le premier cas, les mesures sont réalisées en grand nombre, chaque mesure étant rapide mais peu précise, tandis que dans le second, une bonne précision est atteinte, mais sur un nombre de cycles plus faible.

F. Dynamique.

F.1. Fluctuations des champs de dépiégeage: l'activation thermique.

Cela a été montré dans la section précédente que la répartition statistique des champs de dépiégeage présente, généralement, des pics qui peuvent être attribués à l'existence de différentes configurations de paroi. Il faut également noter que ces pics présentent une certaine largeur de l'ordre de 10 Oe. Cette largeur est bien supérieure à notre résolution expérimentale de mesure du champ (0,3 Oe) ou à la précision de détermination du champ par notre traitement automatique. Il y a donc intrinsèquement une fluctuation des champs de dépiégeage même pour un pic donné. De telles fluctuations sont caractéristiques de systèmes contrôlés par un petit nombre d'événements. Ainsi, ces fluctuations pourraient révéler l'influence de l'activation thermique dans le processus de dépiégeage. Dans ce cas, la forme de la distribution serait directement liée à la hauteur de barrière associée. De cette manière, en supposant une évolution de la hauteur de barrière avec le champ de la forme :

$$E(H) = E_0\left(1-\frac{H}{H_c}\right)^{\alpha} \qquad (4.1)$$

et une probabilité de non renversement de la forme :

$$P(t) = e^{-t/\tau} \quad (4.2) \quad , \text{ avec } \quad \tau = \tau_0 e^{E(H)/kT} \qquad (4.3)$$

J. Kurkijärvi [29] a déterminé la moyenne H et la variance σ de la distribution des champs :

$$\overline{H} \approx H_C\left(1-\left(\frac{kT}{E_0}\ln\left(\frac{kT}{E_0}\frac{H_C.\left(1-\frac{H}{H_C}\right)^{1-\alpha}}{\tau_0.\alpha.\nu}\right)\right)^{1/\alpha}\right) \qquad (4.4)$$

$$\sigma \approx H_C\frac{1}{\alpha}\left(\frac{kT}{E_0}\right)\left(\ln\left(\frac{kT}{E_0}\frac{H_C.\left(1-\frac{H}{H_C}\right)^{1-\alpha}}{\tau_0.\alpha.\nu}\right)\right)^{(1-\alpha)/\alpha} \qquad (4.5)$$

où ν est la vitesse de balayage du champ. W. Wernsdorfer et collaborateurs ont montré [30], grâce à des mesures réalisées sur une nanoparticule de cobalt unique, la validité de cette approche, initialement proposée par Néel [31] et Brown [32]. Cette approche a été étendue par A. Garg avec une expression de E(H) plus générale [33].

L'utilisation des formules précédentes pour la détermination des grandeurs intrinsèques E_0, H_C, et α requiert des mesures à différentes températures et sur une large gamme de vitesse de balayage du champ. Il n'a pas été possible de réunir ces conditions durant cette thèse, aussi nous sommes nous intéressés à un aspect différent : les mesures de relaxation.

F.2. Mesures de relaxation.

F.2.1. Principe de la mesure.

Lors des mesures de relaxation, une fois la paroi piégée dans la constriction, on se place à un champ constant proche, mais en deçà, d'un pic de champ de dépiégeage. La résistance est ensuite suivie en fonction du temps pour mesurer le temps de dépiégeage de la paroi et établir ainsi sa statistique. Ainsi, dans le cas d'une simple activation thermique, comme celle évoqué dans le paragraphe précédent, une évolution exponentielle de la probabilité de dépiégeage cumulée est attendue.

F.2.2. Méthode expérimentale.

Chaque mesure est constituée de plusieurs étapes (Fig. 4.37). Un champ de saturation de signe opposé au champ de relaxation est d'abord appliqué. Après retour à champ nul, la résistance de référence de l'échantillon est mesurée. Un champ dit d'injection est ensuite appliqué pendant 2 s afin d'injecter la paroi jusqu'à la constriction. Le champ est à nouveau réduit à zéro et la résistance mesurée. La variation de résistance par rapport à la résistance de référence permet de vérifier la bonne injection de la paroi. Le champ de relaxation est ensuite appliqué et la résistance mesurée toutes les 100 ms. Une variation de 0,5% de la résistance est interprétée comme un dépiégeage de la paroi. La "réalité" du dépiégeage est vérifiée par une dernière mesure de résistance à champ nul. Chaque mesure est limitée à 2 ou 3 minutes afin de ne pas attendre trop longtemps un dépiégeage qui pourrait ne pas se produire. Les mesures se succèdent ainsi en variant le champ de relaxation.

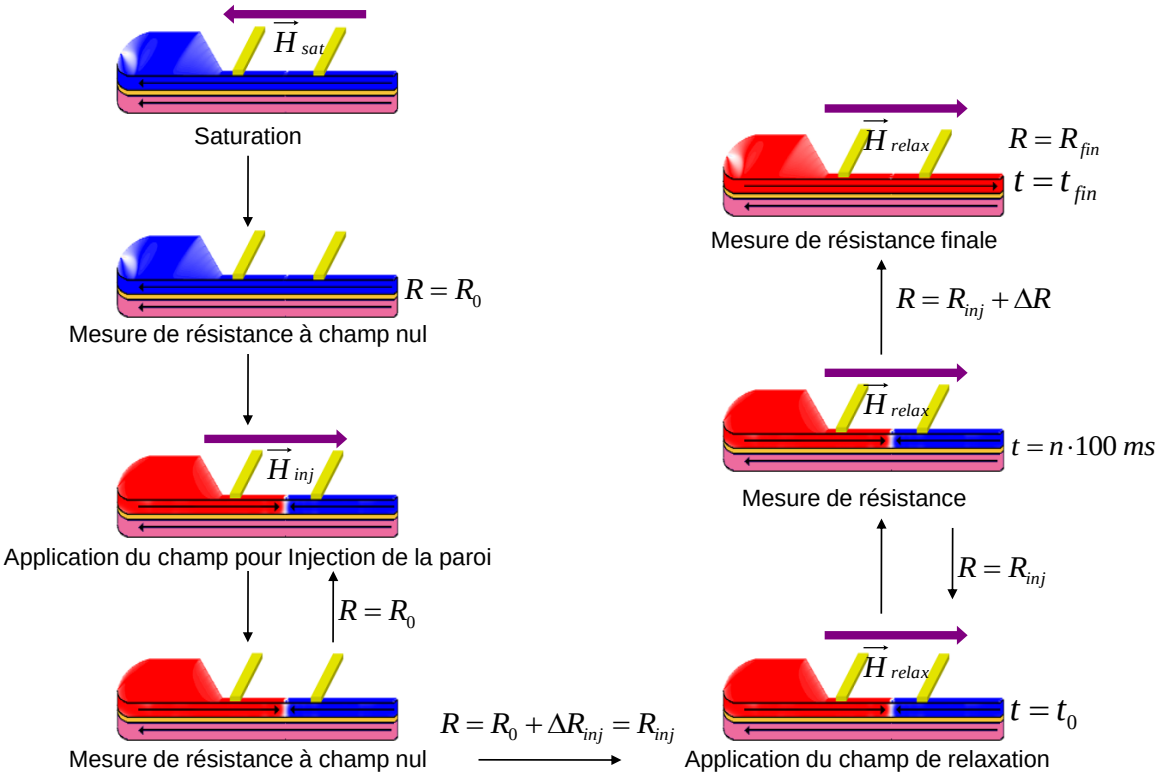


Fig. 4.37. Schéma représentant la méthode utilisée pour mesurer le temps de relaxation.

Les données sont ensuite soigneusement analysées. Seules sont retenues les mesures correspondantes à une injection dans la constriction (vérification par la variation de résistance après injection) et à un dépiégeage confirmé de la paroi (vérification par la variation de résistance après retour en champ nul). Un soin tout particulier doit être aussi porté à la détection d'une éventuelle modification structurale du dispositif (voir paragraphe E.3.4). La probabilité de dépiégeage cumulée est simplement obtenue en comptant le nombre de dépiégeage ayant eu lieu avant un certain temps divisé par le nombre total de mesure (y compris celle n'ayant pas donné lieu à dépiégeage au bout du temps maximum fixé). La gamme des temps de relaxation mesurables est limitée aux temps courts par la vitesse de la mesure de résistance et la vitesse d'application du champ. Comme cela a été évoqué précédemment, les problèmes d'électromigration imposent l'utilisation d'un courant alternatif de faible amplitude (0.1 µA). De plus, la nature mécanique du contact, source de bruit, impose de travailler avec des constantes de temps supérieures à 30 ms. Toutefois, c'est la vitesse d'application du champ qui limite en fait les temps de relaxation mesurables. Ce dernier est de l'ordre de 3 s. Le fait que le champ n'atteigne pas instantanément sa valeur influence évidement les mesures obtenues aux temps courts et revient à sous estimer la probabilité de dépiégeage. On peut supposer que cette influence devient rapidement négligeable.

F.3. Résultats.

Tout comme les répartitions statistiques des champs de dépiégeage, l'évolution des temps de relaxation avec le champ est très variable de dispositif à dispositif. Nous allons présenter par la suite quelques résultats typiques obtenus sur différents dispositifs.

F.3.1. Présence de deux types de parois.

Considérons d'abord le dépiégeage de la paroi dans un dispositif dont la distribution de champ pour la transition AP→P est montrée sur la Fig. 4.38a. La statistique des champs de dépiégeage fait apparaitre deux pics bien définis centrés sur des champs de -154 et -224 Oe. Des mesures de relaxation ont été effectuées pour des champs inférieurs de quelques œrsteds à chacun de ces pics (Fig. 4.38b).

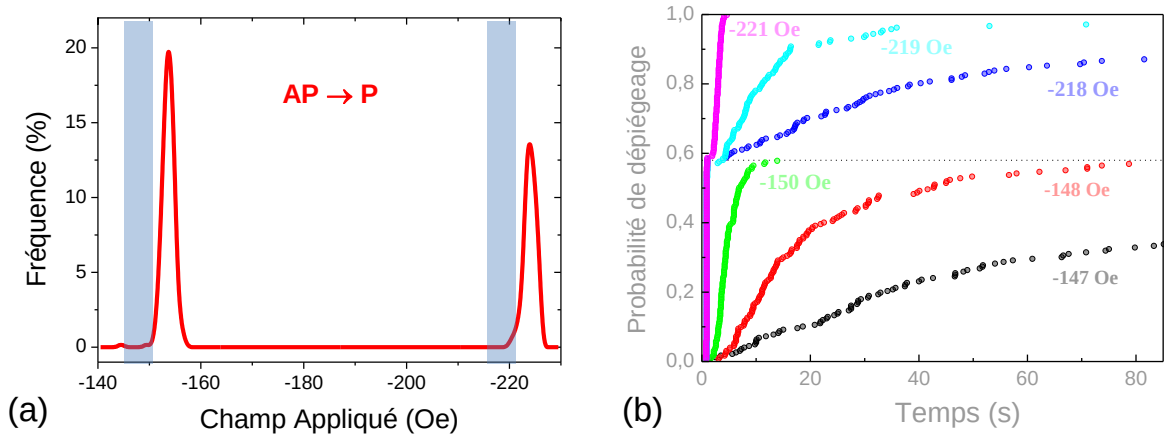


Fig. 4.38. a) Distribution du champ de dépiégeage pour une transition AP→P. b) Probabilité de dépiégeage en fonction du temps obtenue à partir de mesures de relaxation pour des différentes valeurs du champ appliqué.

Il apparait clairement que les probabilités de dépiégeage n'évoluent pas comme de simples exponentielles au cours du temps (Fig. 4.38b). Pour les champs faibles, en deçà du premier pic, l'évolution est bien exponentielle mais semble saturer à une valeur inférieure à 1. Pour les champs forts, on observe une probabilité importante de dépiégeage instantané de la paroi avant d'avoir une croissance exponentielle qui cette fois tend vers 1. Ce comportement s'explique très bien si l'on considère que deux types de paroi peuvent être injectés dans la constriction, ces deux types de paroi étant associés à des champs de dépiégeage bien différents. Ainsi, d'après la statistique en champ, on aurait une probabilité de 59% d'avoir une paroi se dépiégeant à faible champ (type I) et 41% d'avoir une paroi se dépiégeant à champ fort (type II). Au niveau de la dynamique, on retrouve ce phénomène. En effet, à faibles champs, la probabilité de dépiéger une paroi de type II est nulle et l'on observe uniquement la probabilité de dépiéger une paroi de type I, probabilité qui sature alors à 0,59. A forts champs, les parois de type I sont dépiégées instantanément et l'on observe la dynamique associée aux parois de type II. Ces dynamiques indépendantes suivent chacune une loi exponentielle. La probabilité cumulée de dépiégeage est bien reproduite par une somme de deux exponentielles ayant des temps caractéristiques très différents (Fig. 4.38a) :

$$P(t) = 1 - Ae^{-t/\tau_I(H)} - (1-A)e^{-t/\tau_{II}(H)} \qquad (4.6)$$

Le poids relatif des deux exponentielles est la proportion de chaque type de paroi. Ce poids est indépendant du champ (le processus d'injection est identique quelque soit le champ de relaxation). La Fig. 4.39b récapitule les constantes de temps déduites des ajustements à la loi donnée par l'équation 4.6.

Si l'on suppose une loi d'Arrhenius pour la constante de temps, de la forme $\tau(H) = \tau_0 e^{E(H)/k_B T}$, il apparait alors clairement que dans la faible gamme de champ mesurée, l'évolution de la hauteur de barrière avec le champ est exponentielle pour les deux types de paroi. En l'absence d'études à différentes températures, il est délicat d'extraire des donnés quantitatives fiables de ces résultats. On peut cependant déterminer des ordres de grandeurs.

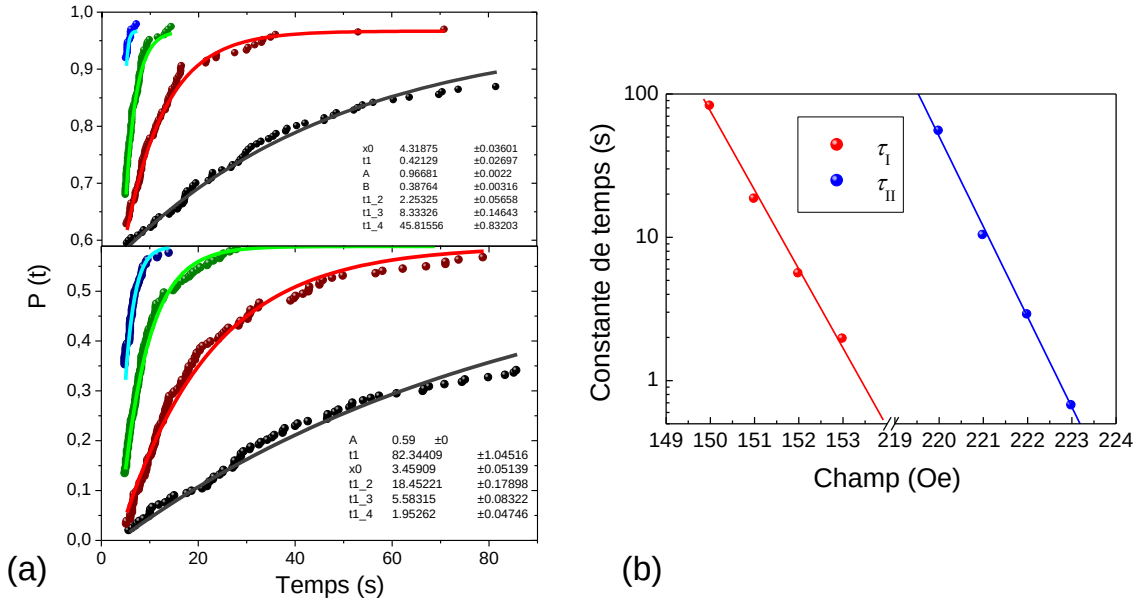


Fig. 4.39. a) Probabilité cumulée de dépiégeage reproduite par une somme de deux exponentielles de temps caractéristiques différents. b) Evolution de la constante de temps en fonction du champ appliqué.

Les pentes des courbes $\ln \tau(H)$ sur la Fig. 4.39b doivent être :

$$\frac{E_0}{k_B T} \frac{1}{H_C} \tag{4.7}$$

En prenant comme approximation pour H_C la valeur la plus probable, on obtient alors des hauteurs de barrières respectives de 5 et 8 eV pour les parois de type I et II à champ nul. Il faut cependant prendre ces résultats avec des pincettes puisque les plages de champs étudiées sont très réduites.

Pour conclure, une fois considéré que deux types de paroi différents étaient injectés dans la constriction, la dynamique de chaque type de paroi a pu être caractérisée. La probabilité cumulée de dépiégeage suit alors une simple loi exponentielle caractéristique de l'activation thermique à travers une barrière d'énergie unique. Ce résultat est particulièrement remarquable puisqu'il montre que la paroi a vraiment des propriétés caractéristiques d'un nano-objet.

F.3.2. Présence de plusieurs types de parois.

Intéressons nous maintenant, pour le même dispositif, au comportement en champs positifs pour la propagation P → AP. Dans ce cas, l'histogramme des champs de dépiégeage est bien plus complexe et ne présente pas moins de cinq pics bien définis et donc potentiellement cinq types de paroi (Fig. 4.40a). En ce qui concerne l'évolution dynamique, la Fig. 4.40b montre que celle-ci est également plus complexe que pour la transition AP → P, présentée précédemment. Si l'on peut y retrouver des phases de dépiégeage "instantané" comme dans précédemment pour les parois de type II, on n'y retrouve pas de façon claire de saturations pouvant permettre de séparer clairement les dynamiques de différents types de parois. L'interprétation est également rendue délicate par le faible nombre d'événements mesurés pour certains champs aux temps longs.

Cet exemple illustre les limites de notre système. Etant donné l'éventail de type de paroi possible, il n'est pas toujours aisé de pouvoir mener une analyse quantitative précise.

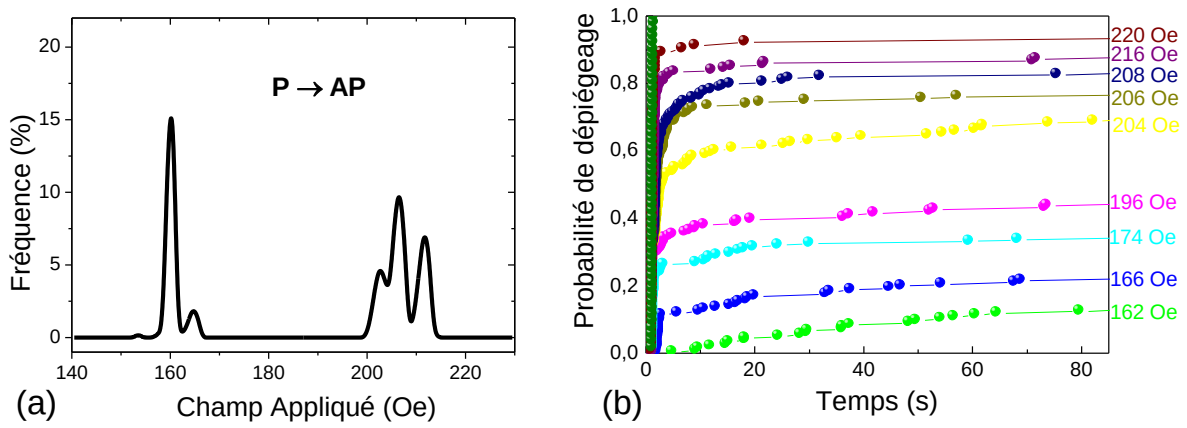


Fig. 4.40. a) Distribution du champ de dépiégeage pour une transition P→AP. b) Probabilité de dépiégeage en fonction du temps obtenue à partir de mesures de relaxation pour des différentes valeurs du champ appliqué.

F.3.3. Présence d'une seule paroi.

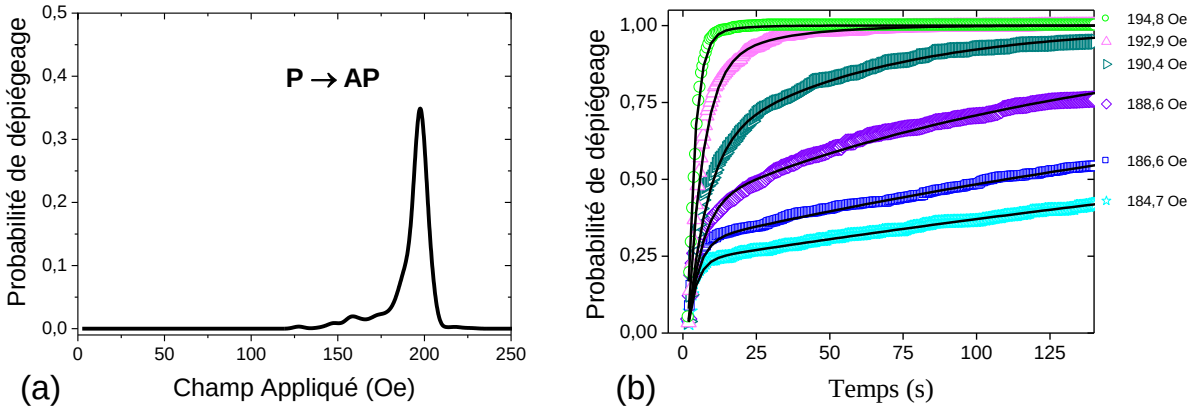


Fig. 4.41. a) Distribution du champ de dépiégeage pour une transition P→AP. b) Probabilité de dépiégeage en fonction du temps obtenue à partir de mesures de relaxation pour des différentes valeurs du champ appliqué.

Intéressons nous enfin à un dernier dispositif présentant un comportement a priori plus simple d'après la Fig. 4.41. En effet, la distribution des champs de dépiégeage de ce dispositif se caractérise par un seul pic principal (Fig. 4.41a). On peut toutefois noter que ce pic présente un élargissement vers les champs négatifs. A l'exception des champs forts, l'évolution en temps de la probabilité de dépiégeage cumulée diffère sensiblement de la simple exponentielle (Fig. 4.41b). On observe une évolution rapide (mais pas instantanée) aux temps courts, suivie d'une évolution plus lente sans saturation. En fait, cette évolution dynamique coïncide parfaitement avec la somme de deux exponentielles de la forme :

$$P(t) = 1-(1-A(H))e^{-t/\tau_1(H)} - A(H)e^{-t/\tau_2(H)} \qquad (4.8).$$

De cette façon, τ_1 correspond à la composante rapide du phénomène, tandis que τ_2 corresponde à la composante la plus lente. La Fig. 4.42 représente les valeurs de la constante de temps obtenues à partir de l'ajustement en fonction du champ. Contrairement au cas où deux types de parois sont présents, le poids relatif des deux exponentielles dépend du champ de relaxation. Ce coefficient n'est donc pas lié à la présence de deux types de parois.

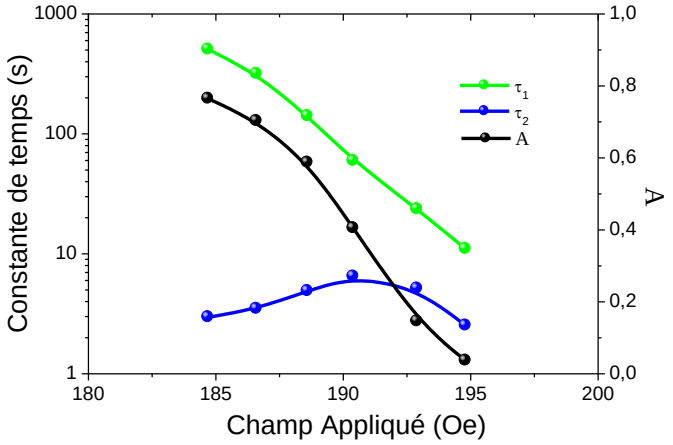


Fig. 4.42. Evolution de la constante de temps (échelle à gauche) et du coefficient A (échelle à droite) en fonction du champ appliqué pour une propagation P→AP de la paroi.

De plus, la statistique relativement simple des champs de dépiégeage suggère que, pour ce dispositif atypique, il existe une seule configuration de paroi possible. Quel sens physique peut-on alors donner à la présence de deux temps caractéristiques du phénomène? Pour répondre à cette question, considérons les hypothèses suivantes :

I. Deux mécanismes de dépiégeage.

On peut imaginer qu'il existe deux mécanismes de dépiégeage possibles de la paroi correspondants à deux barrières de potentiel différentes, associée chacune à un temps caractéristique. Le système pourrait donc évoluer en empruntant l'un ou l'autre des mécanismes. Dans ce cas, la dynamique est simplement donnée par une seule exponentielle dont la constante de temps est l'inverse de la somme des inverses des constantes de temps des différents mécanismes. Ce n'est à l'évidence pas le cas ici.

II. Dépiégeage en deux étapes.

Une autre hypothèse est que le dépiégeage se fasse en deux étapes, c'est-à-dire en passant par un état intermédiaire. Ainsi la paroi, initialement dans un état 1, devrait d'abord transiter par un état 2 (encore piégée) avant d'atteindre l'état 3 (dépiégeage). Le passage de l'état 1 à 2 serait caractérisé par une constante de temps τ_1 et le passage de 2 à 3 par un temps τ_2 (Fig. 4.43).

On peut alors décrire l'évolution temporelle du système par un système d'équations différentielles couplées :

$$\begin{cases} \dfrac{dP_1(t)}{dt} = -\dfrac{1}{\tau_1} P_1(t) \\ \dfrac{dP_2(t)}{dt} = \dfrac{1}{\tau_1} P_1(t) - \dfrac{1}{\tau_2} P_2(t) \\ \dfrac{dP_3(t)}{dt} = -\dfrac{1}{\tau_2} P_2(t) \end{cases} \tag{4.9}$$

où $P_1(t)$, $P_2(t)$, et $P_3(t)$ désignent les probabilités respectives d'être dans les états 1, 2, 3.

Il est aisé de résoudre successivement les équations différentielles (4.9) en prenant comme conditions initiales $P_1(0) = 1$ et $P_2(0) = P_3(0) = 0$. On a alors les équations (4.10) et (4.11).

Fig. 4.43. Schéma représentant le dépiégeage de la paroi en passant par un état intermédiaire.

$$\text{Si } \tau_1 \neq \tau_2 \quad \begin{cases} P_1(t) = e^{-t/\tau_1} \\ P_2(t) = \dfrac{\tau_2}{\tau_2 - \tau_1}(e^{-t/\tau_2} - e^{-t/\tau_1}) \\ P_3(t) = 1 + \dfrac{\tau_1}{\tau_2 - \tau_1} e^{-t/\tau_1} - \dfrac{\tau_2}{\tau_2 - \tau_1} e^{-t/\tau_2} \end{cases} \tag{4.10}$$

$$\text{Si } \tau_1 = \tau_2 = \tau \quad \begin{cases} P_1(t) = e^{-t/\tau} \\ P_2(t) = \dfrac{t}{\tau} e^{-t/\tau} \\ P_3(t) = 1 - (1 + \dfrac{t}{\tau}) e^{-t/\tau} \end{cases} \tag{4.11}$$

Notons qu'il est possible de représenter plus élégamment les équations 4.9 en utilisant le formalisme des processus de Markov à temps continu. Pour cela, un vecteur d'état de la forme $\boldsymbol{P} = (P_1, P_2, P_3)$ est alors utilisé. Ainsi, l'évolution du système peut être formalisée par la matrice de transitions suivante:

$$\frac{dP}{dt} = \begin{pmatrix} -\frac{1}{\tau_1} & 0 & 0 \\ \frac{1}{\tau_1} & -\frac{1}{\tau_2} & 0 \\ 0 & \frac{1}{\tau_2} & 0 \end{pmatrix} P \tag{4.12}$$

avec comme condition initiale $\boldsymbol{P} = (1,0,0)$.

La probabilité de dépiégeage cumulée (P3(t)) a alors l'allure représentée sur la Fig. 4.44. Si l'une des constantes est très différente de l'autre, on retrouve le comportement exponentiel simple du processus "limitant". Si les deux constantes sont proches, on observe alors un point d'inflexion typique de ce processus à deux étapes[d]. Les conclusions sont similaires si plus de deux étapes sont enchainées. La dynamique observée ici ne peut de toute évidence pas être expliquée par un processus en succession d'étapes.

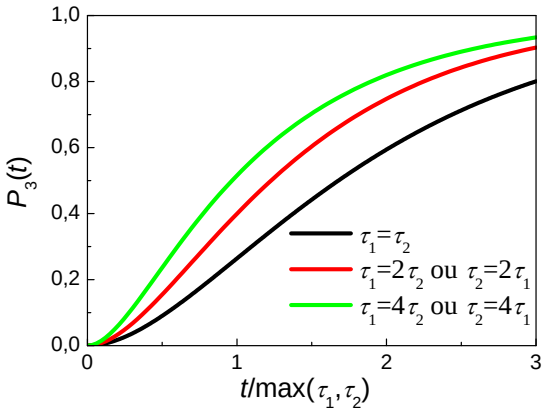


Fig. 4.44. Courbe montrant la probabilité cumulée de dépiégeage en fonction du temps pour des différentes rapports entre les constantes de temps τ_1 et τ_2.

[d] Les coefficients des deux exponentielles sont de signe opposé.

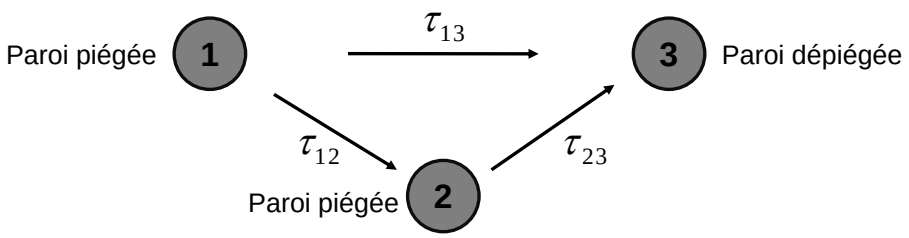


Fig. 4.45. Schéma représentant le dépiégeage de la paroi à travers de deux processus possibles : transition directe et transition par un état intermédiaire.

Attané et coll. [25] ont récemment proposé qu'une telle dynamique puisse être expliquée en considérant un "mixte" des deux hypothèses précédentes. On aurait alors deux processus de dépiégeage possibles : l'un par transition directe, l'autre avec une transition par un état intermédiaire (Fig. 4.45).

Notons que nous ne considérons que les transitions 1→3, 1→2 et 2→3 et pas les transitions "réciproques". La matrice de transition prend alors la forme suivante :

$$\frac{d\boldsymbol{P}}{dt} = \begin{pmatrix} -\frac{1}{\tau_{12}} - \frac{1}{\tau_{13}} & 0 & 0 \\ \frac{1}{\tau_{12}} & -\frac{1}{\tau_{23}} & 0 \\ \frac{1}{\tau_{13}} & \frac{1}{\tau_{23}} & 0 \end{pmatrix} \boldsymbol{P} \qquad (4.13)$$

La première ligne exprime que l'on quitte l'état 1 en passant à l'état 3 ou 2, la seconde que l'on arrive dans l'état 2 en venant de 1 et en partant vers 3 et enfin la troisième que l'on arrive dans l'état 3 en venant de 1 ou 2. On peut encore une fois dans ce cas simple résoudre successivement les trois équations différentielles en prenant les conditions initiales adéquates et obtenir :

$$\begin{cases} P_1(t) = e^{-t(1/\tau_{12}+1/\tau_{13})} \\ P_2(t) = r\left(e^{-t/t_{23}} - e^{-t(1/\tau_{12}+1/\tau_{13})}\right) \\ P_3(t) = 1-(1-r)e^{-t(1/\tau_{12}+1/\tau_{13})} - r.e^{-t/t_{23}} \end{cases} \qquad (4.14) \qquad \text{avec} \qquad r = \frac{1/\tau_{12}}{1/\tau_{12}+1/\tau_{13}-1/\tau_{23}}$$

La Fig. 4.46a reproduit les constantes de temps déduites des ajustements précédents. La Fig. 4.46b présente à titre de comparaison les données d'Attané *et al*, *op. cité.*

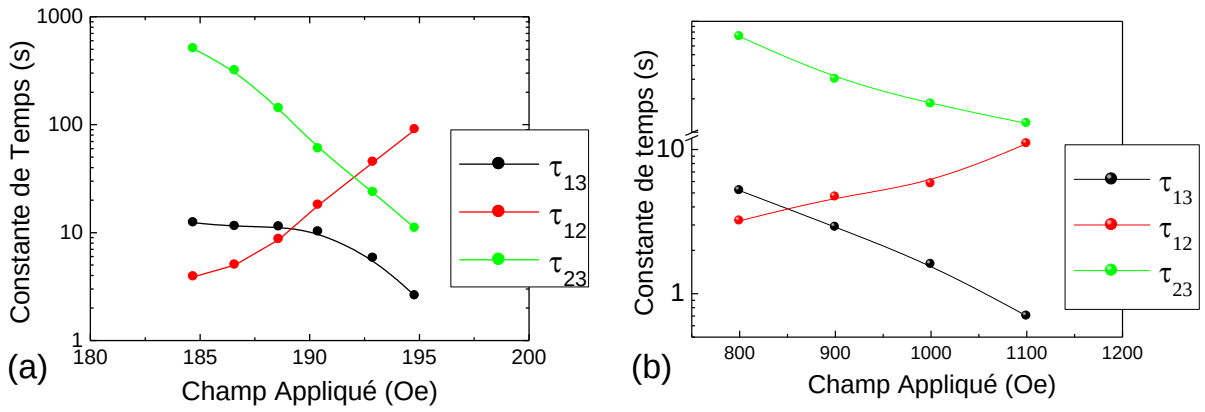


Fig. 4.46. Courbes montrant d'évolutions des constantes de temps en fonction du champ appliqué pour: a) notre système, b) les données obtenues par Attané et col. [25].

On constate que ce modèle permet bien de reproduire nos données expérimentales, mais ce n'est pas surprenant puisqu'il contient trois paramètres libres. A bas champs (jusqu'à 190 Oe), les temps de passage de 1→2 et 1→3 sont comparables (moins d'un ordre de grandeur) et inférieurs à 20 s. Par contre, le temps de passage 2→3 est beaucoup plus long (plus d'une minute). Ce déblocage "lent" de l'état 2 pourrait ainsi expliquer la longue traine observée (Fig. 4.41a). En revanche à forts champs, la probabilité d'atteindre l'état 2 devient très faible. Le dépiégeage se fait alors essentiellement par passage direct 1→3 et on retrouve un comportement proche de l'exponentielle simple.

On peut noter la similarité entre nos données et celle obtenues par Attané et al. On retrouve qualitativement les mêmes évolutions des différents temps caractéristiques. En particulier, on observe dans les deux cas, une diminution de la probabilité de passage de 1→2 lorsque le champ augmente. Une telle diminution est plutôt contre intuitive (elle n'est pas commentée dans l'article d'Attané et al.). Elle pourrait être liée à des phénomènes de résonnances [34] excitées thermiquement qui seraient supprimées par la compression de la paroi. La nature de l'état intermédiaire est également hypothétique. Une analyse des volumes d'activation permet à Attané et al. de suggérer que la taille de l'état intermédiaire est bien inférieure à la largeur de la piste. De façon similaire, dans notre système cet état intermédiaire pourrait être un état de type Vb (on s'intéresse ici à une propagation AP → P). Quoi qu'il en soit l'explication, à ce stade, il parait difficile d'aller vers une analyse plus précise. Si le comportement expérimental est bien reproduit par le modèle de chaine de Markov à trois états, il reste à lui donner une interprétation physique plus solide. Il nous faut toutefois insister sur les similarités entre les deux résultats présentés dans la Fig. 4.46. Quelque soit le modèle proposé, cette similarité révèle une similarité du comportement dynamique de deux système pourtant très différents (aimantation planaire ou perpendiculaire donc type de paroi complètement différent, nature du site de piégeage). On peut donc penser que le comportement observé ici a un caractère général.

G. Conclusion.

Le développement et fabrication d'un dispositif permettant l'étude de la propagation d'une paroi de domaines dans une piste submicronique effectué sur une vanne de spin ont été accomplis grâce à la mise en place de la technique de la lithographie électronique. Les dispositifs fabriqués ont été caractérisés grâce aux mesures de magnéto-transport, ainsi qu'à des observations effectués par microscopie à force atomique-magnétique.

Les mesures statistiques réalisées sur les dispositifs ont mis en évidence la nature complexe des mécanismes d'injection et de dépiégeage de la paroi. L'étude systématique des champs d'injection et de dépiégeage a montré qu'il existence une asymétrie de la propagation de la paroi entre les transitions P $\rightarrow$ AP et AP $\rightarrow$ P. Il a été montré, grâce à une série de simulations micro magnétiques, que cette asymétrie résulte de l'influence du champ dipolaire crée par la couche fixe sur les configurations adoptés par la paroi dans la couche libre.

Des mesures effectuées en utilisant une faible vitesse de balayage confirment le comportement déterminé par des simulations, à savoir une variation continue de la résistance, correspondante à une compression de la paroi pour P $\rightarrow$ AP, et d'autre part, une variation régulière suivie d'un saut de résistance, correspondantes à une compression de la paroi suivie d'un changement de configuration pour AP $\rightarrow$ P.

Des mesures de relaxation de temps, effectués sur plusieurs dispositifs, ont permis d'obtenir la probabilité cumulée de dépiégeage de la paroi à partir de la constriction. Ainsi, une variété de comportements a été mise en évidence. Ainsi, pour un même dispositif, les mesures de relaxation ont mise en évidence la présence de deux types de parois pour une transition AP$\rightarrow$P. En effet, une fois considéré que deux types de paroi différents étaient injectés dans la constriction, la dynamique de chaque type de paroi a pu être caractérisée. La probabilité cumulée de dépiégeage suit alors une simple loi exponentielle caractéristique de l'activation thermique à travers une barrière d'énergie unique. Ce résultat est particulièrement remarquable puisqu'il montre que la paroi a vraiment des propriétés caractéristiques d'un nano-objet. En revanche, pour la transition P$\rightarrow$AP la distribution de champ ainsi que les mesures de relaxation suggèrent la présence de plusieurs types de paroi.

Finalement, des mesures effectuées sur un autre dispositif ont mise en évidence la présence d'un seul type de paroi. Le dépiégeage de cette paroi a été analysée en considérant deux processus de dépiégeage possibles : l'un par transition directe, l'autre avec une transition par un état intermédiaire. Le comportement expérimental a été ainsi bien reproduit par le modèle de chaine de Markov à trois états.

H. Références.

[1] C. C. Faulkner, M. D. Cooke, D. A. Allwood, D. Petit, D. Atkinson, R.P. Cowburn, J. Appl. Phys. 95, 6717 (2004).

[2] A. Himeno, T. Ono, S. Nasu, K. Shigeto, K. Mibu, T. Shinjo. Dynamics of a magnetic domain wall in magnetic wires with an artificial neck. J. Appl. Phys. 93, 8430 (2003).

[3] A. Himeno, S. Kasai, T. Ono. Depinning fields of a magnetic domain wall from asymmetric notches. J. Appl. Phys. 99, 08G304 (2006).

[4] M. Kläui, C.A.F. Vaz, J. Rothman, J.A.C. Bland, W. Wernsdorfer, G. Faini, E. Cambril, Phys. Rev. Lett. 90, 097202 (2003).

[5] M. Kläui, H. Ehrke, U. Rûdiger, T. Kasama, R.E. Dunin-Borkowski, D. Backes, L.J. Heyderman, C.A.F. Vaz, J.A.C. Bland, G. Faini, E. Cambril, W. Wernsdorfer, Appl. Phys. Lett. 87, 102509 (2005).

[6] A. J. Zambano and W. P. Pratt, Jr., Appl. Phys. Lett. 85, 1562 (2004).

[7] D. A. Allwood, Gang Xiong, R. P. Cowburn. Domain wall diodes in ferromagnetic planar nanowires. Appl. Phys. Lett. 85, 2848 (2004).

[8] A. Himeno, T. Okuno, S. Kasai, T. Ono, S. Nasu, K. Mibu, T. Shinjo, J. Appl. Phys. 97, 066101 (2005).

[9] J. Grollier, D. Lacour, V. Cros, A. Hamzic, A. Vaurès, A. Fert, D. Adam, G. Faini, J. Appl. Phys. 92, 4825 (2002).

[10] M. Hayashi, L. Thomas, C. Rettner, R. Moriya, X. Jiang, S.S.P. Parkin, Phys. Rev. Lett. 97, 207205 (2006).

[11] L. Thomas, C. Rettner, M. Hayashi, A. Doran, A. Scholl, Appl. Phys. Lett. 87, 262501 (2005).

[12] Yamaguchi A, Ono T, Nasu S, et al., Phys. Rev. Lett. 92 077205 (2004).

[13] D. Lacour, J.A. Katine, L. Folks, T. Blocks, J.R. Childress, M.J. Carey, B.A. Gurney, Appl. Phys. Lett. 84, 1910 (2004).

[14] S.S.P. Parkin, U.S. Patent No. US 683 400 5 (2004).

[15] D.A. Allwood, G. Xiong and R.P. Cowburn, Appl. Phys. Lett. 89, 102504.

[16] Robert E. Lee. Microfabrication by ion-beam etching. J. Vac. Sci. Technol. 16, 164 (1979).

[17] M. J. Donahue, D. G. Porter. OOMMF User's Guide, Versión 1.0. NISTIR 6376, National Institue of Standards and Technology, Gaithersburg, MD (1999).

[18] Yoshinobu Nakatani, André Thiaville, Jacques Miltat. Faster magnetic walls in rough wires. Nature Mater. 2, 521 (2003).

[19] Masamitsu Hayashi, Luc Thomas, Charles Rettner, Rai Moriya, Stuart S. P. Parkin. Real time observation of the field driven periodic transformation of domain walls in Permalloy nanowires at the Larmor frequency and its first harmonic. Appl. Phys. Lett. 92, 112510 (2008).

[20] R. D. McMichael, M. J. Donahue. Head to head domain wall structures in thin magnetic strips. IEEE Trans. Magn. 33, 4167 (1997).

[21] P. Bruno. Geometrically constrained magnetic wall. Phys. Rev. Lett. 83, 2425 (1999).

[22] M. Kläui, P.-O. Jubert, R. Allenspach, A. Bischof, J. A. C. Bland, G. Faini, U. Rüdiger, C. A. F. Vaz, L. Vila, C. Vouille. Direct observation of domain-wall configurations transformed by spin currents. Phys. Rev. Lett. 95, 026601 (2005).

[23] M. Laufenberg, D. Backes, W. Bührer, D. Bedau, M. Kläui, U. Rüdiger, C. A. F. Vaz, J. A. C. Bland, L. J. Heyderman, F. Nolting, S. Cherifi, A. Locatelli, R. Belkhou, S. Heun, E. Bauer. Observation of thermally activated domain wall transformations. Appl. Phys. Lett. 88, 052507 (2006).

[24] Masamitsu Hayashi, Luc Thomas, Charles Rettner, Rai Moriya, Stuart S. P. Parkin. Direct observation of the coherent precession of magnetic domain walls propagating along permalloy nanowires. Nat. Phys. 3, 21 (2007).

[25] J. P. Attané, D. Ravelosona, A. Marty, Y. Samson, C. Chappert. Thermally activated depinning of a narrow domain wall from a single defect. Phys. Rev. Lett. 96, 147204 (2006).

[26] Thomas Jourdan, Frédéric Lançon, Alain Marty. Pinning of magnetic domain walls to structural defects in thin layers within a Heisenberg-type model. Phys. Rev. B 75, 094422 (2007).

[27] J. N. Chapman, P. R. Aitchison, K. J. Kirk, S. McVitie, J. C. S. Kools, M. F. Gillies. Direct observation of magnetization reversal processes in micron-sized elements of spin-valve material. J. Appl. Phys. 83, 5321 (1998).

[28] M. Hehn, D. Lacour, F. Montaigne, J. Briones, R. Belkhou, S. El Moussaoui, F. Maccherozzi, N. Rougemaille. 360° domain wall generation in the soft layer of magnetic tunnel junctions. Appl. Phys. Lett. 92, 072501 (2008).

[29] Juhani Kurkijärvi. Intrinsec Fluctuations in a Superconducting Ring Closed with a Josephson Junction. Phys. Rev. B 6, 832 (1972).

[30] W. Wernsdorfer, E. Bonet Orozco, K. Hasselbach, A. Benoit, B. Barbara, N. Demoncy, A. Loiseau, H. Pascard, D. Mailly. Experimental Evidence of the Néel-Brown Model of Magnetization Reversal. Phys. Rev. Lett. 78, 1791 (1997).

[31] L. Néel. Ann. Geophys. 5, 99 (1949).

[32] William Fuller Brown, Jr. Thermal Fluctuations of a Single-Domain Particle. Phys. Rev. 130, 1677 (1963).

[33] Anupam Garg. Escape-field distribution for escape from a metastable potential well subject to a steadily increasing bias field. Phys. Rev. B, 51, 15592 (1995).

[34] L. Thomas, M. Hayashi, X. Jiang, R. Moriya, C. Rettner, and S. S. P. Parkin. Oscillatory dependence of current-driven magnetic domain wall motion on current pulse length. Nature 443, 197 (2006).

Chapitre 5

Conclusions et perspectives

Ce travail de thèse est un travail pionnier dans le domaine du micro et nanomagnétisme de petits objets magnétiques au Laboratoire de Physique des Matériaux. En complément de l'acquisition du microscope à force magnétique et du diffractomètre X'Pert PRO MRD**,** il ouvre de nouvelles perspectives de recherche. En effet, les procédures et optimisations mises en place tout au long de mon travail de thèse vont permettre de nouvelles études soit sur des objets identiques à ceux que j'ai pu réaliser durant mon travail mais composés d'autres matériaux, soit sur des nanostructures uniques ou en interaction.

A. Substrats à topologie modulée – contrôle de l'anisotropie

Nous avons montré dans le cadre de ce travail de thèse qu'il est possible de contrôler en intensité et en direction l'anisotropie d'une couche magnétique unique par préstructuration d'un substrat de Si. La voie est maintenant ouverte à l'utilisation de cet effet dans des structures plus complexes.

A.1. Utilisation dans des dispositifs à électronique de spin.

Tout comme cela a été fait dans le cas des substrats à accumulations de marche, la prochaine étape consiste à utiliser cette anisotropie induite pour la réalisation de couche sensible de capteur de champ magnétique ou de dispositif à électronique de spin. Cette intégration a été réalisée avec succès pour les substrats à accumulation de marche dans le cas de vannes de spin [1] ou dans le cas de jonctions tunnel [2] comme le démontre la photo TEM de la Fig. 5.1.

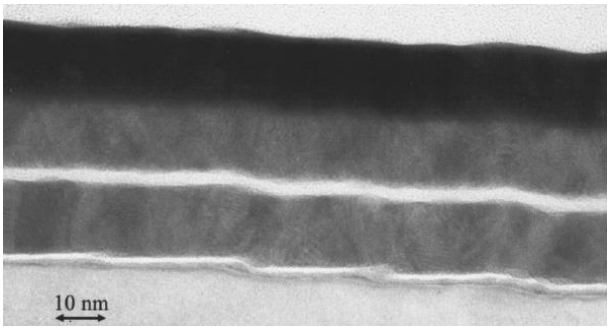


Fig. 5.1. Cliché de microscopie électronique en section transverse pour une jonction tunnel Co/Al2O3 /FeNi/Au déposée sur un substrat à topologie modulée. La modulation du substrat de Si se transmet dans la couche de FeNi [2].

A.2. Poursuite de la réalisation de capteur à effet Hall 2D.

Les premières mesures réalisées sur le capteur à effet Hall sont très encourageantes. La démonstration de la mesure dans une direction de l'espace a été faite. Les mesures en rotation sont planifiées dans les semaines à venir.

A.3. Vers les anisotropies d'ordre supérieur.

Nous avons montré qu'il est possible de contrôler en intensité et en direction un axe d'anisotropie d'ordre 2 dans une couche magnétique unique par préstructuration d'un substrat de Si.

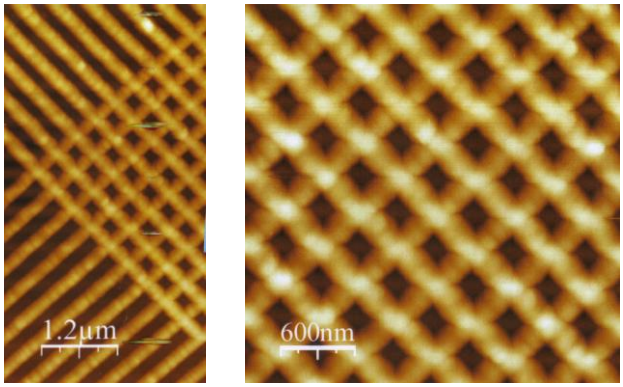


Fig. 5.2. Réalisation de deux réseaux de lignes gravées dans le substrat de Si, à 90° l'un de l'autre.

La voie est maintenant ouverte vers la stabilisation d'axes d'anisotropie d'ordre supérieur, ordre 4, ordre 6 ou ordre impair. Dans la Fig. 5.2s, nous démontrons que la gravure de deux réseaux de lignes à 90° est possible. Pour obtenir de tels réseaux, l'optimisation des doses est nécessaire pour ne pas avoir de zones de surexposition. Des études magnétiques et notamment des études en rotation permettront de valider la présence de ces axes d'ordre supérieur.

Etant donné que nous avons un contrôle spatial de la disposition des axes d'anisotropie, il devient possible de stabiliser des domaines sous forme de ripples de longueurs caractéristiques contrôlées. Ces structures proviennent du fait que, dans un film polycristallin, les axes d'anisotropie sont distribués dans toutes les directions de l'espace. Ici, nous pourrons obtenir une répartition bidimentionnelle, dans le plan de la couche.

B. Contrôle de parois de domaines dans des nanofils.

B.1. Mesure en température.

Nos travaux sur le piégeage et le dépiégeage de parois dans une piste submicronique ont permis de mettre en évidence l'influence de la couche dure sur le "potentiel" de piégeage. Les dernières mesures en température montrent que les statistiques n'obéissent pas à une loi d'activation simple. La détermination conjointe des statistiques des champs et des courants de dépiégeage apportera un nouvel éclairage sur les types de parois piégées.

A l'heure actuelle, les mesures ont été réalisées à température ambiante. La mise en place d'un nouveau cryostat va nous permettre de réaliser des mesures de relaxation en fonction de la température pour des températures comprises entre 10K et 400K. La loi d'activation pourra ainsi être étudiée en fonction de la température pour une mesure précise de la ou des barrières de potentiel.

B.2. Aimantation perpendiculaire.

Au laboratoire de Physique des Matériaux, l'ensemble des moyens de croissance permet la réalisation de divers matériaux à aimantation perpendiculaire. Un travail a déjà été fait dans cette géométrie par Attané et coll., cependant d'autres matériaux peuvent être utilisés et sont intéressants : matériaux à aimantation réduite (voir paragraphe suivant), matériaux épitaxiés comme les multicouches (Co/Ni) épiaxtiées réalisées récemment dans le stage de Master2 par S. Girod, F. Bonell et S. Andrieu.

B.3. Matériaux à aimantation réduite.

L'utilisation de matériaux ferrimagnétiques compensés est également une voie prometteuse. En effet, ces matériaux combinent une polarisation en spin des porteurs et une aimantation nulle. Dans ces conditions, les courants nécessaires au déplacement des parois pourraient être considérablement réduits (cet effet est par exemple observé dans les semi-conducteurs magnétique de type GaMnAs).

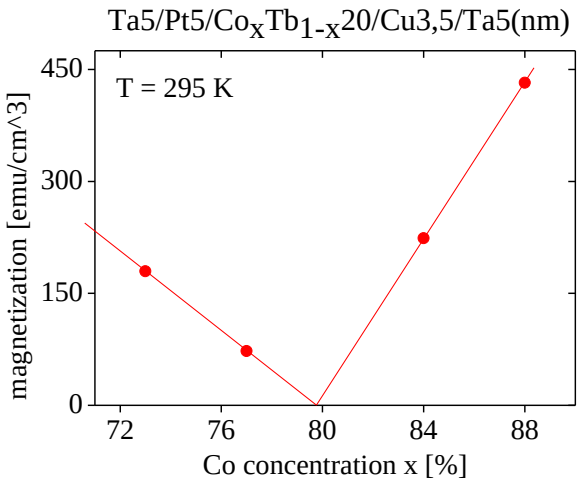


Fig. 5.3. Aimantation à saturation pour des alliages CoTb à aimantation perpendiculaire en fonction de la concentration de Co.

Notre expérience dans l'élaboration des alliages GdFe nous permet d'utiliser des matériaux ayant des températures de compensation entre 10 K et l'ambiante. De nouveaux développements ont également été menés pour obtenir des alliages TbCo à aimantation perpendiculaire. La Fig. 5.3 nous montre que la compensation a également été observée pour des échantillons.

B.4. Transfert de spin

Que ce soit dans une géométrie planaire ou perpendiculaire, il va de soit que l'étape ultime est l'étude des mécanismes de transfert de spin pour le dépiégeage des parois de domaines sur les constrictions.

Cette étude a démarré sur les échantillons à aimantation planaire. Cependant, sous l'action d'un fort courant nécessaire à la manifestation du phénomène de transfert de spin, le dispositif évolue. C'est à dire que les statistiques de piégeage et de dépiégeage en champ évoluent dans le temps. Cela implique certainement que la forme de la constriction évolue dans le temps. Cette évolution peut être induite par un phénomène d'électromigration qui est notamment utilisé pour la réalisation de nanogaps. Un effort doit être porté à la stabilité de la forme de la constriction pour tirer des paramètres pertinents de ces mesures sous fort courant.

C. Nanostructures magnétiques.

La lithographie électronique et les moyens à mettre en œuvre pour la réalisation de nanostructures magnétiques ont déjà été utilisés pour diverses études au cours de mon travail de thèse.

C.1. Configuration d'aimantation dans des nanostructures individuelles.

Les propriétés magnétiques locales de micro ou nano objets ont été largement étudiées dans des structures composées d'une seule couche ferromagnétique. Or la majorité des applications émergeantes du domaine de l'électronique de spin comprennent au moins deux couches ferromagnétiques. Ces dernières sont séparées par un "espaceur" ultramince ; il évite un couplage par échange direct des aimantions des couches actives. Cependant, au sein de ces structures, d'autres types de couplages magnétiques peuvent exister parmi lesquels, le couplage par champ dipolaire. Dans le cas de couches à aimantations planaires, celui-ci voit son importance croître lorsque au moins une des dimensions latérales de la structure devient comparable à la longueur d'échange caractéristique du matériau.

La haute résolution ainsi que la sélectivité chimique de la microscopie de photo-électrons X a permis d'étudier la configuration micromagnétique à rémanence de jonctions tunnel magnétiques. Nous avons mis en évidence la forte influence du couplage par champ dipolaire qui prend place entre la couche douce de NiFe et la couche dure de Co composant nos Jonctions Tunnel Magnétiques (JTM.) Après la réalisation du dépôt de films minces par pulvérisation cathodique, les jonctions tunnels ont été taillées en ellipses (1x3 µm2) par lithographie électronique. La Fig. 5.4 montre des images de microscopie de photo-électrons X obtenues au seuil d'absorption du Co (a) et au seuil d'absorption du Ni (b).

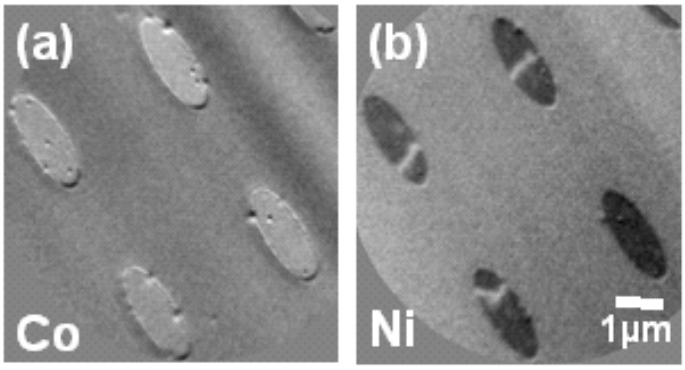
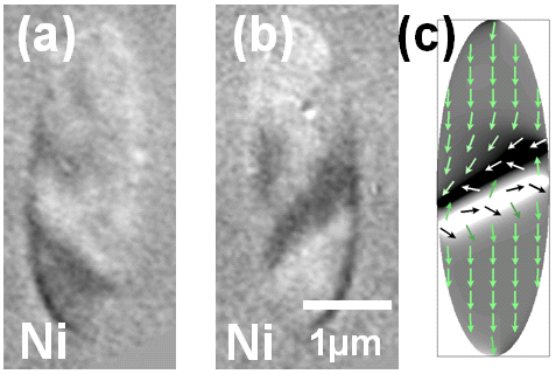


Fig. 5.4. Jonctions tunnel Co/Al203/NiFe sous forme d'ellipses. Image de microscopie de photo-électrons X obtenues au seuil d'absorption du Co (a) et au seuil d'absorption du Ni (b).

Dans la géométrie de mesure utilisée, les contrastes mesurés sont directement liés à la projection de l'aimantation sur le grand axe des ellipses. Tout d'abord, on remarque que le couplage par champ dipolaire entraîne un alignement antiparallèle des aimantations à rémanence. De plus, si l'aimantation de l'électrode de cobalt est toujours homogène, cela n'est pas le cas en ce qui concerne l'aimantation de la couche de NiFe. En effet, trois des ellipses observées présentent une configuration magnétique non homogène. En changeant de géométrie de mesure, il est possible d'observer directement la projection de l'aimantation sur le petit axe des ellipses. Les parties (a) et (b) de la figure suivante montre deux images enregistrées dans cette géométrie. L'association des images mesurées dans chacune des géométries de mesure permet d'identifier sans ambiguïté la nature de la paroi de domaines présente : c'est une paroi de domaines à 360°. La chiralité des parois observées peut également se déduire de ce type de mesure. Le fait que les contrastes présents au sein des ellipses soient inversés montre que les deux chiralités possibles pour une paroi de domaines à 360° sont observées.



Afin de mieux comprendre le comportement micromagnétique de notre système, nous avons effectué des simulations basées sur le code Oommf 3D. Ces dernières prévoient la présence systématique d'une paroi de domaines à 360°. Elles prédisent également l'existence d'une seule chiralité. La dynamique de formation d'une telle paroi sera discutée. La présence et la chiralité de la paroi sont directement liées à la direction de rotation de l'aimantation de la couche de NiFe à l'extrémité des ellipses. La partie (c) de la dernière figure expose la configuration micromagnétique de l'aimantation de la couche de NiFe simulée en prenant en compte les deux électrodes ferromagnétiques composant les jonctions tunnel.

Or, les expériences que nous avons effectuées montrent que la présence d'une paroi de domaines n'est pas systématique. De plus, les deux chiralités possibles ont été observées. Ils existent donc un désaccord flagrant entre simulations et expériences. Sur la base d'une étude statistique de la configuration magnétique d'un grand nombre d'ellipse, nous avons montré que la présence ainsi que de la chiralité des parois de domaines est gouvernée par des fluctuations locales d'anisotropie aux extrémités des ellipses. La compréhension ainsi que le contrôle de la nucléation/propagation de ces parois sont essentiels à l'interprétation de mesures de magnéto-transport effectuées sur ce type d'objet.

C.2. Configuration d'aimantation dans des nanostructures en interaction.

Il a été récemment montré que des éléments ferromagnétiques de dimensions sub-microniques pouvaient constituer un modèle de spin sur réseau. Des systèmes frustrés peuvent être ainsi créés du fait des interactions dipolaires entre éléments et de la géométrie du réseau. L'utilisation de la lithographie électronique permet de faire varier à l'envie les géométries et également d'introduire de manière contrôlée des défauts dans le réseau. Ce sujet fait l'objet d'une collaboration avec R. Belkhou et S. El Moussaoui de Soleil afin d'étudier en imagerie XMCD ces structures (Fig. 5.5).

Un des enjeux est de pouvoir amener le système dans un de ses nombreux états fondamentaux afin de simuler une trempe. Ce point est loin d'être trivial et les processus de désaimantation de tels systèmes s'avèrent très complexes, donc intéressants. Des premiers tests ont permis de déterminer les conditions optimales de fabrication et d'imagerie de ces réseaux. Notons que les mesures effectuées en MFM (méthode utilisée dans les quelques articles traitant de ce sujet) indiquent une grande sensibilité de ce type de structure aux effets de pointe.

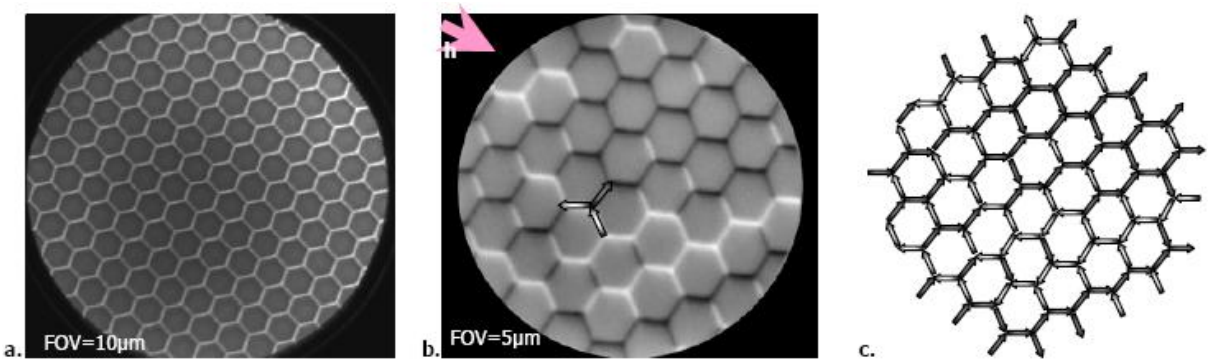


Fig. 5.5. (a) : Caractérisation structurale d'un réseau de type Kagome en microscopie d'électrons de faible énergie (LEEM). La longueur des éléments de cobalt est de 400 nm. (b) : Imagerie magnétique du même réseau. Les contrastes magnétiques permettent de préciser sans ambigüité la direction de l'aimantation dans chaque élément (c).

Références.

[1] Encinas, A., Nguyen Van Dau, F., Schuhl, A., Montaigne, F., Suissiau, M., Galtier, P., Journal of Magnetism and Magnetic Materials 198, 15 (1999).

[2] F. Montaigne, P. Gogol, J. Briatico, J. L. Maurice, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, A. Fert, A. Schuhl. Magnetoresistive tunnel junctions deposited on laterally modulated substrates. Appl. Phys. Lett. 76, 3286 (2000).

Anisotropie magnétique induite par modulation de surface et étude de la propagation de parois de domaines dans des nanostructures magnétiques

Résumé

Une étude de l'induction d'une anisotropie magnétique d'origine magnétostatique dans une couche mince magnétique ($Ni_{81}Fe_{19}$) à topologie modulée a été effectuée grâce aux observations réalisées à l'aide de mesures de magnéto-transport (AMR). La modulation à l'échelle nanométrique est obtenue avec une nouvelle approche basée sur la lithographie électronique. La présence d'une anisotropie uniaxiale orientée parallèlement à la modulation a été mise en évidence. Ce denier a permis la définition de deux axes orthogonaux d'anisotropie dans un même substrat et l'exploration de la faisabilité d'un capteur de champ magnétique bidimensionnel. Une géométrie de capteur à Effet Hall Planaire est proposée.

Le développement et la fabrication d'un dispositif permettant l'étude de la propagation d'une paroi de domaines dans une piste submicronique effectué sur une vanne de spin ont été accomplis. Dans ces dispositifs, la position de la paroi est déterminée par la mesure de la magnétorésistance géante (GMR). L'étude systématique des champs d'injection et de dépiégeage a montré l'existence une asymétrie de la propagation de la paroi entre les transitions P $\rightarrow$ AP et AP $\rightarrow$ P. Il a été montré, grâce à une série de simulations micro magnétiques, que cette asymétrie résulte de l'influence du champ dipolaire créé par la couche fixe sur les configurations adoptées par la paroi dans la couche libre. Des mesures de relaxation de temps ont permis d'obtenir la probabilité cumulée de dépiégeage de la paroi à partir de la constriction. Une variété de comportements a été ainsi mise en évidence.

Mots clés: anisotropie magnétique uniaxiale, couches minces, paroi de domaines magnétiques, fil magnétique, magnéto-transport, nano-structuration, lithographie électronique.

Magnetic anisotropy induced by surface modulation and study of the propagation of domain walls in magnetic nanostructures.

Abstract

A study on the induction of a magnetic anisotropy of magnetostatic origin in a magnetic thin layer ($Ni_{81}Fe_{19}$) having a modulated topology was carried out by performing magneto-transport measurements (AMR). Modulation in the nanometric scale is obtained with a new approach based on the electronic lithography. The presence of a uniaxial anisotropy along the modulation was highlighted. This latter allowed the definition of two orthogonal axes of anisotropy in the same substrate and the exploration of the feasibility of a 2D dimensional magnetic sensor. A sensor geometry based on the Planar Hall effect is proposed.

The development and the fabrication of a device allowing studying the domain wall propagation in a sub-micronic wire based on a spin-valve element have been accomplished. In such devices the domain wall position is determined by probing the Giant Magneto-Resistance (GMR). The systematic study of the injection and depinning fields showed the existence of an asymmetry in the propagation of the wall between the transitions P $\rightarrow$ AP and AP $\rightarrow$ P. It was shown, thanks to a series of magnetic micro simulations, that this asymmetry results from the influence of the dipolar field created by the fixed layer on the configurations adopted by the wall in the free layer. Relaxation time measurements made it possible to obtain the cumulated probability for the depinning of the domain wall from the constriction. A variety of behaviors was thus highlighted.

Keywords: Uniaxial magnetic anisotropy, thin films, magnetic domain wall, magnetic wire, magneto-transport measurements, nano-structuration, e-beam lithography.