

Université de Limoges

ECOLE DOCTORALE Science – Technologie – Santé

FACULTE des SCIENCES ET TECHNIQUES

XLIM - Département MINACOM

Thèse N° [00-2006]

Thèse

pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Limoges

Discipline : Electronique des Hautes Fréquences et Optoélectronique

Spécialité : "Communications Optiques et Microondes"

**présentée et soutenue par**

*Sandrine COUDERC*

le 8 Février 2006

**Etude de matériaux ferromagnétiques doux à forte aimantation  
et à résistivité élevée pour les radio-fréquences**

**Applications aux inductances spirales planaires sur silicium  
pour réduire la surface occupée**

*Thèse dirigée par Dominique CROS et Bernard VIALA*

JURY :

<b>Pierre SAGUET</b>	<b>Professeur à l'INPG Grenoble, ENSERG</b>	<b>Président</b>
<b>Olivier ACHER</b>	<b>Directeur de Recherche du CEA, HDR</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>Adrian IONESCU</b>	<b>Professeur Associé à l'EPFL Lausanne, Suisse, HDR</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>Pascal ANCEY</b>	Docteur Ingénieur à ST Microelectronics, Crolles	Examineur
<b>Dominique CROS</b>	Professeur à l'Université de Limoges, XLIM-UMR 6172 – Département MINACOM	Examineur
<b>Bernard VIALA</b>	Ingénieur de Recherche du CEA, Grenoble	Examineur
<b>Xavier GAGNARD</b>	Docteur Ingénieur à ST Microelectronics, Crolles	Invité
<b>Michel AUBOURG</b>	Chargé de Recherches au CNRS, XLIM – UMR 6172, Département MINACOM	Invité

Thèse préparée au sein du Laboratoire Composants Micro Systèmes CEA / Leti.



*A ma famille  
A Thierry  
A mes Loutes,  
A Alex, Ben et Sam*



## Remerciements

Ces trois années de thèse resteront pour moi une expérience marquante. Principalement parce qu'elles représentent mes premiers pas dans le monde de la recherche, avec toutes les expériences nouvelles et les changements de vie que cela implique.

Le travail, présenté dans ce mémoire, a été réalisé au sein du **Laboratoire des Composants Microsystèmes** (LCMS) du Département Intégration Hétérogène sur Silicium (DIHS) du **CEA-Leti** dans le cadre d'une convention cifre **STMicroelectronics** en collaboration avec l'**IRCOM** (Institut de Recherche en Communications Optiques et Microondes).

Je tiens à remercier ici les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la concrétisation de ce travail de thèse de doctorat.

Je souhaiterais dans un premier temps adresser ma profonde reconnaissance à mon responsable de thèse **Monsieur Bernard Viala**, Ingénieur de Recherche au CEA-Leti, pour m'avoir proposé ce sujet de recherche, pour son dynamisme, son encadrement au quotidien, ses compétences scientifiques et ses qualités pédagogiques qui m'ont permis de mener à bien cette étude.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à **Monsieur Pascal Ancy**, Docteur Ingénieur à ST Microelectronics, pour ses nombreux conseils, son soutien constant tout au long de ma thèse ainsi que pour la confiance qu'il a bien voulu m'accorder.

Je tiens également à remercier sincèrement mon directeur de thèse **Monsieur Dominique Cros**, Professeur à l'Université de Limoges, ainsi que l'**IRCOM** pour avoir financé une partie de ma conférence au Japon.

Je remercie tout particulièrement **Monsieur Adrian Ionescu**, Professeur Associé à l'EPFL, ainsi que **Monsieur Olivier Acher**, Directeur de Recherche au CEA Le Ripault, qui ont accepté de juger ce travail et d'en être les rapporteurs.

Je remercie **Monsieur Pierre Saguet** qui m'a fait l'honneur de présider cette commission d'examen.

Je tiens également à remercier **Monsieur Xavier Gagnard**, Docteur Ingénieur à ST Microelectronics et **Monsieur Michel Aubourg**, Chargé de Recherches au CNRS, d'avoir accepté de participer au jury de cette thèse.

Je dois cependant ajouter que la rédaction de chacune des pages de cette thèse n'a pu être possible que grâce à la contribution de tous ceux qui, à leur manière, à un moment ou à un autre, m'ont aidée ou tout simplement ont accepté de prendre un peu de temps pour converser avec moi. J'espère n'oublier personne dans la liste qui suit.

Je tiens dans un premier temps à adresser un grand merci à **Anne-Sophie Royet** pour la réalisation de tous les tests électriques sur les dispositifs ainsi que pour toutes les simulations obtenues sur HFSS. Son travail constitue une partie très importante de ma thèse et je la remercie encore pour son aide, ses conseils et son soutien.

J'adresse un remerciement spécial à toutes les personnes d'Upsys qui ont énormément contribué à la concrétisation de ce projet : **Jérôme, Claude, Jean-Louis**, ... pour toutes les actions de maintenance menées sur le bâti de pulvérisation cathodique et pour leur sympathie.

Je tiens à remercier **Denis Pellissier, Alain Persico** et **Brigitte Desloges** pour la réalisation des différentes étapes technologiques des dispositifs.

Toute ma reconnaissance ira à **Monsieur Roland Pantel** pour les nombreuses caractérisations microstructurales réalisées à STMicroelectronics sur mes échantillons ainsi que pour son aide dans l'interprétation des résultats et je remercie aussi **Messieurs Guy Roland** et **François Pierre** pour les analyses physiques complémentaires.

Je souhaiterais remercier les membres du **Laboratoire des Matériaux Magnétiques et Hyperfréquences du Département Matériaux du CEA le Ripault** pour les mesures des spectres de perméabilité en température des différents films magnétiques élaborés pendant ma thèse, ainsi que les membres du **Département de Métallurgie et d'Ingénierie des Matériaux de l'Université d'Alabama** (Etats-Unis) pour les mesures de magnétostriction réalisées sur mes échantillons.

Je remercie **Monsieur Lucian Prejbeanu** pour les mesures à basses températures réalisées à Spintec sur mes matériaux.

Je remercie également **Messieurs Emmanuel Defay** et **Serge Blonkowski** pour leur aide précieuse lors des caractérisations diélectriques des matériaux et dans l'interprétation des résultats.

Je remercie **Monsieur Guillaume Bouche**, pour ses encouragements et pour les quelques discussions que nous avons eues en début de thèse.

De même, je remercie mes collègues thésards, **Yann, Bastien, Jean-Philippe, Thomas**, ... qui m'ont aidée à répondre à un certain nombre de questions pratiques, techniques, ou scientifiques que je me suis posée, mais aussi pour leur soutien.

Je ne terminerai pas mes remerciements sans avoir une pensée sympathique pour tous les chercheurs, enseignants et membres du personnel du CEA-Leti principalement les ex-LCMI, les gens de LCMS, de LCRF et du DCIS, qui savent si bien rendre agréable le cadre de travail. J'exprime ma profonde sympathie à **Marcel Audoin, Hélène Joisten, Rachid Hida, Line Vieux-Rochaz**.

Je clos enfin ces remerciements en dédiant cette thèse de doctorat à mes parents, Thierry, mes Loutes et mes amis : Alex, Ben, Sam, Emile, Anna, July, Dany que j'ai eus la chance d'avoir à mes côtés, qui m'ont soutenue tout au long de ces années et qui continuent à être présents aujourd'hui. Mille mercis pour tous les bons moments passés ensemble : soirées mythiques au Loco (merci Xavier pour ton bar et les cucarachas), fiestas à la « Maison du Bonheur », week-ends à Lausanne (merci Gourou), Lisboa, London, ..., et pour tous ceux qui restent à venir.

# Sommaire

<b>Introduction</b> .....	1
<b>Contexte</b> .....	3
1 Les enjeux de la téléphonie mobile .....	4
2 Etat de l'art des inductance intégrées pour les applications RF .....	12
3 Conclusion .....	30
Références .....	31
<b>Chapitre 1 : Notions de magnétisme et état de l'art des inductances ferromagnétiques</b> .....	<b>35</b>
1 Rappels de magnétisme .....	36
2 Les inductances ferromagnétiques .....	68
3 Stratégie de développement .....	84
Références .....	87
<b>Chapitre 2 : Films nanocristallins FeXN à forte aimantation avec X = Ta ou Hf</b> .....	<b>91</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>93</b>
1 Généralités sur les films FeXN .....	94
2 Conditions d'élaboration des films FeTaN et FeHfN et propriétés associées .....	98
3 Conditions particulières d'élaboration et propriétés .....	122
4 Stabilité thermique et tenue à la température des films .....	133
5 Analyse microstructurale détaillée par TEM .....	145
6 Conclusion .....	162
Références .....	164
<b>Chapitre 3 : Développement de matériaux fortement résistifs à base de FeX</b> .....	<b>169</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>171</b>
1 Etat de l'art sur les films de FeXO .....	171
2 Conditions d'élaboration des films FeHfO et FeHfNO et propriétés associées . ...	175
3 Influence de la température .....	196
4 Mesure de la permittivité .....	203

---

<b>5</b>	<b>Analyses microstructurales détaillées par TEM .....</b>	<b>205</b>	
<b>6</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>217</b>	
	<b>Références .....</b>	<b>219</b>	
<b>Chapitre 4 : Intégration de matériaux magnétiques à forte aimantation FeHfN dans des architectures inductrices RF.....</b>			<b>221</b>
	<b>Introduction .....</b>	<b>222</b>	
<b>1</b>	<b>Optimisation du matériau pour l'intégration .....</b>	<b>223</b>	
<b>2</b>	<b>Conception des inductances.....</b>	<b>230</b>	
<b>3</b>	<b>Tests RF : résultats et interprétations .....</b>	<b>242</b>	
<b>4</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>265</b>	
	<b>Références .....</b>	<b>267</b>	
<b>Chapitre 5 : Simulations d'inductances ferromagnétiques avec FeHfN et FeHfNO .....</b>			<b>269</b>
	<b>Introduction .....</b>	<b>270</b>	
<b>1</b>	<b>Logiciels de simulation électromagnétique.....</b>	<b>271</b>	
<b>2</b>	<b>Simulations réalisées avec le FeHfN optimisé.....</b>	<b>274</b>	
<b>3</b>	<b>Simulations utilisant la version granulaire FeHfNO .....</b>	<b>292</b>	
<b>4</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>297</b>	
	<b>Références .....</b>	<b>298</b>	
	<b>Conclusion générale .....</b>	<b>299</b>	
	<b>Annexes .....</b>	<b>303</b>	
	<b>Annexe 1 : Systèmes d'unités .....</b>	<b>305</b>	
	<b>Annexe 2 : Techniques d'élaboration .....</b>	<b>306</b>	
	<b>Annexe 3 : Méthodes de caractérisations magnétiques et mesure de contraintes.....</b>	<b>311</b>	
	<b>Annexe 4 : Méthodes de caractérisations physico-chimiques .....</b>	<b>318</b>	
	<b>Annexe 5 : Spectres de perméabilité en température de films de FeTaN et FeHfN avec différentes teneurs en azote .....</b>	<b>323</b>	
	<b>Annexe 6 : Spectres de perméabilité en fonction de la température de mesure de films de (FeHf)<sub>90</sub>N<sub>10</sub> élaboré avec 80° d'inclinaison .....</b>	<b>327</b>	
	<b>Annexe 7 : Spectres de perméabilité de films de FeHf(N)O en fonction de l'angle .....</b>	<b>328</b>	
	<b>Références .....</b>	<b>331</b>	
	<b>Production scientifique.....</b>	<b>303</b>	

# **Introduction**

Avec l'explosion des activités multimédias et des télécommunications sans fil, le développement des technologies de la microélectronique se porte vers l'intégration de fonctions électroniques complexes (circuits digitaux, analogiques ou mixtes), qui s'appuient sur des composants passifs, jadis positionnés à l'extérieur de la puce. Les besoins croissants en termes de réduction de coût et de miniaturisation des circuits mettent en avant les solutions monolithiques mais de nombreux problèmes sont encore à résoudre. En outre, l'évolution des technologies associées à l'intégration des composants passifs s'accélère au point qu'il semble vain d'espérer atteindre les niveaux de performance requis sans mener une étude complète sur ces architectures et sur des matériaux nouveaux. Ces enjeux font partie intégrante des accords de collaboration en matière de recherche et de développement entre le LETI et STMicroelectronics à Crolles. C'est dans ce contexte qu'a été réalisée cette thèse sur la problématique spécifique de l'intégration des composants passifs.

Les composants passifs concernés par cette étude sont les inductances planaires spirales les plus avancées dans l'industrie des circuits RF, c'est-à-dire utilisant la technologie « cuivre épais en Above IC ». L'objectif de la thèse consiste à développer des matériaux magnétiques à forte perméabilité et à faibles pertes dont les caractéristiques doivent rester stables jusqu'à environ 6 GHz. L'intérêt de matériaux magnétiques intégrés à proximité des inductances est d'amplifier le flux magnétique généré par la self et d'augmenter significativement la valeur de l'inductance. Ainsi, à valeur d'inductance égale, la réduction de la taille de la self d'origine devient envisageable, ce qui constituait jusqu'à présent une limite infranchissable. Dans ce contexte, la thèse propose l'utilisation de la famille générique des films FeN possédant parmi les plus fortes aimantations à saturation (de 15 à 20 kG), ce qui nous place déjà très en avant de l'état de l'art actuel du domaine. Notre choix s'est porté sur les alliages FeTa et FeHf qui peuvent être enrichis en azote, en oxygène ou les deux. Ainsi, nous nous proposons d'explorer plusieurs voies qui pourront conduire à plusieurs versions de matériaux chacun possédant des propriétés magnétiques et électriques spécifiques. Les films présentant la maturité adéquate feront l'objet d'une intégration complète dans une filière microélectronique. En ce sens, cette thèse, dont l'accent est mis sur le développement matériau, s'inscrit aussi dans un projet industriel plus large qui vise la fabrication de prototypes fonctionnels et comporte, par conséquent, un double volet de modélisation et de test du comportement des inductances ferromagnétiques en fonction de la fréquence. Il s'agit d'une approche incontournable tant pour la conception initiale des premières structures que pour l'optimisation des futurs composants. Ces différentes phases de travail ont cohabité avec celui relevant plus spécifiquement de la thèse, l'ensemble formant une action cohérente gérée au niveau du laboratoire commun LETI-ST Crolles sous la forme de projets annualisés. Cette étude concilie la recherche en magnétisme, à caractère plutôt amont, à la recherche matériau, très multidisciplinaire, et mêlée ici aux contraintes fortes (spécifications, délais ...) et aux enjeux industriels (stratégie d'intégration d'un nouveau matériau, coût ...). Nous pensons que cette démarche multiple et ambitieuse reste indispensable pour les progrès de la microélectronique de demain.

Ce manuscrit est constitué de six parties : une introduction suivie de cinq chapitres.

L'introduction, intitulée « Contexte », présente le cadre dans lequel ce travail s'est inscrit en posant les enjeux de la téléphonie mobile ainsi que l'importance des composants passifs intégrés. Nous nous attarderons à décrire l'état de l'art des inductances ainsi que les solutions envisagées pour améliorer leurs performances.

Le chapitre 1 rappelle les notions de magnétisme indispensables pour la compréhension des résultats présentés dans la suite du manuscrit puis développe un état de l'art spécifique aux inductances ferromagnétiques ainsi qu'aux matériaux magnétiques pour la RF. Nous exposerons ensuite notre stratégie en matière de développement matériau.

Le chapitre 2 traite de l'élaboration des films FeTaN et FeHfN et expose l'ensemble des propriétés microstructurales, magnétiques et électriques. Des analyses plus détaillées seront notamment consacrées au comportement dynamique en fonction de la fréquence ainsi qu'à la stabilité thermique des films et cela pour différentes concentrations en azote.

Le troisième chapitre adopte la même démarche pour le développement matériau que celle choisie dans le chapitre 2 mais ouvre à des solutions nettement plus exploratoires. On y décrit les résultats obtenus pour les films magnétiques à forte résistivité qui sont des variantes des films étudiés au chapitre 2. En particulier, deux approches sont considérées, l'une avec FeHfO qui est à rapprocher directement de FeHfN et l'autre avec FeHfNO qui résulte de la combinaison des deux autres. Nous insisterons en particulier dans ce chapitre sur les comportements insolites de certains des films fabriqués et sur leurs propriétés extraordinaires au sens littéral du terme.

Le chapitre 4 présente le détail des conditions et les résultats de l'intégration du matériau magnétique possédant la plus grande maturité. Il s'agit du FeHfN en version laminée par une couche d'isolant. Après un rappel des étapes de validation de cette version du matériau, nous exposerons et analyserons l'intégralité des résultats de tests électriques des différentes inductances ferromagnétiques ainsi fabriquées qui comportent de nombreuses variantes.

Le chapitre 5 est dédié à la simulation électromagnétique des inductances ferromagnétiques intégrant la version avec FeHfN et explorant plus largement les potentiels offerts par les versions plus résistives FeHfNO. Nous y démontrerons la pertinence de l'idée d'un redimensionnement pour un gain en compacité et traiterons de la problématique des hauts facteurs de qualité sur des considérations inattendues.



歩を進  
めがたしや  
天地夕焼けて

山口誓子

Je ne peux plus m'avancer,  
Devant le ciel et la terre embrasés  
Par le soleil couchant.

Seishi Yamaguchi



# Contexte

Cette partie vise à décrire le contexte et les enjeux de la téléphonie mobile. Elle sera suivie d'un état de l'art sur les inductances radiofréquences.

<b>1</b>	<b>Les enjeux de la téléphonie mobile .....</b>	<b>4</b>
1.1	L'évolution de la téléphonie mobile.....	4
1.1.1	<i>Un peu d'histoire .....</i>	<i>4</i>
1.1.2	<i>Les principales étapes dans l'évolution de la téléphonie mobile RF .....</i>	<i>4</i>
1.2	Le marché de la téléphonie mobile .....	7
1.2.1	<i>Un marché mondial.....</i>	<i>7</i>
1.2.2	<i>Les principaux acteurs .....</i>	<i>8</i>
1.2.3	<i>Le marché des semi-conducteurs pour la téléphonie mobile .....</i>	<i>8</i>
1.2.4	<i>Quelques mots sur STMicroelectronics .....</i>	<i>9</i>
1.3	Les composants passifs .....	9
<b>2</b>	<b>Etat de l'art des inductances intégrées pour les applications RF .....</b>	<b>12</b>
2.1	Contexte .....	12
2.2	Conception et modélisation des inductances planaires.....	14
2.2.1	<i>Inductance série.....</i>	<i>15</i>
2.2.2	<i>Résistances.....</i>	<i>17</i>
2.2.3	<i>Capacités.....</i>	<i>18</i>
2.2.4	<i>Facteur de qualité.....</i>	<i>18</i>
2.3	Structures pour réduire les pertes « substrat » .....	20
2.3.1	<i>Plan de masse .....</i>	<i>20</i>
2.3.2	<i>Inductances sur substrat isolant localisé ou suspendues .....</i>	<i>21</i>
2.3.3	<i>Inductances verticales .....</i>	<i>23</i>
2.4	Solutions pour réduire la résistance série .....	24
2.4.1	<i>Dérivation verticale.....</i>	<i>24</i>
2.4.2	<i>Cu épais en AIC.....</i>	<i>25</i>
2.5	Designs alternatifs visant à augmenter le facteur de qualité.....	25
2.5.1	<i>Dérivation horizontale.....</i>	<i>25</i>
2.5.2	<i>Largeur variable .....</i>	<i>26</i>
2.5.3	<i>Inductances symétriques .....</i>	<i>26</i>
2.6	Solutions pour augmenter l'inductance .....	28
2.6.1	<i>Inductance empilée.....</i>	<i>28</i>
2.6.2	<i>Inductance 3D miniature .....</i>	<i>28</i>
<b>3</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>30</b>
	<b>Références .....</b>	<b>31</b>

# **1 Les enjeux de la téléphonie mobile**

## **1.1 L'évolution de la téléphonie mobile**

L'essor des communications cellulaires mobiles a été spectaculaire. Chaque jour, plus de 250 000 personnes dans le monde s'abonnent au service de téléphonie mobile. On compte une personne sur sept dans le monde possédant un téléphone mobile. Les deux nouveaux marchés du secteur de télécommunications, qui n'existaient pas encore il y a vingt ans, *la Téléphonie Mobile et l'Internet*, ont été les principaux instruments dans la croissance de l'industrie de la microélectronique.

### *1.1.1 Un peu d'histoire*

Les communications hertziennes remontent à 1898, année où Guglielmo Marconi a transmis le premier message sans fil. En 1946, le premier service radiotéléphonique mobile commercial a été testé par Bell Systems à St-Louis et a été introduit dans plusieurs villes américaines. Le système reposait sur un seul émetteur puissant qui se servait de signaux fondés sur la modulation de fréquence (MF) susceptible de couvrir une zone dans un rayon d'environ 80 km et utilisait la fréquence de 120 kHz pour transmettre la voix sur une largeur de bande de 3 kHz seulement. Dans les années 60, Bell Systems lançait le service téléphonique mobile amélioré (IMTS, Improved Mobile Telephone Service), qui apportait de nombreuses améliorations telles qu'une largeur de bande de 25-30 kHz du canal MF. Les premiers systèmes cellulaires analogiques sont donc nés à la fin des années 60 et au début des années 70.

Le terme « cellulaire » désigne la division de la zone de couverture en de nombreuses petites zones appelées cellules, chacune étant desservie par un émetteur et un récepteur de faible puissance. Deux améliorations majeures ont permis de concrétiser le concept du cellulaire. La première a été l'invention du microprocesseur au début des années 70, qui a facilité la mise en œuvre des algorithmes de commande dans l'exploitation d'un tel système et a permis d'en accroître la complexité. Cette invention a aussi rendu possible la miniaturisation des combinés. La deuxième avancée technologique a été la liaison de commande numérique entre le mobile et la station de cellule.

### *1.1.2 Les principales étapes dans l'évolution de la téléphonie mobile RF*

#### **a) La « 1G »**

Dans les années 1970 à 1980, les premiers terminaux sans fil, les radiotéléphones analogiques, apparaissent dans les voitures. Ce sont des appareils volumineux, coûteux et ayant une couverture limitée. Ce système a recours à la technique AMRF (*Accès Multiple par Répartition en Fréquence*) dans la bande de fréquence de 800 MHz à 900 MHz (figure 1). S'appuyant sur une technique de modulation radio proche de celle utilisée par les stations de radio FM, ces réseaux ne permettaient pas de garantir la confidentialité des communications. Ils sont par ailleurs vite devenus saturés.

### **b) La « 2G »**

La seconde génération est donc numérique (figure 1). Elle offrait une meilleure qualité d'écoute ainsi qu'une taille réduite des combinés tout en assurant une certaine confidentialité. C'est au début des années 90 que la norme GSM pour la communication sans fil (*Global System for Mobile Communication*) est adoptée en Europe (figure 2). Depuis, elle s'est imposée à peu près partout, sauf au Japon, en Amérique du Nord et du Sud, où elle est présente de manière minoritaire. En France, le GSM fonctionne sur les fréquences de 900 MHz ou 1800 MHz. Cette nouvelle manière de téléphoner devient peu à peu accessible à tous. Si bien qu'en 2004, plus de 70 % de la population française est équipée d'un mobile, selon l'Autorité de Régulation des Télécommunications (ART). Le GSM a un débit qui ne dépasse pas 9,6 kbits/s et est utilisé principalement pour des appels vocaux et peu pour l'acheminement de données : les premiers services WAP (Wireless Application Protocol) sur GSM n'ont d'ailleurs pas connu un véritable succès.

### **c) La « 2.5G »**

En 2001, le GPRS (*General Packet Radio Service*) apparaît (figure 2). Il s'agit d'une évolution de la norme GSM qui permet d'obtenir des vitesses de transfert trois fois supérieures, soit de 20 à 30 kbits/s, en utilisant 3 canaux GSM classiques. Cette évolution a permis ainsi d'accéder plus facilement aux services WAP et à un Internet allégé (e-mails sans pièce jointe et navigation sur le web) (figure 1). Comme le GPRS ne constitue qu'une amélioration du GSM, la voix continue de transiter sur celui-ci, tandis que les données circulent via le GPRS.

### **d) La « 3G »**

A l'automne 2004, la téléphonie mobile de troisième génération est apparue en France et est connue sous le nom d'UMTS (*Universal Mobile Telecommunications System*) qui assure un débit supérieur à 1 Mbps (figure 2). Ce n'est pas une révolution de la même ampleur que la 2G dans les années 90, mais elle offre de nouveaux services notamment l'accès haut débit à l'Internet sans fil, la visiophonie et la possibilité d'échanger messages vidéo ou de recevoir la télévision sur le téléphone (figure 1). Contrairement à la 2G qui est bi-bande, la 3G fonctionne sur une multi-bande de fréquence entre 900 MHz et 1.9 GHz.

### **e) L'avenir : la « 4G » ?**

Deux types d'évolution de la téléphonie mobile sont déjà envisagés par les spécialistes des télécommunications. La première est une évolution de l'UMTS pour un avenir relativement proche (figure 2). Elle consiste à utiliser la technologie HSDPA (*High Speed Downlink Package Access*) qui garantirait les 2 Mbps de débit réel initialement prévus par l'UMTS. Les bandes de fréquences allouées pour l'UMTS sont 1885-2025 MHz et 2110-2200 MHz. L'UMTS repose sur la technique d'accès multiple W-CDMA (*Wideband - Code Division Multiple Access*) technique dite à étalement de spectre, alors que l'accès multiple pour le GSM se fait par une combinaison de division temporelle TDMA (*Time Division Multiple Access*) et de division fréquentielle FDMA (*Frequency Division Multiple Access*) (figure 3). Le CDMA est une technique complexe qui a été développée dans les années 80

pour les communications par satellites, il consiste à « étaler le spectre » pour faire passer une information supplémentaire : un code alloué à chaque communication.

Le déploiement de ces réseaux 3,5G serait planifié pour 2005 au Japon et un an plus tard en Europe. La deuxième est une évolution sur un plus long terme : la quatrième génération de téléphonie mobile serait prévue pour 2007 - 2010 au Japon. Elle s'appuie sur la technologie OFDM (*Orthogonal Frequency Division Multiplexing*) et permettrait d'atteindre des pics de débit de 300 mégabits/s.

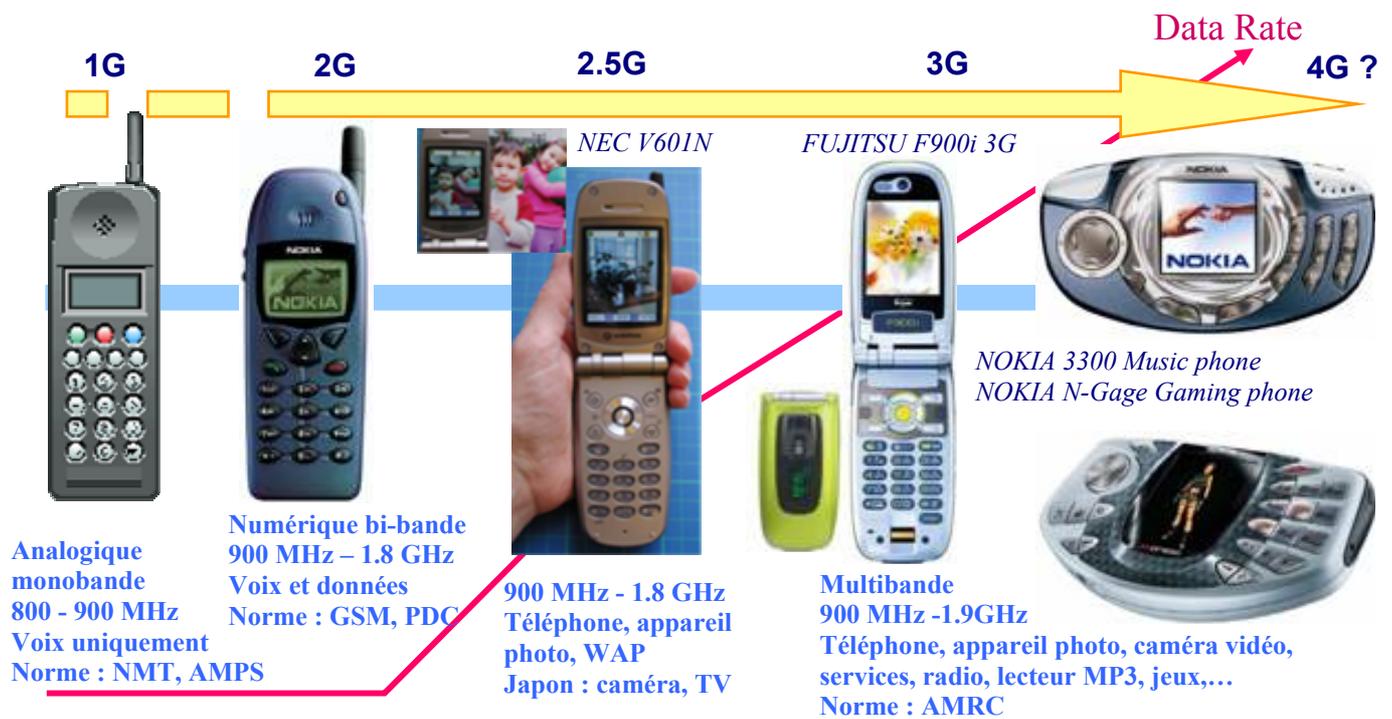


Figure 1 : Evolution de la téléphonie mobile avec les différentes générations de téléphones portables.

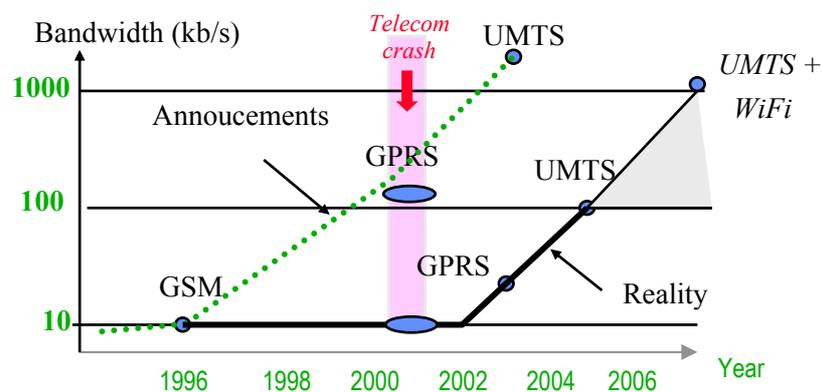


Figure 2 : Schéma montrant la vitesse de transfert accessible pour les différentes normes.

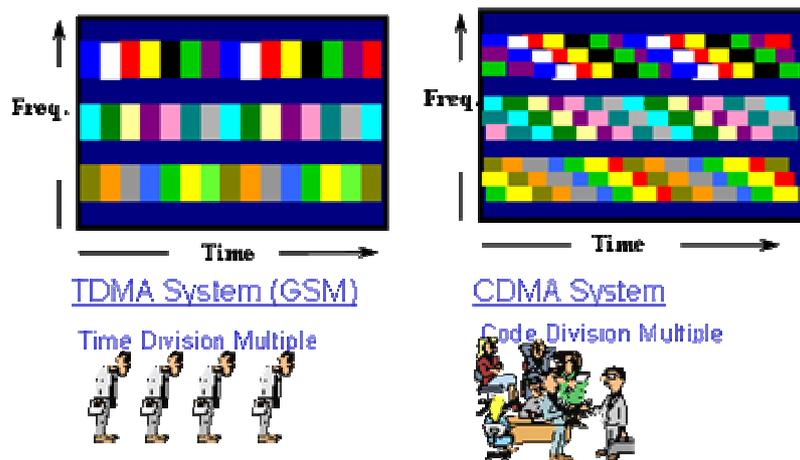


Figure 3 : Schéma représentant l'étalement du spectre en CDMA et comparaison avec le principe TDMA.

## 1.2 Le marché de la téléphonie mobile

### 1.2.1 Un marché mondial

Le marché mondial de la téléphonie mobile croît d'environ 15 % par an depuis 2001. La croissance du marché reste plus forte en Europe qu'aux Etats-Unis et au Japon, tandis que la Chine devient un acteur incontournable. Les cinq grands marchés européens (Allemagne, Royaume-Uni, France, Italie et Espagne) ne progressent que de 10 % entre 2002 et 2003 contre 14 % l'année précédente. La progression des marchés mobiles américains et japonais est également plus faible, affichant toutefois des taux de progression respectifs de 10 % (contre 12 % l'an passé) et 17 % (contre 19 % l'an passé) (figure 4). Tendances inversées, la Chine se distingue par l'accélération de la croissance de son marché mobile de l'ordre de 16 %. La base d'abonnés mobiles en Chine devrait dépasser celle des Etats-Unis dans les mois à venir, pour atteindre les 130 ou 140 millions...

Le marché de la téléphonie mobile entre 2003 et 1999 (En millions d'unités)					
Zone géographique	1999	2000	2001	2002	2003
USA	91,3	107,5	122,5	136,9	150,5
Europe	148,2	191,5	228,3	259,1	285,3
Asie/Pacifique/Japon	142,0	177,0	213,4	252,1	294,6
Amérique Latine	35,4	52,7	71,9	96,9	127,6
Moyen Orient/Afrique	16,3	23,6	30,2	36,7	43,4
Marché total	--	--	666,3	--	--

Source : Gartner Mise à jour le 23/12/2001

Figure 4 : Nombre de téléphone portables vendus dans le monde.

## 1.2.2 Les principaux acteurs

Les deux leaders mondiaux de la téléphonie mobile, Nokia et Motorola figurent en tête des constructeurs sur le premier trimestre 2005 (figure 5). Le finlandais et l'américain ont ainsi totalisé, à eux deux, près de 50 % des ventes de téléphone portable dans le monde sur les trois premiers mois. La part de marché mondial de Nokia atteint 30.4 % sur la période (+ 2 points en un an) contre 16.8 % pour Motorola (+ 2.2 pts) devant le sud-coréen Samsung (13.3 % de PdM). En baisse, on retrouve la co-entreprise Sony Ericsson avec 5.5 % de PdM et l'allemand Siemens qui a récemment cédé sa branche téléphonie mobile au taiwanais BenQ. Sa part de marché a reculé de 6.9 % en 2004 à 5.5 % en 2005.

<b>Monde : ventes de mobiles au premier trimestre 2005</b> (Marché total en millions d'unités, principaux constructeurs et part de marché)			
Constructeurs	Total des ventes	Part de marché	Variation annuelle des ventes
<b>Nokia</b>	54,943	30,4 %	+ 24,1 %
<b>Motorola</b>	30,293	16,8 %	+ 20,6 %
<b>Samsung</b>	24,099	13,3 %	+ 24,5 %
<b>LG</b>	11,138	6,2 %	+ 35,7 %
<b>Siemens</b>	9,942	5,5 %	- 19,1 %
<b>Sony Ericsson</b>	9,900	5,5 %	+ 14,6%
<b>Autres</b>	40,293	22,3 %	+ 12,3 %
<b>Total</b>	<b>180,610</b>	<b>100 %</b>	<b>+ 17,5 %</b>

Source : Gartner Mis à jour le 26/05/2005

Figure 5 : Parts de marché des ventes de mobiles pour les principaux constructeurs.

## 1.2.3 Le marché des semi-conducteurs pour la téléphonie mobile

<b>Top 10 des fabricants de semi-conducteurs dans le monde en 2004</b> (en milliards de dollars)					
Société	CA 2004	PdM 2004	CA 2003	PdM 2003	Evolution
Intel	30,5	14,0%	27,1	15,3%	<b>+12,6%</b>
Samsung	15,6	7,2%	10,5	5,9%	<b>+48,9%</b>
Texas Instrument	9,7	4,4%	7,4	4,2%	<b>+31,1%</b>
Infineon	8,9	4,1%	6,8	3,9%	<b>+29,7%</b>
Renesas	8,8	4,1%	7,9	4,5%	<b>+11,5%</b>
Toshiba	8,8	4,1%	7,3	4,1%	<b>+20,3%</b>
STMicroelectronics	8,7	4,0%	7,1	4,0%	<b>+21,9%</b>
NEC	6,7	3,1%	5,8	3,6%	<b>+15,5%</b>
Philips	5,7	2,6%	4,5	2,5%	<b>+26,8%</b>
Freescale	5,7	2,6%	4,6	2,6%	<b>+23,1%</b>
Autres	109	49,9%	87,7	49,5%	<b>+24,4%</b>
<b>Total</b>	<b>218,4</b>	<b>100%</b>	<b>177</b>	<b>100%</b>	<b>+23,4%</b>

Source IDC

Figure 6 : Parts de marché des principaux vendeurs de composants pour la téléphonie mobiles.

Dans le top des 10 fabricants mondiaux de semi-conducteurs en 2004, se placent, en premier Intel avec 14,0 % du marché puis, Samsung (7.2 %) et derrière suivent, TI (4.4 %), Infineon et Renesas, société commune entre Hitachi et Mitsubishi se positionne à la 5<sup>ème</sup> place avec 4,1 % du marché devant Toshiba, et STMicroelectronics. Enfin on retrouve NEC, Philips et Freescale. L'activité de tous les leaders a progressé d'au moins 20 %, les plus fortes hausses concernant Samsung (+ 48.9 %), TI (+ 31.1%) et Infineon (+ 29.7 %) (figure 6).

### 1.2.4 Quelques mots sur STMicroelectronics

STMicroelectronics est un leader mondial pour le développement et la réalisation de solutions sur silicium destinées à un grand nombre d'applications : les télécommunications, le multimédia, l'automobile... (figure 7). Parmi ses différentes activités, les composants destinés aux télécommunications occupent la plus grande place. STMicroelectronics est largement implanté dans le monde avec des centres principaux de production au Maroc (assemblage) et à Singapour (assemblage et fabrication IC) et deux centres majeurs de R&D à Crolles et à Agrate (Italie).

Chiffre d'affaires par groupe en millions de dollars	1er trimestre 2004	2ème trimestre 2004	3ème trimestre 2004	4ème trimestre 2004	Année 2004
Groupes pour Applications Spécifiques HPC (Secteur Home, Personal, & Communication) APG (Groupe Produits Automobile) CPG (Groupe Périphériques Informatiques)	1,161	1,180	1,231	1,329	4,902
Groupe MLD (Groupe Microcontrôleurs, Linéaires et Discrets)	420	487	501	494	1,902
MPG (Groupe Produits Mémoires).	431	488	482	486	1,887
Autre	17	17	17	18	69
<b>TOTAL</b>	<b>2,029</b>	<b>2,172</b>	<b>2,231</b>	<b>2,328</b>	<b>8,760</b>

Figure 7 : Chiffre d'affaire de STMicroelectronics par groupe de produits pour les 4 trimestres de 2004.

## 1.3 Les composants passifs

En marge de l'activité purement liée aux semi-conducteurs, il existe une activité grandissante dans le domaine des composants passifs, l'association de ces derniers au plus près des circuits microélectroniques devenant une nécessité, notamment pour les besoins de la téléphonie mobile. Rappelons que les composants passifs comportent un grand nombre de produits accomplissant des fonctions complémentaires et périphériques (figure 8) par rapport à celles que remplissent les composants actifs. Parmi lesquelles :

- Les résistances, varistances et thermistances s'opposent plus ou moins au passage du courant électrique.
- Les condensateurs, réservoirs d'énergie électrique, accomplissent des fonctions de filtrage, de découplage, d'accord et de transformation.

- Les composants magnétiques : bobinages, inductances ou ferrites (composants magnétiques) concourent également à réaliser filtrage, découplage, accord ou transformation.
- Les composants piezo-électriques (quartz, céramiques) assurent des fonctions d'accord, de filtrage et d'horloge.

Afin d'assurer une meilleure reproductibilité, fiabilité et des performances élevées, pour un coût et un encombrement toujours plus faible, la tendance est à rassembler tous ces composants sur un même substrat et de donner ainsi naissance à des Circuits Intégrés Monolithiques Hyperfréquences (ou MMIC *Monolithic Microwave Integrated Circuit*).

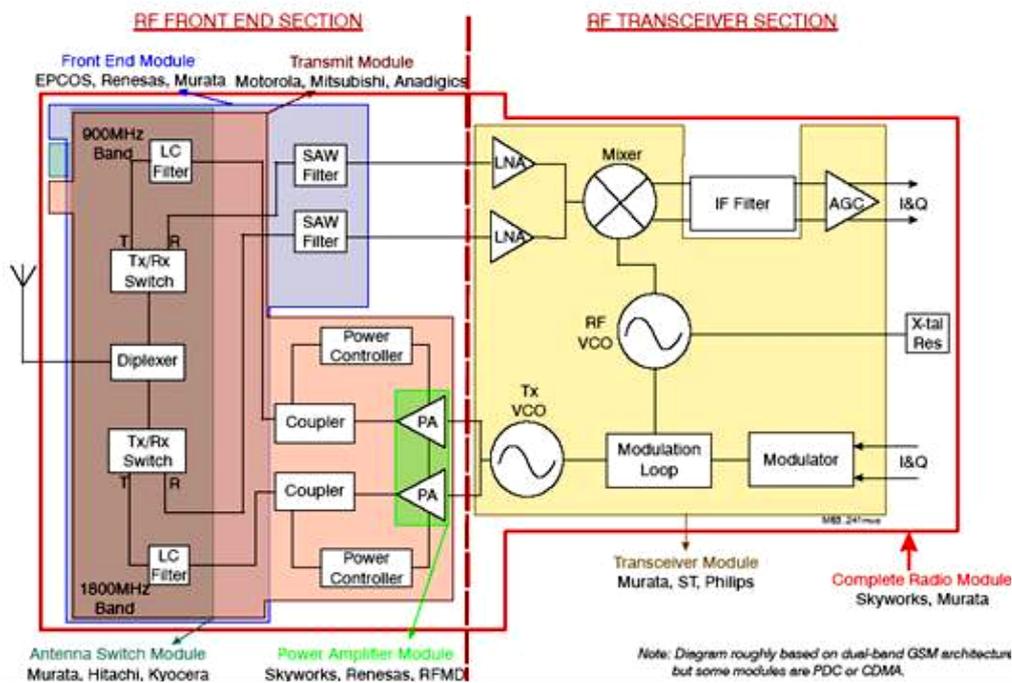


Figure 8 : Les différentes fonctions d'un module RF.

Les composants passifs (résistances, inductances, condensateurs) de l'étage radiofréquence d'un téléphone portable occupent la moitié de la surface de la carte électronique. La localisation des différents composants passifs dans le NOKIA 3300 permet de donner un ordre d'idée du nombre composants passifs discrets utilisés (~ 300) (figure 9). Or leur nombre et leur taille ne cessent de croître avec l'augmentation de la complexité des systèmes et des fonctions radio-fréquences. Par exemple dans un terminal UMTS, quatre à cinq fois plus de composants passifs devront être intégrés et tout en offrant la même autonomie. Trois solutions sont envisageables pour répondre à ces exigences de coût, d'encombrement et de qualité :

a) La technologie "stand alone" qui consiste à fabriquer, sur un même substrat, tous les passifs nécessaires à une fonction radiofréquence : filtres, résonateurs... et à reporter cette puce sur le circuit intégré. Ce composant « hétérogène » par opposition à « monolithique », moins cher et facilement connectable permet d'obtenir des performances avec un facteur de qualité élevé même s'il est assez encombrant. Pour les applications à basses fréquences, les composants passifs peuvent être connectés en externe mais lorsque la fréquence augmente, les

caractéristiques des composants passifs sont perturbées par les effets parasites dus à la connexion [1]. Par exemple, un oscillateur contrôlé en tension (VCO) de 10 MHz a besoin d'une inductance dite « réservoir » (tank) de quelques  $\mu\text{H}$ , tandis qu'à 10 GHz la valeur d'une inductance est autour de 1 nH. Il est impossible d'accéder à des valeurs d'inductances aussi faibles en externe, puisque l'inductance associée au packaging et au bonding (fils de connexions du report) peut excéder 1 nH. Par conséquent, l'intégration des composants passifs au plus près des circuits actifs devient incontournable pour les applications RF.

b) La deuxième approche consiste donc à intégrer ces composants soit au niveau "back-end (of line)" (BEOL) c'est-à-dire au niveau des dernières couches de métallisation du circuit CMOS mais toujours dans le "front end", soit en "above IC" (AIC littéralement "au-dessus des circuits intégrés") c'est-à-dire au-dessus de la couche de passivation (fin du procédé "front-end") (voir figure 10). La première technique est plus contraignante à cause des problèmes de contamination et de dégradation thermique des fonctions MOS. Seul l'aluminium est alors utilisable et avec des épaisseurs réduites. La deuxième solution permet une plus grande innovation sur le choix des matériaux et sur le design des composants.

c) La troisième voie est une extension de l'intégration AIC des passifs à des structures plus complexes de types MEMS (Micro ElectroMechanical Systems) qui permettent la réalisation d'une fonction complète. On parle alors de « Systems On Chips » (SOC).

#### NOKIA 3300 FRONT AND BACK MAIN BOARD ASSEMBLY FRONT

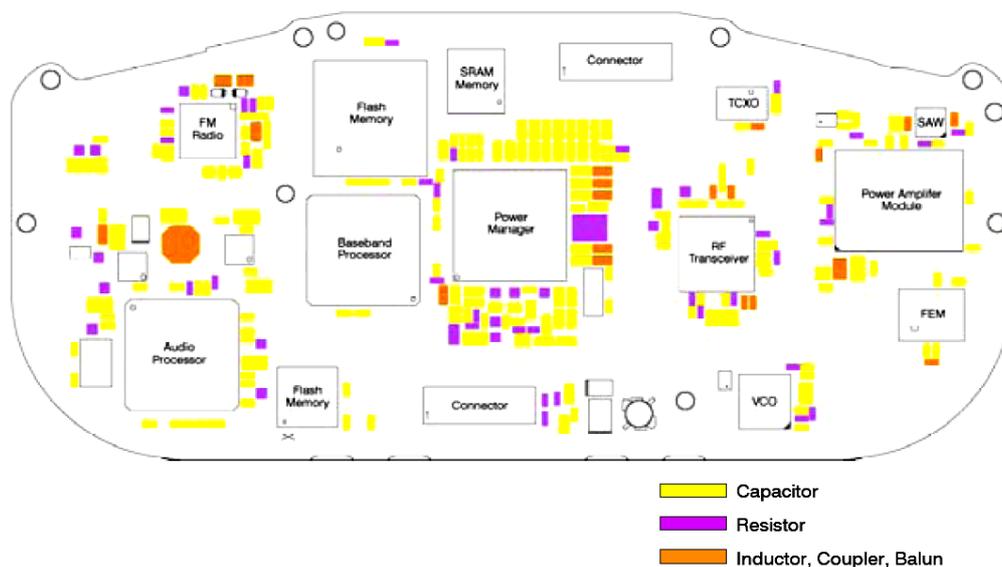


Figure 9 : Localisation des différents types de composants passifs dans un NOKIA 3300.

## 2 Etat de l'art des inductances intégrées pour les applications RF

Parmi les composants passifs, nous allons nous restreindre aux inductances pour lesquelles l'intégration (FE ou AIC) reste un véritable challenge par rapport aux performances des composants discrets.

### 2.1 Contexte

En effet, afin de répondre aux exigences du marché de la téléphonie mobile grand public par rapport à la problématique de la taille, du coût et de la consommation d'énergie, une intégration complète des composants radiofréquence (RF) sur silicium paraît incontournable, y compris celle des inductances. Intéressons nous plus particulièrement aux performances des inductances intégrées sur silicium. L'industrie des composants RF est très conservatrice par rapport au design des inductances, principalement pour des raisons de coût de réalisation. La géométrie établie est donc plane. L'industrie ne souhaite pas non plus de changement fondamental vers d'autres solutions comme par exemple les inductances solénoïdales ou toroïdales. C'est la raison première à la restriction de cette étude à la géométrie spirale uniquement. De plus, l'augmentation des fréquences d'utilisation conduit à exiger de plus grandes performances en termes de densité surfacique d'inductance, de facteur de qualité Q donc l'état de l'art qui va suivre concerne les inductances spirales intégrées sur silicium et réalisées en utilisant la technologie FE (CMOS) dans un premier temps et AIC dans un deuxième temps (figure 10).

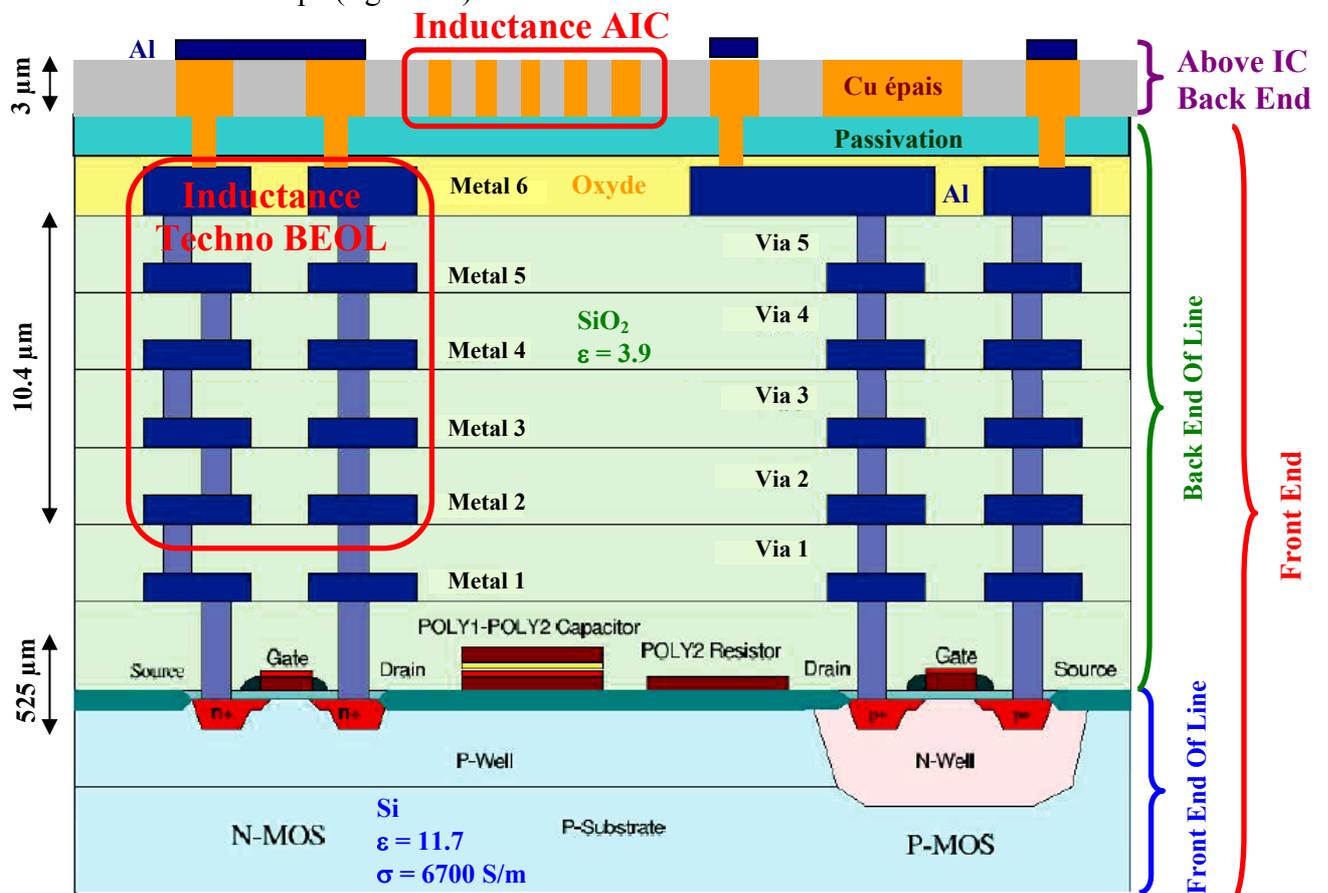


Figure 10 : Vue en coupe de la technologie CMOS sur silicium avec 4 niveaux de métallisation.

En technologie BEOL (CMOS ou BICMOS), on a recourt traditionnellement à trois types d'inductances.

1) Gyrateurs : dans certains circuits CMOS, la fonction d'inductance peut être réalisée sans recours à un comportement passif. Pour cela, les gyrateurs ou inductances actives utilisent les composants actifs (c'est-à-dire les transistors) pour transformer l'impédance d'une capacité en inductance [2]. La figure 11 (a) montre un circuit gyrateur classique. Le composant actif et la capacité du gyrateur peuvent être facilement fabriqués et occupent une place minimale mais ils consomment une relative importante puissance et introduisent du bruit additionnel.

2) Inductances « filaires » (fil de soudure ou « bonding ») : toujours pour éviter la fabrication spécifique d'un composant passif, on utilise parfois les fils de connexion externes pour réaliser une fonction d'inductance [3]. Comme montré sur la figure 11 (b), cette inductance peut offrir un très haut facteur de qualité (30 – 80 typiquement) de part la forte section de conducteur et l'éloignement conséquent du substrat. Mais une telle approche est souvent la cause de couplage parasite avec les autres dispositifs et pourrait ne pas être suffisamment robuste pour certaines applications.

3) Composant passif : cependant, dans la plupart des circuits RF modernes, il est indispensable de passer par une étape propre de fabrication d'inductance au sens d'un véritable composant passif. Pour se faire, les inductances de type spirale (carrée, ronde ou octogonale) sont réalisées aux niveaux des métaux supérieurs d'interconnexions (M4 – M5) en utilisant les niveaux de métaux disponibles [4] (figure 11 (c)). Notons que la distance entre ces niveaux de métaux n'est pas suffisante pour permettre de réaliser d'autres géométries que 2D c'est-à-dire la spirale planaire. Un solénoïde ou un tore présenterait une section trop faible pour réaliser le niveau d'inductance requise.

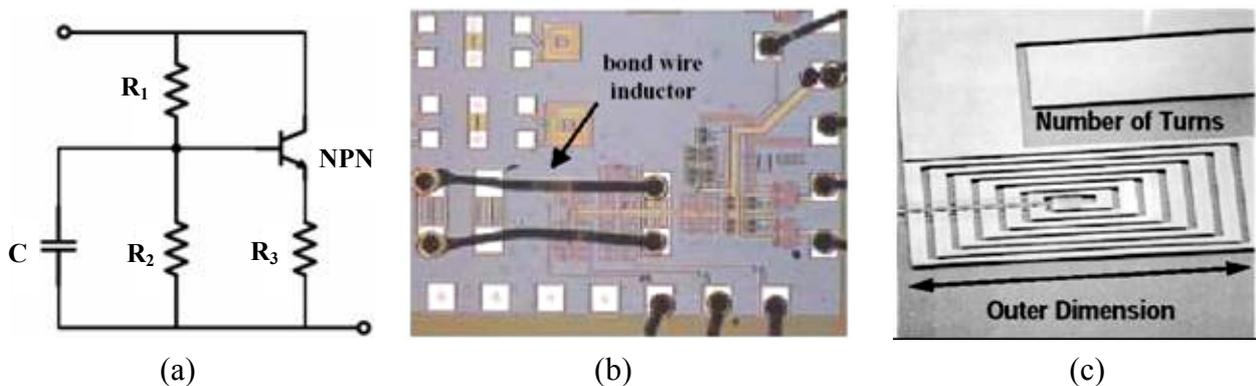


Figure 11 : Circuit équivalent d'un gyrateur classique (a) et photographie d'une inductance réalisée avec des fils de liaison (bonding) (b) [3] et topologie d'une inductance planaire carrée intégrée [4] (c).

Les inductances spirales planaires sont sous la forme d'un enroulement concentrique d'un ruban conducteur (figure 12). Il impose une self de surface assez importante. De façon plus générale, nous rappelons qu'une bobine est caractérisée par son inductance  $L$  (liée au nombre de tours), par sa résistance  $R$  et par ses capacités parasites  $C$ . Pour la réalisation technologique de cette inductance, deux niveaux de métallisation (spires et underpass) ainsi que deux vias sont requis. L'intérêt d'une forme spirale est de bénéficier d'effets de mutuelles positives entre les spires voisines.

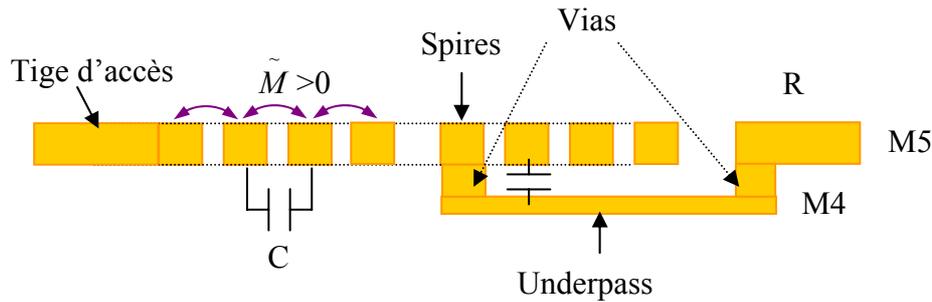


Figure 12 : Principe d'une bobine planaire vue en coupe.

## 2.2 Conception et modélisation des inductances planaires

Les inductances planaires traditionnelles sont de forme carrée, ronde, hexagonale ou octogonale. Il a été reporté que la résistance série d'une inductance de forme circulaire ou octogonale est 10 % plus faible que celle d'une inductance carrée de même valeur de  $L$  [5]. En 1990, Nguyen et Meyer [6] ont été les premiers à développer une inductance planaire intégrée sur silicium en utilisant la technologie interconnexion et ils ont proposé un modèle en «  $\pi$  » simple pour décrire le comportement de l'inductance (figure 13 (a)). Un modèle amélioré montré en figure 13 (b) a été développé plus tard par Ashby et al. [7]. Ce modèle prend en compte plus de mécanismes physiques apparaissant dans l'inductance. Cependant les paramètres du modèle ont besoin d'être ajustés à partir des courbes expérimentales plutôt que d'avoir une signification physique.

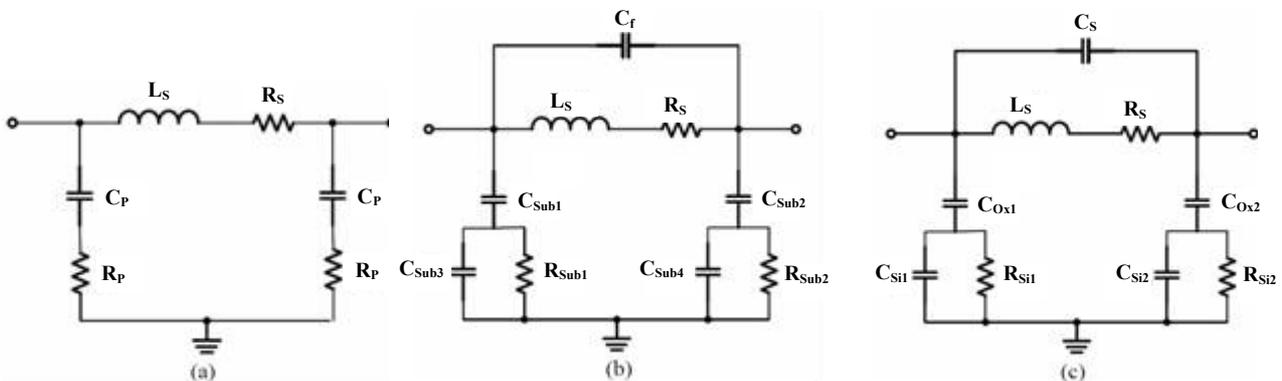


Figure 13 : Modèles en «  $\pi$  » pour des inductances planaires développés par Nguyen et Meyer [6] (a), Ashby et al. [7] (b) et Yue et Wong [8] (c).

Plus récemment Yue et Yong [8] ont rapporté un modèle similaire (figure 13 (c)) mais avec des paramètres plus appropriés à la géométrie de l'inductance. Nous allons considérer l'inductance planaire carrée et le modèle de Yue et Yong comme un repère pour discuter des questions importantes associées à un tel dispositif incluant l'inductance série propre ( $L_S$ ), les résistances ( $R_S$  et  $R_{Si}$ ), les capacités ( $C_S$ ,  $C_{Si}$  et  $C_{Ox}$ ), le facteur de qualité et les pertes substrat. En effet, lorsqu'une différence de potentiel est appliquée aux bornes de la self d'inductance  $L$ , un champ magnétique et trois champs électriques apparaissent :

- Le champ magnétique est dû au courant continu qui circule dans les spires. Il induit un comportement inductif se traduisant par la circulation de courants induits en sens opposé et dans le substrat.
- La différence de potentiel entre les connections de la self génère un champ électrique induisant des pertes ohmiques ( $R_s$ ) dues à la résistivité du métal et des pertes dans le substrat dues aux courants de Foucault.
- Un autre champ électrique est le résultat de la différence de potentiel entre les spires, à l'origine d'une capacité de couplage ( $C_s$ ) entre spires.
- Enfin, un champ électrique est induit par la différence de potentiel entre la self et le substrat se traduisant par une capacité de couplage entre l'inductance et le substrat ( $C_{Ox1}$ ,  $C_{Ox2}$ ) ainsi que des pertes ohmiques du fait que le champ électrique pénètre dans le substrat conducteur ( $R_{Si1}$ ,  $R_{Si2}$ ).

### 2.2.1 Inductance série

L'inductance est associée à l'énergie magnétique stockée dans le dispositif. En 1946, Grover dérivait les premières formules analytiques de  $L$  pour des inductances de forme carrée [9] rendant possible la conception de ces dernières. La méthode de Grover consiste à segmenter l'enroulement et à calculer l'inductance pour chaque segment individuel et la mutuelle entre les deux segments qui lui sont parallèles. L'inductance équivalente ( $L_T$ ) de la bobine est donnée par :

$$L_T = L_0 + M_+ - M_- \quad (1)$$

L'inductance  $L_0$  est la somme des inductances de chaque segment composant la bobine,  $M_+$  et  $M_-$  respectivement les mutuelles inductances positives et négatives.

L'inductance  $L_x$  d'un seul segment  $x$  est donnée par :

$$L_x = 2\mu_0 l_x \left[ \ln \left( \frac{2l_x}{w+t} \right) + 0.50 + \frac{w+t}{3l_x} \right] \quad (2)$$

Dans cette expression,  $l_x$  représente la longueur du conducteur,  $w$  sa largeur et  $t$  son épaisseur.  $\mu_0$  est la perméabilité du vide.

La mutuelle entre deux conducteurs parallèles est une fonction de la longueur du conducteur  $l_x$  et de l'espacement entre deux conducteurs. En général, on peut l'approximer par :

$$M = 2\mu_0 \sum_x l_x C_x \quad (3)$$

$C_x$  est le paramètre d'inductance mutuel égal à :

$$C_x = \ln \left\{ \frac{l_x}{GMD} + \sqrt{1 + \left( \frac{l_x}{GMD} \right)^2} \right\} - \sqrt{1 + \left( \frac{GMD}{l_x} \right)^2} + \frac{GMD}{l_x} \quad (4)$$

Le coefficient GMD correspond à la distance géométrique moyenne entre deux conducteurs. GMD s'exprime en fonction de l'espacement entre deux conducteurs  $d$  et de la largeur des conducteurs  $w$  par la relation :

$$\ln GMD = \ln d - \frac{w^2}{12d^2} - \frac{w^4}{60d^4} - \dots \quad (5)$$

Notons que la mutuelle entre deux segments perpendiculaires est négligeable. Une des limitations de ce modèle est qu'il ne s'applique qu'aux inductances planaires carrées. Cette méthode peut être simplifiée en utilisant une distance moyenne pour tous les segments plutôt que de considérer des segments individuels [10][9]. Basée sur cette approche, l'inductance et la mutuelle peuvent être calculées directement par :

$$L_0 = 2\mu_0 l \left[ \ln \frac{2l_T}{n(w+l)} - 0.2 \right] \quad (6)$$

$$M_+ = \mu_0 l_T (n-1) \left[ \ln \left( \sqrt{1 + \left( \frac{l_T}{4nd'} \right)^2} + \frac{l_T}{4nd'} \right) - \sqrt{1 + \left( \frac{4nd'}{l_T} \right)^2} + \frac{4nd'}{l_T} \right] \quad (7)$$

$$M_- = \mu_0 l_T \frac{n}{214} \quad (8)$$

$\mu_0$  est la perméabilité du vide et  $l_T$  est la longueur totale de l'inductance,  $n$  le nombre de spires et  $d'$  la distance moyenne entre les segments définie à partir de  $w$  largeur d'un conducteur et  $s$  distance entre deux conducteurs voisins parallèles par la relation :

$$d' = (w+s) \left( \frac{\sum_{i=1}^{(n-i)>0} i(n-i)}{\sum_{i=1}^{(n-i)>0} (n-i)} \right) \quad (9)$$

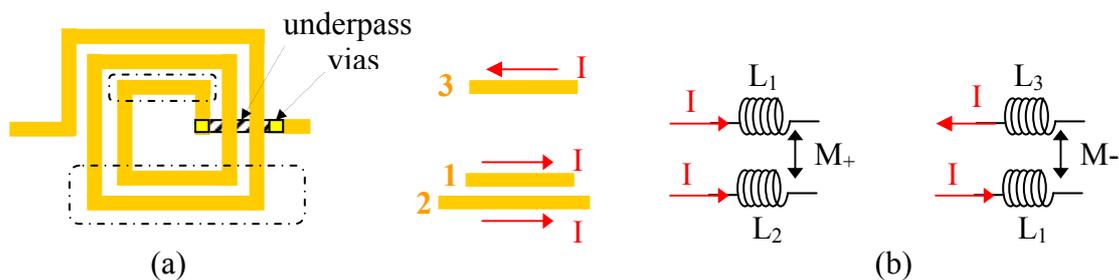


Figure 14 : Géométrie d'une inductance spirale carrée (a) et schéma de principe du couplage inductif (b).

L'optimisation de la valeur de l'inductance pour une surface donnée va donc dépendre d'un choix judicieux de nombre de tours et du diamètre interne de l'inductance afin de favoriser les mutuelles positives et de minimiser les mutuelles négatives (figure 14). Mohan a développé une autre méthode pour le calcul de L qui simplifie les calculs et qui est basée sur le concept de feuille de courants [11]. Sa méthode sert d'approximation correcte dans le cas de géométrie où l'épaisseur du conducteur est négligeable devant sa largeur et sa longueur. Cette

méthode a, de plus, l'avantage d'être facilement adaptable à d'autres géométries (carrée, octogonale et circulaire). L'inductance s'exprime par la relation :

$$L \cong \frac{\mu_0 n^2 d_m c_1}{2} \left( \ln \left( \frac{c_2}{k} \right) + c_3 k + c_4 k^2 \right) \quad (10)$$

Rappelons que  $n$  est le nombre de spires,  $c_1, c_2, c_3, c_4$  des constantes,  $d_m$  le diamètre moyen de l'inductance défini à partir de  $d_{in}$  diamètre intérieur et  $d_{out}$  diamètre extérieur par la relation :

$$d_m = 0.5 \times (d_{out} + d_{in})$$

$$k \text{ est défini par : } k = \frac{d_{out} - d_{in}}{d_{out} + d_{in}}$$

### 2.2.2 Résistances

La résistance série  $R_s$  provient de la résistance propre du ruban conducteur constituant l'inductance et est directement reliée au facteur de qualité du moins à basse fréquence. Donc, la résistance série est un problème crucial dans la conception des inductances. De plus, quand l'inductance fonctionne en régime dynamique, la ligne de métal souffre des effets de peau et de proximité et  $R_s$  devient fonction de la fréquence [12]. En première approximation  $R_s$  peut être exprimée comme dans la référence [8] à partir de la résistivité du conducteur  $\rho$  et de la longueur totale de l'inductance  $l_T$  par la relation :

$$R_s = \frac{\rho \cdot l_T}{w \cdot t_{eff}} \quad (11)$$

$t_{eff}$  s'exprime à partir de l'épaisseur du conducteur  $t$  et de  $\delta$  par :

$$t_{eff} = \delta \left( 1 - e^{-t/\delta} \right) \quad (12)$$

L'épaisseur de peau  $\delta$  est définie par :

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi \mu f}} \quad (13)$$

$\mu$  est la perméabilité du matériau et  $f$  la fréquence de fonctionnement.

En plus de la résistance propre du ruban, il existe d'autres contributions à la résistance globale de l'inductance dont la résistance de couplage  $R_{Si}$  associée au substrat Si (figure 13 (c)) qui dégrade aussi les performances de l'inductance à haute fréquence. Le substrat étant faiblement résistif (typiquement  $\rho_{Si \text{ dopé}} \sim 3 \text{ } \Omega \cdot \text{cm}$ ),  $R_{Si}$  traduit l'effet Joule généré par les boucles de courants induits qui circulent dans le substrat (figure 16). Une description plus détaillée sera donnée par la suite. Un modèle simple décrivant la résistance du substrat est donné par [8] :

$$R_{Si} = \frac{2}{l \cdot w \cdot G_{sub}} \quad (14)$$

$l$  est la longueur totale de tous les segments,  $w$  la largeur du segment et  $G_{sub}$  la conductance par unité d'aire du substrat.

### 2.2.3 Capacités

Il existe trois types de capacités dans une inductance intégrée : la capacité série  $C_s$  entre les spires (1-2), la capacité  $C_{ox}$  associée à la couche d'isolation (oxyde) avec le substrat et la capacité de couplage associée au substrat  $C_{Si}$  lui-même à travers cette même couche. On modélise habituellement ces capacités à partir du concept de capacité à plaques parallèles [8] :

$$C_s = n \cdot w^2 \frac{\epsilon_{ox}}{t_{1-2}} \quad (15)$$

$$C_{ox} = \frac{1}{2} \cdot l_T \cdot w \frac{\epsilon_{ox}}{t_{ox}} \quad (16)$$

$$C_{Si} = \frac{1}{2} \cdot l_T \cdot w \cdot C_{sub} \quad (17)$$

où  $n$  est le nombre de superpositions,  $w$  est l'épaisseur de la ligne,  $C_{sub}$  est la capacité du substrat,  $t_{ox}$  l'épaisseur d'oxyde sous le métal et  $t_{1-2}$  la distance entre les spires 1 et 2,  $l_T$  est la longueur totale de l'inductance et  $\epsilon_{ox}$  la permittivité de la couche d'isolation entre les spires et entre l'inductance et le substrat.

### 2.2.4 Facteur de qualité

Pour tout comportement RF ou micro-onde, le facteur de qualité est une grandeur essentielle qui caractérise la capacité du composant à stocker ou transmettre plus d'énergie qu'il n'en dissipe. C'est en particulier un des points les plus difficiles touchant à la conception des inductances intégrées. En effet, le facteur de qualité  $Q$  est extrêmement important pour l'inductance à haute fréquence car il traduit directement l'énergie stockée par le champ magnétique dans l'inductance [13]. Dans le cas idéal, l'inductance est un pur élément de stockage d'énergie ( $Q$  tend vers l'infini lorsque la fréquence tend vers l'infini) alors qu'en réalité les résistances parasites et les capacités vont limiter  $Q$ . Cela est dû au fait que les résistances parasites consomment de l'énergie par effet Joule et les capacités vont engendrer à n'importe quelle fréquence d'utilisation, une résonance  $f_{SR}$  de type LC au-delà de laquelle l'inductance se transforme en résistance pure. Si l'inductance est reliée à la masse comme dans la plupart des applications, alors le circuit équivalent de l'inductance peut être réduit à celui présenté par la figure 15.

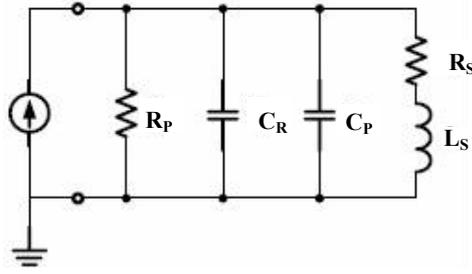


Figure 15 : Circuit équivalent d'une inductance reliée à la masse pour le modèle du facteur de qualité.

A partir d'un tel modèle, le facteur de qualité de l'inductance peut s'exprimer par [13] :

$$Q = \frac{\omega L_S}{R_S} \cdot \frac{R_P}{R_P + \left[ \left( \frac{\omega L_S}{R_S} \right)^2 + 1 \right] R_S} \cdot \left[ 1 - \frac{R_S^2 (C_S + C_P)}{L_S} - \omega^2 L_S (C_S + C_P) \right] \quad (18)$$

On reconnaît, dans l'équation précédente, un premier terme qui correspond au facteur de qualité simplifié, un second qui traduit les pertes substrat et un troisième exprime le facteur d'auto-résonance. Dans cette expression  $\omega$  est la pulsation,  $L_S$  est l'inductance série,  $R_S$  la résistance série,  $R_P$  la résistance de couplage et  $C_P$  la capacité de couplage.  $R_P$  et  $C_P$  sont reliés à  $R_{Si}$ ,  $C_{Si}$  et  $C_{ox}$  par la relation :

$$R_P = \frac{1}{\omega^2 C_{ox}^2 R_{Si}} + \frac{R_{Si} (C_{ox} + C_P)^2}{C_{ox}^2} \quad (19)$$

$$C_P = C_{ox} \frac{1 + \omega^2 (C_{ox} + C_{Si}) C_{Si} R_{Si}^2}{1 + \omega^2 (C_{ox} + C_{Si})^2 R_{Si}^2} \quad (20)$$

En ne tenant compte que de  $L_S$  et  $R_S$ ,  $Q$  devrait croître de façon monotone avec la fréquence. Cependant ce n'est pas le cas car les pertes substrat deviennent dominantes dans l'expression de  $Q$  à haute fréquence jusqu'au caractère auto-résonant de l'inductance. Les inductances intégrées sont habituellement élaborées sur un substrat Si conducteur (CMO et BICMOS), et les pertes substrat sont principalement dues aux couplages capacitifs et inductifs [14]. Le couplage capacitif représenté par  $C_P$  dans le modèle précédent (figure 15) entre la couche de métal et le substrat change le potentiel du substrat et induit un courant de déplacement. Le couplage inductif est dû au champ magnétique variant dans le temps qui pénètre le substrat. Un tel couplage induit un flux de courants induits dans le substrat. Le courant de déplacement et les courants induits donnent naissance aux pertes du substrat et de ce fait, dégradent les performances de l'inductance (figure 16).

Une conclusion importante peut être déduite de l'équation (18) : quand  $R_P$  tend vers l'infini, les pertes substrat tendent alors vers 1. Etant donné que  $R_P$  tend vers l'infini quand  $R_{Si}$

tend vers zéro ou l'infini, on voit que  $Q$  peut être considérablement amélioré soit en court-circuitant soit en mettant à la masse (au même potentiel) l'inductance et le substrat [13]. Ceci a donné lieu à une avancée majeure pour les inductances intégrées en introduisant le concept puis la fabrication de masses spécifiques (Patterned Ground Plane). Les inductances sont en ce sens affranchies des effets dans le substrat.

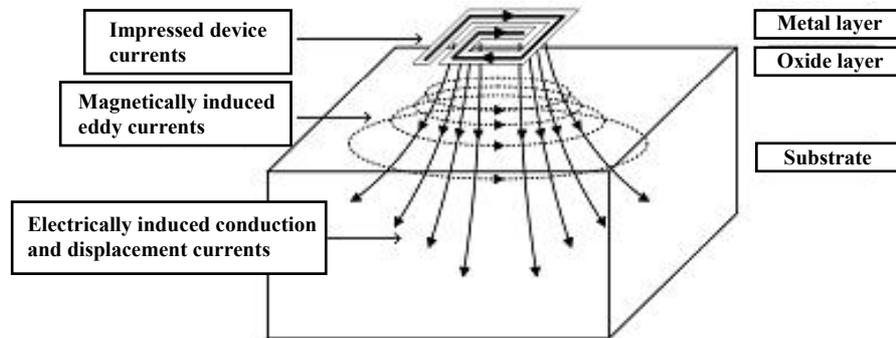


Figure 16 : Courants de Foucault et courant de déplacement dans le substrat induits par le flux de courant dans l'inductance.

## 2.3 Structures pour réduire les pertes « substrat »

Les performances de l'inductance peuvent être améliorées grâce aux structures avancées présentées dans ce paragraphe qui permettent de réduire les pertes dans le substrat.

### 2.3.1 Plan de masse

Comme il a été mentionné précédemment, les pertes substrat peuvent être réduites en diminuant la résistance du substrat  $R_{Sj}$ . Pour y parvenir, une couche de métal ou de silicium polycristallin peut être insérée entre l'inductance et le substrat pour être connectée à la masse. Cette approche, appelée « écrantage de masse », réduit la distance effective entre les spires de métal et la masse et par conséquent réduit les résistances de couplage du substrat. Mais l'utilité principale de l'écran est qu'il sert de plan d'arrêt à la propagation du champ électrique dans le substrat et donc annule les effets dissipatifs associés. Toutefois, si ce plan de masse était réalisé de façon continu (non fractionné) (SGS), les variations de champ électromagnétique dans l'inductance pourraient induire des courants induits dans le plan de masse et l'image réfléchie du champ électrique dans le plan de masse pourrait faire apparaître une inductance opposée affectant l'inductance principale (mutuelle négative) (figure 17 (a)). Il est donc nécessaire de structurer ou de fractionner l'écran afin de couper les boucles de courants induits tout en maintenant chaque élément au même potentiel [13] [15] [16] [17]. La figure 17 (b) et (c) montre un « Patterned Ground Shield » (PGS) typique et son influence sur le facteur de qualité. Sa présence améliore considérablement  $Q$ . Cette technique est entièrement représentative de tous les circuits RF actuellement utilisés dans l'industrie de la téléphonie mobile (STMicroelectronics compris).

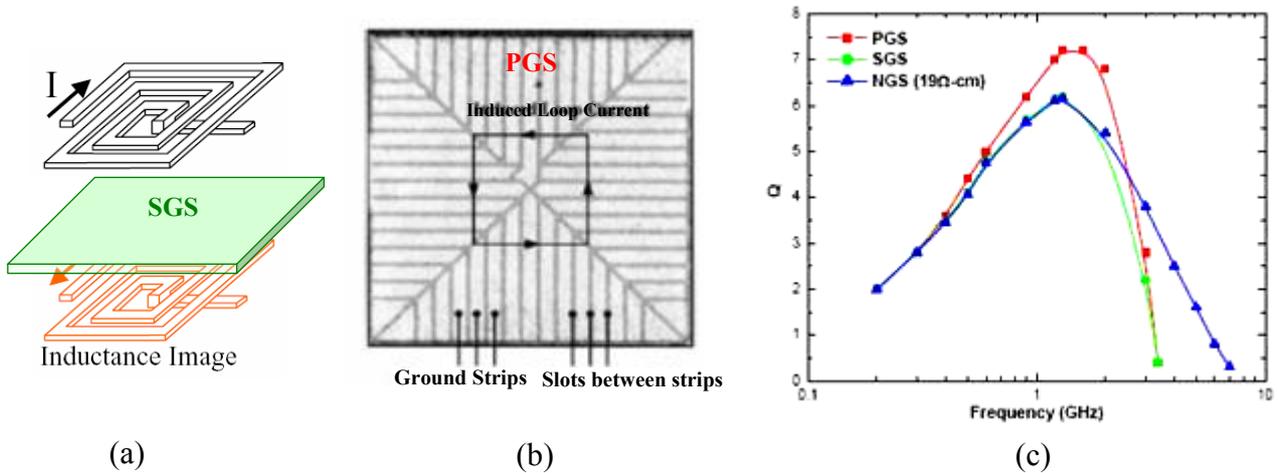


Figure 17 : Schéma d'un plan de masse entier (non fractionné) (SGS) avec formation de l'inductance image (a), schéma d'un plan de masse fractionné (patterné) (PGS) (b) et facteur de qualité d'un plan de masse entier (SGS), d'un plan de masse fractionné (PGS) et sans plans de masse (NGS) (c) [13].

### 2.3.2 Inductances sur substrat isolant localisé ou suspendues

Une autre façon d'augmenter le facteur de qualité serait d'augmenter la résistance du substrat  $R_{Si}$  proche de l'infini. Des inductances élaborées sur du quartz, du verre ou du silicium HR (hautement résistif  $\geq 3 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ ) présentent, en effet, des facteurs de qualité plus élevés que sur du Si standard ( $\sim 5 - 20 \text{ }\Omega\cdot\text{cm}$ ) [18]. Cependant, tous ces substrats sont évidemment incompatibles avec la réalisation de circuits actifs (CMOS ou BICMOS).

Toutefois, au lieu de construire directement l'inductance sur la surface d'un substrat Si à faible résistivité, il est possible de fabriquer spécifiquement une zone localisée hautement résistive et d'y placer les inductances [19]. Cela peut être accompli en utilisant l'implantation ionique par exemple. Chan et al. [19] sont parvenus à une fréquence de résonance de 7 % plus élevée et à une augmentation du facteur de qualité de 60 % grâce à cette approche. Une autre solution consiste à réaliser une zone localisée du silicium à haute densité de porosité, soit par procédé chimique (Si poreux), soit par gravure sèche (air-gap). Des inductances planaires en cuivre de  $3 \text{ }\mu\text{m}$  d'épaisseur ont été réalisées au CEA-Leti sur des substrats silicium avec formation de  $350 \text{ }\mu\text{m}$  de silicium poreux de constant diélectrique inférieur à 10 (figure 18 (a) et (b)). Le facteur maximum de qualité des inductances passe alors à 45 à 1,5 GHz (contre 10 à 15 à 0.5 GHz pour un substrat de Si standard) (figure 19 (a)) [20].

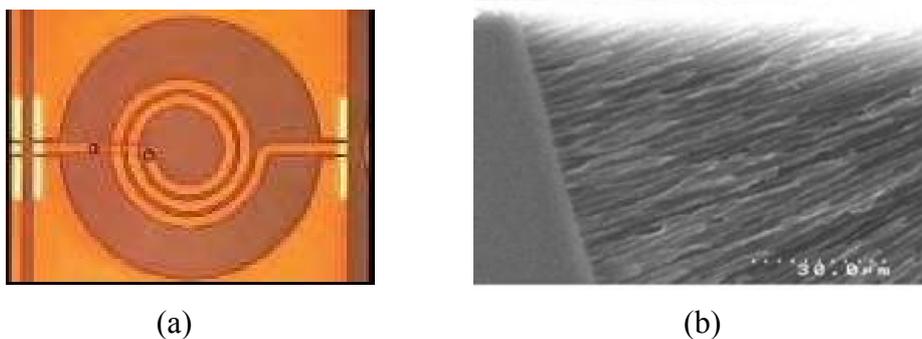
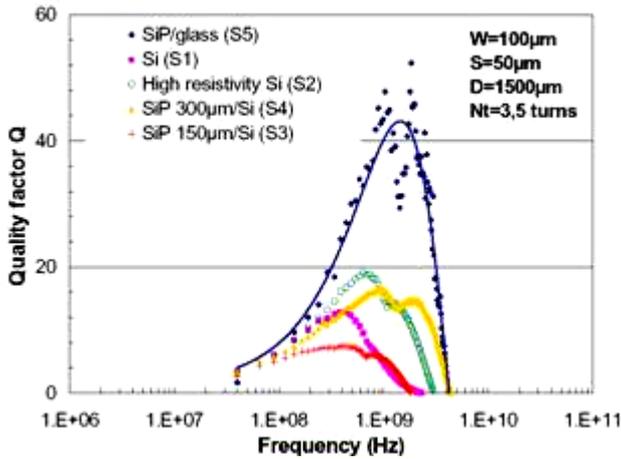


Figure 18 : Inductance cuivre épais sur silicium poreux (a), vue en coupe du silicium poreux (b) [20].



	S1	S2	S3	S4	S5
Substrates resistivity ( $\Omega.cm$ )	20	$4.10^3$	$15.10^{-3}$	$15.10^{-3}$	Removed
Porous Si layer thickness ( $\mu m$ )	-	-	150	300	300
Dielectric between inductor and substrate	SiO <sub>2</sub> 1 $\mu m$	SiO <sub>2</sub> 1 $\mu m$	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>

(a)

(b)

Figure 19 : Facteurs de qualité d'une inductance sur silicium poreux comparée à celui de la même inductance déposée sur silicium (a). Les caractéristiques du substrat et du silicium poreux sont définies dans le tableau (b) [20].

Le silicium peut être aussi enlevé partiellement sous l'inductance en utilisant une technique de tranchées profondes (figure 20 (a)) [21].

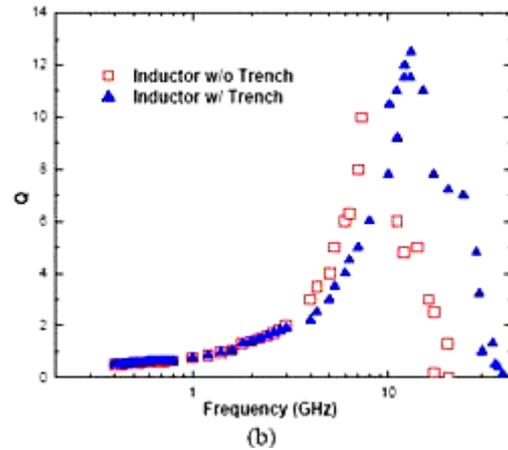
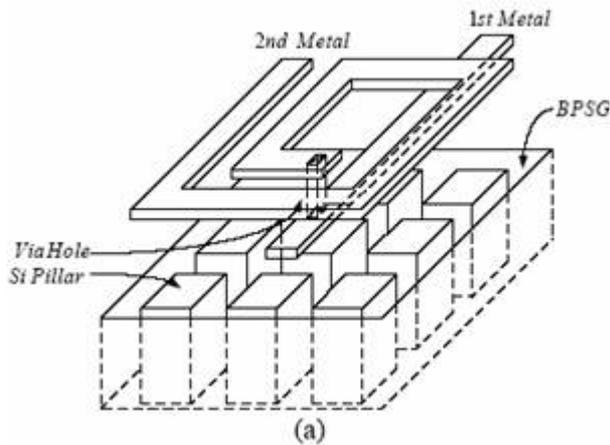


Figure 20 : Inductance sur substrat avec tranchées profondes (deep trench) (a) et facteur de qualité correspondant comparé à celui d'une inductance conventionnelle (b) [21].

Par ailleurs, l'essor des technologies MEMS a offert de nouvelles idées de façon à éloigner physiquement l'inductance du substrat ce qui permet de réduire grandement le couplage et les pertes substrat. En utilisant un procédé avancé, une inductance peut être construite suspendue au dessus de la surface de Si comme présentée dans la figure 21 (a) suivante [22].

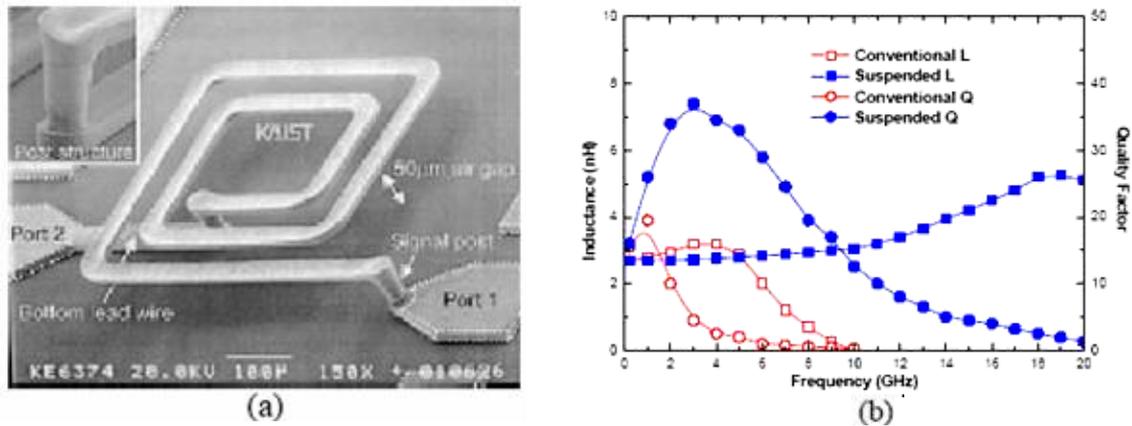


Figure 21 : Topologie d'une inductance suspendue (a) et comparaison des valeurs d'inductance et de facteur de qualité pour des inductances conventionnelle et suspendue (b) [22].

### 2.3.3 Inductances verticales

Une méthode alternative permettant de réduire les couplages du champ magnétique au substrat est de faire en sorte que le champ magnétique soit parallèle au substrat. Dans ce but, les travaux de recherche visant à permettre la fabrication d'inductances verticales avec plusieurs couches d'interconnexions ont été menées [23]-[24]. En utilisant ce principe, le champ magnétique est parallèle à la surface du substrat et le couplage est minimal. Ce type de structure implique cependant une augmentation de la capacité de couplage. Puisque qu'une forte épaisseur de métal est nécessaire pour la couche de contact des inductances horizontales, la capacité substrat inductance augmente énormément si l'inductance est directement déposée sur le Si. Dans ce cas, il est nécessaire d'utiliser un substrat hautement résistif [24], en suspendant les inductances dans l'air [25] ou même en réalisant les inductances sur du polydiméthyl-acrylamide (PDMA) [26]. La figure 22 (a) présente la topologie d'une inductance horizontale utilisant du PDMA et la figure 22 (b) la dépendance en fréquence du facteur de qualité d'une telle structure.

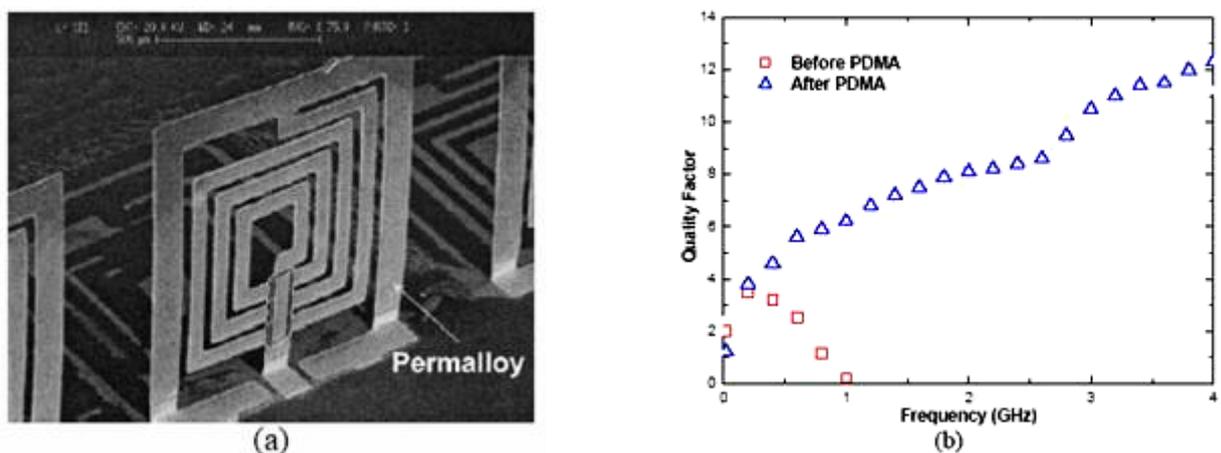


Figure 22 : Topologie d'une inductance horizontale élaborée sur du PDMA (a) et comparaison des facteurs de qualité d'une inductance conventionnelle et d'une inductance horizontale (b) [26].

## 2.4 Solutions pour réduire la résistance série

La résistance du métal donne naissance à la résistance de série  $R_S$  et il est toujours souhaitable de réduire la résistance propre du ruban afin de minimiser les pertes Joules dans le conducteur. La première idée consiste soit à augmenter l'épaisseur du conducteur soit à en changer la nature. Historiquement et pour des raisons de procédés de fabrication (risques de contamination métallique des lignes CMOS), c'est la première solution qui a longtemps prévalu. Elle a donné lieu à de nombreuses alternatives de fabrication mais exclusivement limitées à l'usage des différents niveaux de métal (Al) d'interconnexions. La deuxième n'est arrivée que dernièrement avec l'introduction du cuivre au sixième niveau de métal au dessus de la passivation finale. Ceci constitue la rupture technologique la plus importante de ces cinq dernières années avec un degré de liberté supplémentaire concernant l'épaisseur propre de cette couche. On parle alors de technologie AIC en cuivre épais.

### 2.4.1 Dérivation verticale

Parmi les premières solutions, on trouve les inductances dont les spires sont composées de plusieurs niveaux de métallisation en dérivation. Ainsi, l'épaisseur effective de l'inductance planaire est augmentée et l'effet de peau ainsi que la résistance série sont réduits. Une étude détaillée ainsi qu'une comparaison des inductances multi-couches sont présentées dans la référence [27]. Les inductances sont fabriquées à partir de plusieurs couches de métal (de M1 à M4), et ces couches peuvent être dérivées par des vias verticaux comme présentée sur la figure 23 (a) dans le cas d'une dérivation de M2, M3 et M4. Les résultats de la figure 23 (b) montrent une diminution de la résistance série et donc un facteur de qualité  $Q$  qui augmente avec le nombre de dérivations. Les performances de l'inductance sont donc optimisées par l'augmentation de l'épaisseur totale de métal sans pour autant augmenter la surface occupée.

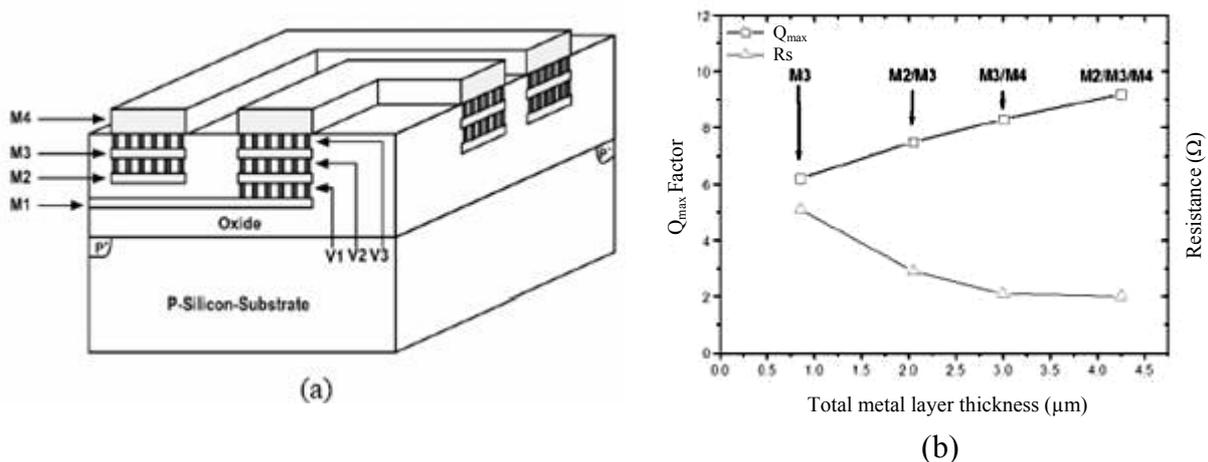


Figure 23 : Inductance avec couches de métal multiples (a) et maximum du facteur de qualité et de la résistance pour des inductance ayant un nombre différent de dérivation verticale (b) [27].

## 2.4.2 Cu épais en AIC

Le passage de la technologie classique aluminium « front-end » vers la technologie cuivre épais « Above IC » permet d'améliorer drastiquement les performances des inductances en terme de facteur de qualité. En effet, le cuivre possède une meilleure conductivité ( $\rho \sim 6.0 \cdot 10^7$  S/m) que l'aluminium ( $\rho \sim 3.8 \cdot 10^7$  S/m) et le facteur de qualité maximum est amélioré de plus de 60 % [28] (figure 24). Les procédés de fabrication d'inductances planaires en cuivre épais (4 à 5  $\mu\text{m}$ ) sont compatibles avec les contraintes des circuits de microélectronique et sont déjà en production industrielle.

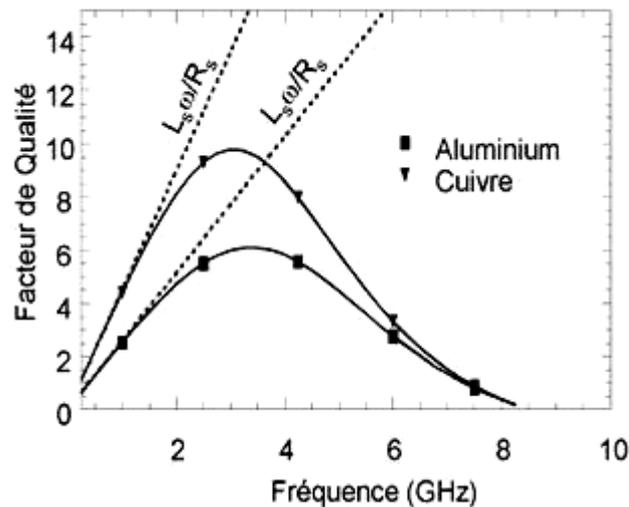


Figure 24 : Résultats de simulation du facteur de qualité d'une inductance en aluminium comparé à celui d'une inductance en cuivre [28].

## 2.5 Designs alternatifs visant à augmenter le facteur de qualité

Il existe d'autres phénomènes relevant aussi de la résistance propre de l'inductance qui affectent grandement le facteur de qualité. En particulier, les inductances spirales sont le siège de répartitions très inhomogènes du courant à haute fréquence en raison des différences de potentiel entre spires voisines. En effet, chaque spire possède une longueur déroulée d'autant plus faible qu'on va vers le centre de l'inductance. Les spires les plus centrales sont alors caractérisées par des résistances plus faibles et une concentration plus intense du champ magnétique. Elles seront donc le siège d'effets induits plus marqués. Il est donc important de symétriser ou d'homogénéiser la distribution du courant tout le long de la spirale. Il existe plusieurs solutions à cela.

### 2.5.1 Dérivation horizontale

Les spires immédiatement voisines sont réalisées sur deux niveaux de métal distincts et de façon symétrique de sorte que les tours complets intérieurs et extérieurs ont globalement la même résistance et la même inductance propre (et le même potentiel électrique). Cette approche, appelée dérivation horizontale, peut supprimer le courant d'encombrement et donc

augmenter  $Q$  [29]. Les figures 25 (a) et (b) suivantes présentent respectivement une telle inductance et son facteur de qualité. Elles prouvent que pour la même épaisseur de ligne le facteur de qualité augmente avec le nombre de fractionnements.

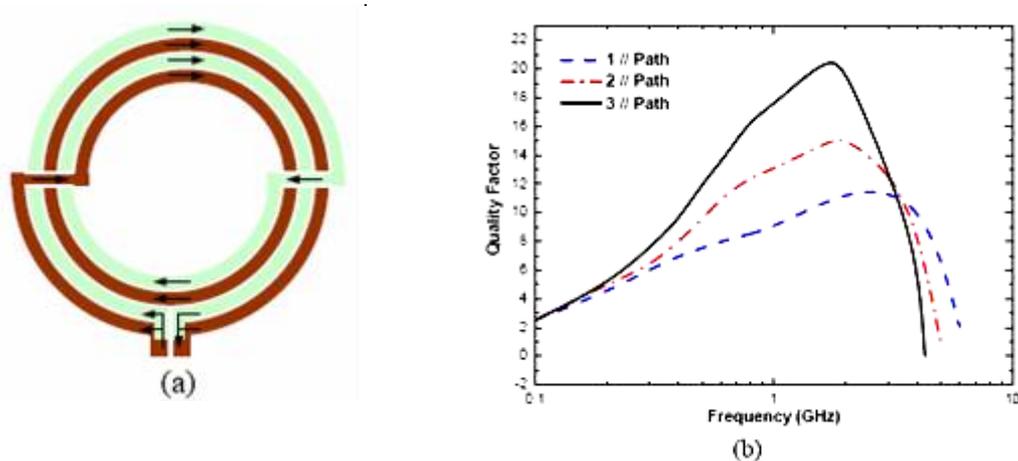


Figure 25 : Inductance avec spires séparées en deux chemins de dérivation du courant (a) et facteur de qualité d'une inductance en dérivation horizontale avec un, deux et trois chemins de courant (b) [29].

### 2.5.2 Largeur variable

Une autre solution qui vise les mêmes effets, consiste à élargir progressivement la largeur du ruban en fonction des tours enroulés vers le centre. Ces inductances sont appelées « effilées » ou « tapered » [30] [31] (figure 26).

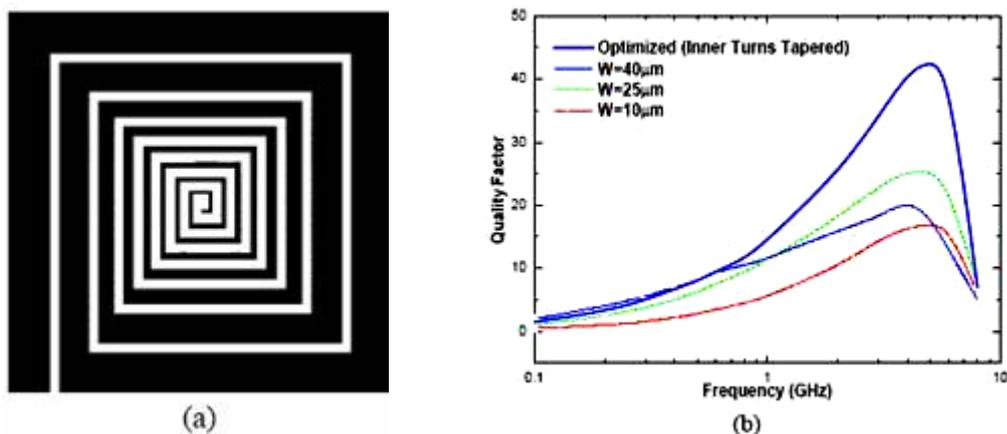


Figure 26 : Topologie d'une inductance « effilée » ou « tapered » (a) et facteur de qualité d'une telle inductance comparé à trois autres types non effilés [31].

### 2.5.3 Inductances symétriques

Habituellement l'enroulement d'une inductance spirale part de l'extérieur vers l'intérieur puis repart par un « underpass ». Ce type d'enroulement est appelé inductance non

symétrique (ou 2 ports) comme montré dans la figure 27 (a). Les structures à deux ports se prêtent en particulier à l'étude complète des phénomènes relevant à la fois de la transmission et de la réflexion de l'énergie mise en jeu. Le défaut de cette configuration est qu'elle ne possède pas de centre de symétrie. Dans le cas d'applications réelles, l'implantation des inductances nécessite plutôt une géométrie à un seul port (signal), le second ne servant qu'au retour du courant dans la ligne de masse du circuit CMOS. Ceci amène à développer des géométries spécifiques car il est alors possible de réaliser un véritable centre de symétrie pour l'inductance. Une structure améliorée avec enroulement symétrique appelée inductance symétrique (figure 27 (b)), permettra de meilleures performances [32]. Ceci est dû au fait que dans une inductance symétrique, le centre géométrique de l'inductance correspond exactement au centre électrique et magnétique ce qui augmente l'inductance mutuelle et donc l'inductance totale. Alors que le facteur de qualité et la résistance série de l'inductance sont améliorés (figure 27 (c)), la fréquence de résonance est réduite. En effet, la différence de potentiel AC est augmentée entre les spires voisines ce qui augmente la capacité de couplage et dégrade donc la fréquence de résonance [33].

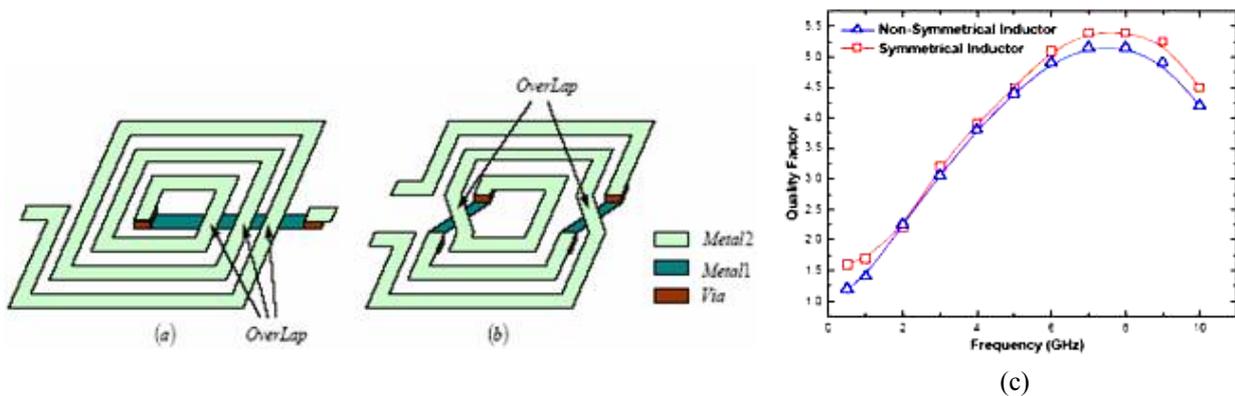


Figure 27 : Inductances spirales symétrique (a) et symétrique (b) et facteurs de qualité correspondant (c) [32].

L'inductance symétrique peut encore être améliorée en utilisant une structure double couche (figure 28 (a)) [34]. Les résultats suggèrent que ce type de structure présente un facteur de qualité bien plus élevée que son homologue simple couche (figure 28 (b)).

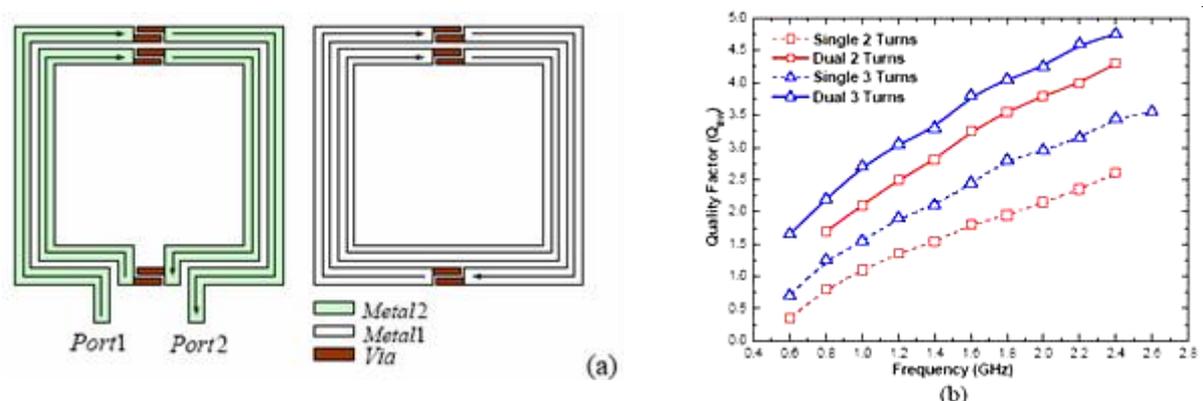


Figure 28 : Structure d'une inductance double couche symétrique (a) et facteurs de qualité d'inductances symétriques simple et double couche [34].

## 2.6 Solutions pour augmenter l'inductance

Augmenter l'inductance pour une surface occupée identique devient aujourd'hui le deuxième effort le plus important quant à l'optimisation des inductances planaires derrière celui consacré au facteur de qualité. Ceci constitue la motivation principale à l'utilisation de matériaux magnétiques comme nous allons le voir par la suite. Il existe cependant quelques solutions « classiques » intéressantes que nous allons décrire brièvement.

### 2.6.1 *Inductance empilée*

La possibilité de réalisation de l'inductance sur plusieurs niveaux de métallisation offre ici l'avantage de pouvoir mettre en série plusieurs inductances verticalement comme illustrée par la figure 29 (a). Cette méthode maximise l'inductance par unité d'aire. Il a été observé qu'une inductance de 10 nH peut être réalisée sur une surface de  $22 \mu\text{m} \times 23 \mu\text{m}$  [35]. C'est le principal avantage que peut offrir cette technologie. Les inconvénients sont un facteur de qualité et une fréquence de coupure relativement faibles dus à l'augmentation de la capacité de substrat ainsi que de la capacité entre les spires. Le facteur de qualité et la valeur d'inductance de telles inductances sont illustrés par la figure 29 (b).

### 2.6.2 *Inductance 3D miniature*

Comme nous l'avons déjà énoncé, il n'est pas possible de réaliser une inductance toroïdale ou solénoïde qui devrait présenter théoriquement une densité d'inductance surfacique (par rapport à la surface occupée dans le plan) beaucoup plus grande, du fait de la section efficace bien trop faible ici (séparation entre niveaux de métal). Une alternative a été proposée par Tang et al. [36], consistant en une sorte de solénoïde vertical qui peut donc bénéficier d'une section (ici dans le plan) très grande (figure 30 (a)). Par contre, ce dispositif est bien loin de répondre au modèle théorique d'un solénoïde à spires jointives.

L'inductance miniature, bien qu'assez complexe, possède une capacité de couplage minimale. Ceci mène à une fréquence de résonance bien plus élevée et un domaine en fréquence plus large pour un facteur de qualité élevé. Une comparaison des valeurs d'inductance et de facteur de qualité obtenues à partir de ces inductances par rapport à une inductance empilée classique est donnée par la figure 30 (b).

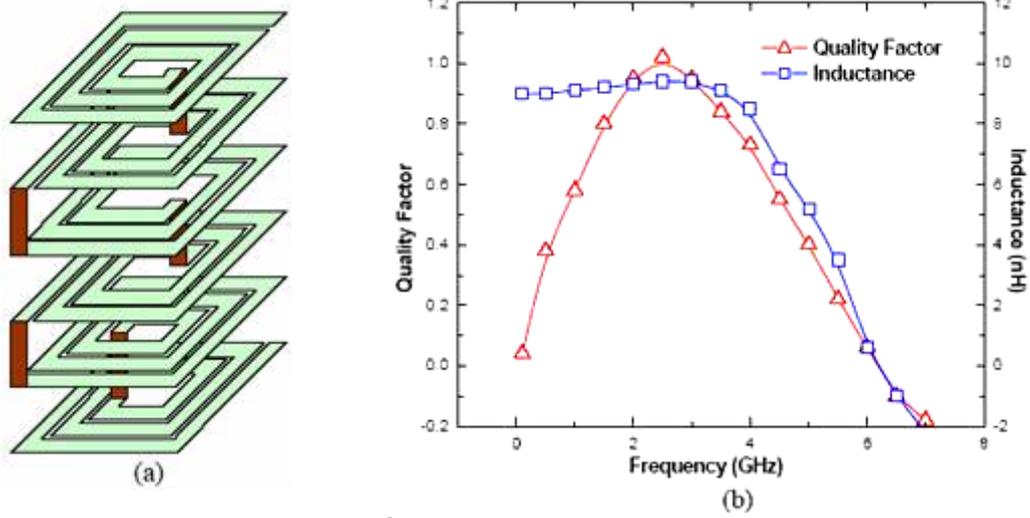


Figure 29 : Principe d'une inductance empilée avec six niveaux de métal (a) et facteur de qualité et valeur d'inductance correspondant (b) [35].

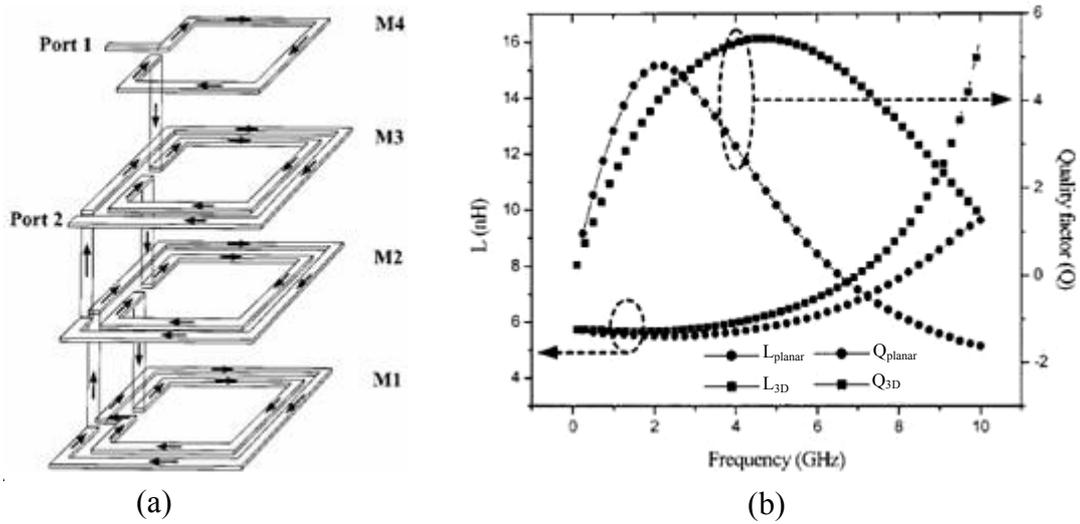


Figure 30 : Structure d'une inductance 3D miniature (a), valeurs d'inductance et de facteur de qualité (b) d'une inductance empilée classique et d'une inductance 3D [36].

### **3 Conclusion**

La fabrication d'inductance sur des substrats Si en technologie « front-end » est la technique la plus communément utilisée mais le comportement RF naturel de ces composants est assez médiocre à cause de la nature conductrice du Si qui donne naissance à de fortes pertes dans le substrat. La topologie des inductances a été optimisée pour améliorer le facteur de qualité débouchant sur des designs sophistiqués, mais ces méthodes résultent souvent d'un compromis. Contrairement à l'intégration en technologie CMOS laissant peu d'alternatives à ces difficultés, la technologie « Above IC » a ouvert la voie à de nouvelles investigations. Elle a offert, notamment, l'opportunité de développer des inductances planaires en cuivre épais et donne aujourd'hui la possibilité de les combiner avec des technologies plus ouvertes issues du monde des MEMS. Si des solutions pour les hauts facteurs de qualité émergent avec ces dernières, la limitation fondamentale en terme de densité surfacique d'inductance reste entière avec le design planaire. L'approche « Above IC » ouvre en ce sens une autre alternative avec l'introduction désormais possible des matériaux magnétiques en couches minces. Ceci a donné lieu à de nouvelles études sur les inductances RF dites « ferromagnétiques » comme nous allons le voir par la suite.

## Références

- [1] A. M. Niknejad, R. G. Meyer, “Design, simulation and applications of inductors and transformers for Si RF ICs”, Kluwer Academic Publishers, (2000).
- [2] K. Boak, “An introduction to telephone line interfacing using the PIC microcontroller”, [http://puggy.symonds.net/~catalyticideas/rat\\_ring/index](http://puggy.symonds.net/~catalyticideas/rat_ring/index).
- [3] S.-M. Oh, C.-W. Kim, S.-G. Lee, “A 74%, 1.56 ~ 2.71 GHz, wide-tunable LC-tuned VCO in 0.35  $\mu\text{m}$  CMOS technology”, *Microwave and Optical Technology Letters*, **37**, pp. 98-100, (2003).
- [4] C. P. Yue, “On-Chip Spiral Inductors for Silicon-Based Radio-Frequency Integrated Circuits”, Doctoral Dissertation, Stanford University, (1998).
- [5] S. Chaki, S. Aono, N. Anodoh, Y. Sasaki, N. Tanino, O. Ishihara, “Experimental study on spiral inductors”, *Digest of IEEE International Microwave, Theory and Techniques Symposium*, (1995).
- [6] N. M. Nguyen, R. G. Meyer, “Si IC-compatible inductors and LC passive filters”, *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, **25**, pp. 1028-1031, (1990).
- [7] K. B. Ashby, W. C. Finley, J. J. Bastek, S. Moinian, I. A. Koullias, “High Q inductors for wireless applications in a complementary silicon bipolar process”, *Proc. Bipolar/BiCMOS Circuits and Technology Meeting*, pp. 179–182, (1994).
- [8] C. P. Yue, S. S. Wong, “Physical modeling of spiral inductors on silicon”, *IEEE Transactions on Electron Devices*, **47**, (2000).
- [9] F. W. Grover, “Inductance Calculations”, New York, D. Van Nostrand Company, Inc. (1946).
- [10] S. Jenei, B. K. J. C. Nauwelaers, S. Decoutere, “Physics-based closed-form inductance expression for compact modeling of integrated spiral inductors”, *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, **37**, pp. 77-80, (2002).
- [11] S. S. Mohan, “The Design, modeling and optimization of on-chip inductor and transformer circuit”, Doctoral dissertation, Stanford University, (1999).
- [12] Y. Cao, R. A. Groves, N. D. Zamdmer, J. O. Plouchart, R. A. Wachnik, X. Huang, T. J. King, C. Hu, “Frequency-independent equivalent circuit model for on-chip spiral inductors”, *Proc. IEEE Custom Integrated Circuits Conference*, pp.217–220, (2002).
- [13] C. P. Yue, S. S. Wong, “On-chip spiral inductors with patterned ground shields for Si-based RF ICs”, *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, **33**, pp. 743–752, (1998).
- [14] T. Chiu, “Integrated on-chip inductors for radio frequency CMOS circuits”, Master Dissertation, Hong Kong Polytechnic University, (2003).
- [15] K. Murata, T. Hosaka, Y. Sugimoto, “Effect of a ground shield of a silicon on-chip spiral inductor”, *Asia-Pacific Microwave Conference*, pp. 177-180, (2002).
- [16] Y. E. Chen, D. Bien, D. Heo, and J. Laskar, “Q-enhancement of spiral inductor with N<sup>+</sup>-diffusion patterned ground shields”, *Digest of IEEE International Microwave Symposium*, **2**, pp. 1289-1292, (2001).
- [17] R. Mernyei, R. Darrer, M. Pardoen, A. Sibrai, “Reducing the substrate losses of RF integrated inductors”, *IEEE Microwave and Guided Wave Letters*, **8**, pp. 300–301, (1998).

- [18] J. N. Burghartz, "Progress in RF Inductors on silicon-understanding substrate losses", Digest of IEEE International Electron Devices Meeting, pp. 523-526, (1998).
- [19] K. T. Chan, C. H. Huang, A. Chin, M. F. Li, D.-L. Kwong, S. P. McAlister, D. S. Duh, and W. J. Lin, "Large Q-factor improvement for spiral inductors on silicon using proton implantation", IEEE Microwave and Wireless Components Letters, **13**, pp. 460-462, (2003).
- [20] A.-S. Royet, R. Cuchet, D. Pellissier, P. Ancey, "On the investigation of spiral inductors processed on Si substrates with thick porous Si layers", ESSDERC 2003, D5, 111, (2003).
- [21] H. Yoshida, H. Suzuki, Y. Kinoshita, H. Fujii, T. Yamazaki, "An RF BiCMOS process using high  $f_{SR}$  spiral inductor with premetal deep trenches and a dual recessed bipolar collector sink", IEEE International Electron Devices Meeting, pp. 213-216, (1998).
- [22] J.-B. Yoon, Y.-S. Choi, B.-I. Kim, Y. Eo, E. Yoon, « CMOS-compatible surface-micromachined suspended-spiral inductors for multi-GHz silicon RF ICs », IEEE Electron Device Letters, **23**, pp. 591-593, (2002).
- [23] J.-H. Son, S.-H. Kim, S.-W. Choi, D.-H. Rho, D.-Y. Kim, "Multilevel monolithic 3D inductors on silicon", Proc. IEEE Midwest Circuits and Systems Symposium, **2**, pp. 854-857, (2001).
- [24] D. C. Edelstein, J. N. Burghartz, "Spiral and solenoidal inductor structures on silicon using Cu-damascene interconnects," Proc. IEEE Interconnect Technology Conference, pp. 18-20, (1998).
- [25] Y.-J. Kim, M. G. Allen, "Integrated solenoid-type inductors for high frequency applications and their characteristics", IEEE Electronic Components and Technology Conference, pp. 1247-1252, (1998).
- [26] J. Zou, C. Liu, D.R. Trainor, J. Chen, J. E. Schutt-Aine, P.L. Chapman, "Development of three-dimensional inductors using plastic deformation magnetic assembly (PDMA)", IEEE Trans. Microwave Theory and Techniques, **51**, pp.1067- 1075, (2003).
- [27] J. N. Burghartz, M. Soyuer, K. A. Jenkins, "Microwave inductors and capacitors in standard multilevel interconnect silicon technology", IEEE Trans. Microwave Theory and Techniques, **44**, pp. 100-104, (1996).
- [28] J. Haidar, « Composants passifs intégrés pour les applications RF » conférence Minatec 2001.
- [29] L. F. Tiemeijer, D. Leenaerts, N. Pavlovic, R. J.Havens, « Record Q spiral inductors in standard CMOS », IEEE International Electron Devices Meeting, pp. 40.7.1-40.7.3, (2001).
- [30] J. R. Long, M. A. Copeland, "The Modeling, Characterization, and Design of Monolithic Inductors for Silicon RF IC's", IEEE Journal of Solid-State Circuits, **32**, (1997).
- [31] J. M. Lopez-Villegas, J. Samitier, C. Cane, P. Losantos, J. Bausells, "Improvement of the quality factor of RF integrated inductors by layout optimization", IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, **48**, (2000).
- [32] B.-L. Ooi, D.-X. Xu, P.-S. Kooi, "A comprehensive explanation on the high quality characteristics of symmetrical octagonal spiral inductor", IEEE Radio Frequency Integrated Circuits Symposium, pp.259-262, (2003).

- [33] C.-H. Wu, C.-C. Tang, S.-I. Liu, “Analysis of on-chip spiral inductors using the distributed capacitance model”, *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, **38**, pp.1040–1044, (2003).
- [34] S.-G. Lee, G.-J. Ihm, W.-C. Son, “Design and analysis of symmetric dual-layer spiral inductors for RF integrated circuits”, *IEEE Asia Pacific Conference*, pp. 5–8, (1999).
- [35] H. Feng, G. Jelodin, K. Gong, R. Zhan, Q. Wu, C. Chen, A. Wang, “Super compact RF IC inductors in 0.18  $\mu\text{m}$  CMOS with copper interconnects”, *IEEE Radio Frequency Integrated Circuits Symposium*, pp. 443–446, (2002).
- [36] C.-C. Tang, C.-H. Wu, S.-I. Liu, “Miniature 3-D inductors in standard CMOS process”, *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, **37**, pp. 471–480, (2002).





滝落ちて  
群青世界  
とどろけり

水原秋桜子

Cascade  
Les profondeurs d'un monde bleu  
Ont vibré

Shuoshi Mizuhara



# Chapitre 1: Notions de magnétisme et état de l'art des inductances ferromagnétiques

Ce chapitre est consacré, dans un premier temps, aux rappels des notions de magnétisme visant à poser les bases nécessaires à la compréhension des résultats présentés par la suite et, dans un deuxième temps, à l'état de l'art propre aux inductances ferromagnétiques et aux matériaux magnétiques qui s'y réfèrent. Ensuite, notre stratégie pour le développement du matériau magnétique RF sera divulguée.

<b>1</b>	<b>Rappels de magnétisme.....</b>	<b>36</b>
1.1	<b>Généralités .....</b>	<b>36</b>
1.1.1	<i>Origine du magnétisme des matériaux .....</i>	<i>36</i>
1.1.2	<i>Classification .....</i>	<i>38</i>
1.1.3	<i>Les termes d'énergie.....</i>	<i>41</i>
1.1.4	<i>La répartition en domaines magnétiques.....</i>	<i>46</i>
1.1.5	<i>Les parois magnétiques .....</i>	<i>49</i>
1.1.6	<i>Hystérésis magnétique: modèle de Stoner-Wohlfarth .....</i>	<i>50</i>
1.1.7	<i>Comportement réel .....</i>	<i>52</i>
1.1.8	<i>Microstructure et propriétés magnétiques douces.....</i>	<i>52</i>
1.1.9	<i>Théorie des fluctuations d'aimantation.....</i>	<i>55</i>
1.2	<b>Comportement dynamique.....</b>	<b>56</b>
1.2.1	<i>Axe facile : mécanisme de déplacement de paroi .....</i>	<i>57</i>
1.2.2	<i>Axe difficile : Dynamique d'aimantation en rotation cohérente .....</i>	<i>58</i>
<b>2</b>	<b>Les inductances ferromagnétiques .....</b>	<b>68</b>
2.1	<b>Contexte .....</b>	<b>68</b>
2.2	<b>Conception des inductances planaires ferromagnétiques.....</b>	<b>69</b>
2.2.1	<i>Evaluation de la valeur de l'inductance ferromagnétique.....</i>	<i>69</i>
2.2.2	<i>Circuit équivalent d'une inductance ferromagnétique.....</i>	<i>70</i>
2.2.3	<i>Facteur de qualité.....</i>	<i>71</i>
2.3	<b>Etat de l'art des inductances ferromagnétiques .....</b>	<b>72</b>
2.3.1	<i>Généralités pour les spécifications du matériau magnétique.....</i>	<i>72</i>
2.3.2	<i>Les designs de base.....</i>	<i>74</i>
2.3.3	<i>Etat de l'art des matériaux magnétiques granulaires pour la RF .....</i>	<i>81</i>
<b>3</b>	<b>Stratégie de développement.....</b>	<b>84</b>
3.1	<b>Spécifications pour le matériau magnétique.....</b>	<b>84</b>
3.2	<b>Choix du matériau magnétique .....</b>	<b>85</b>
3.2.1	<i>Etat de l'art sur les FeXN.....</i>	<i>85</i>
3.2.2	<i>Stratégie .....</i>	<i>86</i>
	<b>Références .....</b>	<b>87</b>

# 1 Rappels de magnétisme

## 1.1 Généralités

### 1.1.1 Origine du magnétisme des matériaux

En général, lorsqu'un solide est immergé dans un champ magnétique, celui-ci ne produit pas d'effet sensible sur la structure ou les propriétés du solide à l'exception de quelques substances, dites magnétiques, pour lesquelles le champ magnétique au voisinage de l'échantillon peut être multiplié par un facteur cent voire mille. Chacun des atomes de ce solide, au contact d'un champ magnétique, se comporte comme un petit aimant caractérisé par un moment magnétique. Ce moment est d'origine électronique [1].

#### a) Atome mono-électronique isolé

En électromagnétisme classique, un dipôle magnétique est associé à une boucle de surface  $S$  parcourue par un courant d'intensité  $i$ . Son moment magnétique est alors  $\vec{\mu} = i\vec{S}$  avec  $\vec{S}$  le vecteur surface. L'intérêt de cette description est qu'elle reste correcte en théorie quantique du magnétisme. En effet, un dipôle magnétique peut être associé à un courant de type orbital, dû à la rotation d'un électron autour du noyau de l'atome auquel il appartient (figure I-1).

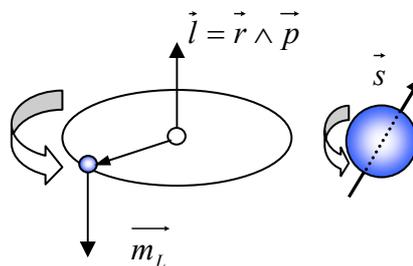


Figure I-1 : Moment cinétique orbital  $\vec{l}$ , moment magnétique orbital  $\vec{m}_L$  et moment cinétique de spin  $\vec{s}$  pour un atome mono-électronique.

Considérons un électron  $e^-$ , de masse  $m_e$ , décrivant un mouvement circulaire de rayon  $r$ . Le moment magnétique orbital  $\vec{m}_L$  de l'électron est proportionnel à son moment cinétique  $\vec{l}$  auquel il est opposé :

$$\vec{m}_l = -\frac{g_L \mu_B}{\hbar} \vec{l} \quad (\text{I-1})$$

$g_L$  est le facteur de Landé ( $g_L = 1$ ),  $\mu_B$  le magnéton de Bohr :  $\mu_B = \frac{|e|\hbar}{2m_e} = 9,27 \cdot 10^{-24} \text{ Am}^2$  et  $\hbar$  la constante de Planck.

Mais il existe aussi un moment magnétique de spin pour certaines particules (électrons, neutrons, protons, ...) qui est une propriété intrinsèque de ces particules. Une particule de ce type se comporte donc comme un minuscule moment magnétique, qui ne peut pas être associé

à un courant. On peut néanmoins imaginer que ce moment magnétique est lié à la rotation de la particule sur elle-même bien que cette image soit incorrecte.

Le moment magnétique de spin  $\vec{m}_s$  de l'électron est proportionnel au moment cinétique de spin  $\vec{s}$  :

$$\vec{m}_s = -\frac{g_s \mu_B}{\hbar} \vec{s} \quad (\text{avec } g_s = 2) \quad (\text{I-2})$$

La contribution totale d'un électron au moment magnétique de l'atome ( $\vec{m}_j$ ) est la somme des deux effets : celui de son moment orbital et celui de son spin.

$$\vec{m}_j = \vec{m}_l + \vec{m}_s = -(\vec{l} + 2\vec{s})\mu_B \quad (\text{I-3})$$

L'aimantation d'un milieu résulte donc de la contribution des moments magnétiques orbitaux et de spin des électrons.

### b) Moment magnétique total d'un atome poly-électronique

Le moment cinétique résultant d'un atome poly-électronique s'obtient en combinant les moments cinétiques orbitaux et de spin des électrons individuels. On applique la méthode du couplage  $LS$ , dit couplage de Russel-Saunders, en supposant que le couplage du mouvement orbital avec son spin est faible, et que par contre, les différents moments orbitaux des électrons  $\vec{l}_1, \vec{l}_2, \vec{l}_3 \dots$  interagissent fortement conduisant au moment orbital total :

$$\vec{L} = \sum_i \vec{l}_i \quad (\text{I-4})$$

D'autre part, les moments cinétiques de spins  $\vec{s}_1, \vec{s}_2, \vec{s}_3 \dots$  interagissent fortement pour se coupler et donner un moment résultant  $\vec{S}$  :

$$\vec{S} = \sum_i \vec{s}_i \quad (\text{I-5})$$

Le moment cinétique total de l'atome est alors donné par :

$$\vec{J} = \vec{L} + \vec{S} \quad (\text{I-6})$$

Quant au moment magnétique résultant de l'atome libre - c'est-à-dire non soumis à des potentiels extérieurs ou internes à la substance (cas des matériaux) - il est égal à la résultante du moment magnétique orbital  $-\vec{L}\mu_B$  et du moment magnétique de spin  $-\vec{S}\mu_B$ . On l'exprime en fonction du moment cinétique résultant  $\vec{J}$  sous la forme :

$$\vec{M}_j = -g_L \vec{J}\mu_B = -(\vec{L} + 2\vec{S})\mu_B \quad (\text{I-7})$$

Le facteur de Landé  $g_L$  associé à l'atome est donné par :

$$g_L = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)} \quad (\text{I-8})$$

Le rapport gyromagnétique  $\gamma$  permet d'estimer l'importance relative des contributions orbitales et de spin au moment magnétique des atomes de la substance considérée.

$$\gamma = \frac{\vec{M}_J}{\vec{L}} = -g_L \frac{e\hbar}{2m_e} \quad (\text{I-9})$$

### 1.1.2 Classification

Les substances magnétiques soumises à un champ magnétique extérieur  $\vec{H}$  produisent une induction magnétique  $\vec{B}$  à l'intérieur et à l'extérieur du matériau liée à  $\vec{H}$  et à l'aimantation  $\vec{M}$  par la relation suivante :

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} + \vec{M} \text{ exprimée dans le système SI} \quad (\text{I-10})$$

$$\vec{B} = \vec{H} + 4\pi \vec{M} \text{ exprimée dans le système CGS} \quad (\text{I-11})$$

$\mu_0$  correspond à la perméabilité magnétique du vide (vaut  $4\pi \cdot 10^{-7}$  en SI et 1 en CGS) et l'aimantation  $\vec{M}$  représente la densité volumique de moments magnétiques dans la substance.

Dans la suite, nous n'emploierons que le système CGS. Ce choix se justifie par l'utilisation « historique » de ce système dans l'état de l'art, auquel ce travail se rattache et dont la majeure partie est d'origine américaine et japonaise, résultant des efforts intenses consacrés, dans ces deux pays, à l'enregistrement magnétique depuis plus de quarante ans. La correspondance entre les deux systèmes est donnée en annexe 1.

Dans ce cas, rappelons les grandeurs les plus usuelles :

$$\vec{M} = \chi \vec{H} \quad (\text{I-12})$$

$$\vec{B} = (1 + 4\pi\chi) \vec{H} = \mu \vec{H} \quad (\text{I-13})$$

$\chi$  est la susceptibilité magnétique du milieu et  $\mu = 1 + 4\pi\chi$  est la perméabilité magnétique relative du matériau.  $\chi$  (grandeur microscopique) et  $\mu$  (grandeur macroscopique) caractérisent la facilité du matériau à s'aimanter sous l'effet d'un champ magnétique extérieur ou bien à canaliser des lignes de champs magnétiques environnantes. En électromagnétisme,  $\chi$  et  $\mu$  sont des tenseurs de grandeurs complexes. Selon les valeurs de  $\chi$  (ou de  $\mu$ ), il est possible de définir trois types de comportements magnétiques [2].

### a) Diamagnétisme

Caractérisé par  $\chi < 0$  et de faible amplitude ( $\sim 10^{-5} - 10^{-6}$ ), le diamagnétisme définit en général des substances qui ne comportent que des atomes non magnétiques. Il s'explique comme une réaction de la matière aux variations du champ magnétique extérieur (loi de Lenz). L'expression de la susceptibilité diamagnétique est la suivante :

$$\chi_d = \frac{M}{\mu_0 H} = -\mu_0 \frac{NZe^2}{6m} \langle r^2 \rangle \quad (\text{I-14})$$

Il s'agit de l'expression de Langevin corrigée par Pauli.  $Z$  représente le numéro atomique,  $\langle r^2 \rangle$  est la valeur moyenne du carré de la distance des électrons au noyau,  $N$  le nombre d'atomes par unité de volume,  $e$  la charge de l'électron et  $m$  la masse de l'électron. Nous constatons bien que  $\chi_d$  est négatif à cause du signe du courant dû au sens de rotation des électrons. Les gaz rares, quelques métaux (Cu, Zn, Au, Ag, ...), la plupart des métalloïdes ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , ...) et certains composés organiques sont diamagnétiques.

### b) Paramagnétisme

Défini par  $\chi > 0$  et inférieur à  $10^{-3}$ , le paramagnétisme se rencontre dans les substances dont les atomes possèdent un moment magnétique permanent mais non couplé. L'agitation thermique disperse l'orientation des moments et sans l'action d'un champ extérieur, les moments sont dirigés au hasard et leur résultante est nulle (figure I-3 (a)). Par contre, si un champ magnétique est appliqué dans le milieu, il va tendre à orienter les moments parallèlement à lui-même. Cependant, l'aimantation qui en résulte est très faible car l'effet de l'agitation thermique reste prépondérant. Le moment résultant de  $N$  atomes est donc fonction du rapport  $H/T$  du champ à la température absolue  $T$ . La susceptibilité magnétique des substances paramagnétiques a été calculée par Langevin et Brillouin :

$$\chi_p = \mu_0 \frac{Nm^2}{3kT} = \frac{C}{T} \quad (\text{I-15})$$

Dans cette expression,  $C$  représente la constante de Curie,  $m$  le module du moment magnétique de l'atome et  $k$  la constante de Boltzmann ( $k = 1,38 \cdot 10^{-23}$  J/K). De plus, cette relation n'est valable que si  $mH \ll kT$ . La plupart des gaz, les métaux alcalins et les matériaux ferromagnétiques et ferrimagnétiques, lorsqu'ils sont chauffés au dessus de leur température de Curie (que nous définirons plus loin), sont paramagnétiques.

### c) Ferromagnétisme

Avec le ferromagnétisme, l'aimantation spontanée ou rémanente est très élevée et  $\chi$  est très grand et varie avec  $H$ . Dans une substance ferromagnétique, les moments magnétiques d'atomes voisins sont parallèles entre eux (figure I-3 (b)). Cet alignement des moments est associé au fait qu'il existe une interaction interne appelée champ d'échange ou champ moléculaire. Ce champ d'échange peut être considéré comme l'équivalent d'une induction magnétique ( $\vec{B}_E$ ). Son intensité peut atteindre  $10^4$  kG. Dans l'approximation du champ moyen, chaque atome magnétique est donc soumis à un champ proportionnel à l'aimantation :

$\vec{B}_E = k\vec{M}$  où  $k$  est une constante indépendante de la température et où l'aimantation  $\vec{M}$  est, comme défini précédemment, le moment magnétique par unité de volume. Donc, chaque spin subit l'influence de ses proches voisins. La susceptibilité magnétique des substances ferromagnétiques est donnée par la loi de Curie-Weiss :

$$\chi_F = \frac{C}{T - T_C} \quad (\text{I-16})$$

Au-delà d'une certaine température critique ( $T_C$ ), les ferromagnétiques perdent leurs propriétés magnétiques et se comportent comme des paramagnétiques (figure I-2). Ce dernier point peut s'expliquer par le fait que lorsque la température augmente, l'agitation thermique des atomes augmente. Ces derniers deviennent plus mobiles et moins stables. Ainsi, dans les corps ferromagnétiques, les fluctuations des moments magnétiques atomiques, au-delà de la température de Curie sont telles, que le corps perd toute organisation magnétique et devient paramagnétique.

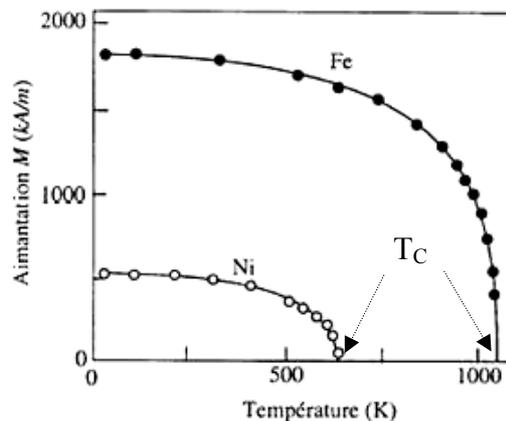


Figure I-2 : Aimantation à saturation ( $M$ ) en fonction de la température pour quelques substances ferromagnétiques : Ni et Fe. La température de Curie ( $T_C$ ) pour chacun des matériaux est repérée.

Il existe neuf éléments ferromagnétiques à l'état pur dans la nature : trois éléments de transition fer, cobalt et nickel, ainsi que six terre rares (Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm).

#### d) Antiferromagnétisme

Dans le cas de l'antiferromagnétisme, les moments des atomes sont fortement liés avec un couplage particulier caractérisé par un arrangement anti-parallèle (figure I-3 (c)). L'expression de la susceptibilité magnétique de composés antiferromagnétiques est donnée par la loi de Néel :

$$\chi_{AF} = \frac{C}{T + \theta_N} \quad (\text{I-17})$$

Lorsque la température augmente, l'arrangement antiparallèle se dégrade et la diminution de l'effet des forces d'alignement rend plus sensible l'action d'un champ extérieur. Cela explique la diminution de  $\chi$  jusqu'à  $\theta_N$ , appelée température de Néel, à laquelle le couplage antiferromagnétique disparaît. Pour  $T > \theta_N$ , le composé devient paramagnétique. Un grand nombre d'oxydes, certains métaux de transition sont antiferromagnétiques (FeO, CoO, Mn, NiO, NiMn, FeMn, IrMn...).

### e) Ferrimagnétisme

Par définition, un matériau ferrimagnétique est un matériau qui possède deux sous-réseaux qui n'ont pas la même aimantation (figure I-3 (d)). A l'intérieur d'un domaine, les moments de spins des atomes peuvent être opposés; le moment résultant étant positif, négatif ou nul. Le parallélisme ou l'anti-parallélisme des moments de spin est déterminé par la condition d'énergie d'échange minimale compte tenu de la valeur de l'intégrale d'échange dont la notion sera abordée dans le paragraphe suivant. Les ferrites sont des oxydes ferrimagnétiques.

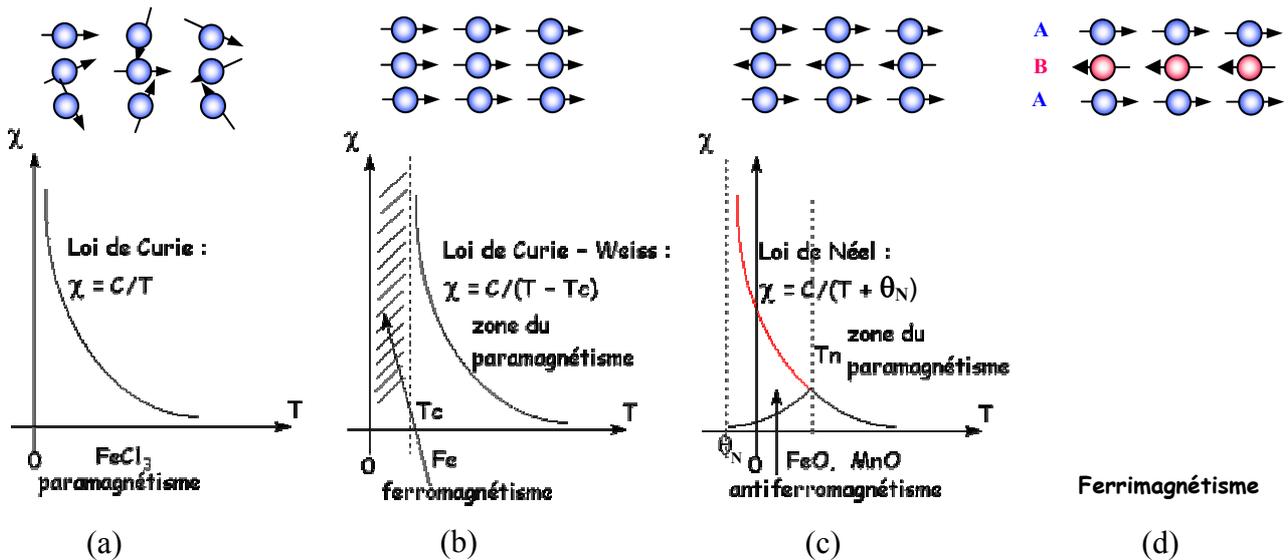


Figure I-3 : Réseau de spins et comportement de la susceptibilité magnétique en fonction de la température pour un matériau paramagnétique (a), ferromagnétique (b), antiferromagnétique (c) et ferrimagnétique (d).

### 1.1.3 Les termes d'énergie

#### a) Energie d'échange et couplage d'échange de Heisenberg

L'existence de forces de couplage entre les moments magnétiques d'atomes voisins tend à orienter ces moments selon une direction relative préférentielle. L'interaction la plus connue est le couplage d'échange d'Heisenberg qui parvient à dominer le désordre provoqué par l'agitation thermique, pour une température inférieure à la température de Curie, et à aligner tous les moments dans la même direction. Heisenberg a proposé de traduire les interactions d'échange entre les spins de deux atomes ou ions voisins par une énergie d'échange proportionnelle au produit scalaire de leurs deux spins  $\vec{S}_i$  et  $\vec{S}_j$  :

$$E_{ij} = -2J_{ij} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j = \frac{J_{ij}}{2\mu_B^2} \vec{m}_i \cdot \vec{m}_j \quad (\text{I-18})$$

$J_{ij}$  est l'intégrale d'échange qui caractérise le degré de recouvrement des orbitales des deux atomes.  $J_{ij}$  peut prendre une valeur :

- positive : les spins, et par conséquent les moments magnétiques, tendent à être orientés parallèlement entre eux (état d'énergie minimum). Il en résulte l'ordre ferromagnétique des moments magnétiques des atomes voisins ( $\uparrow\uparrow\uparrow\uparrow$ ).

- négative : ce qui favorise une orientation antiparallèle des spins et par suite, des moments magnétiques : c'est l'ordre antiferromagnétique ( $\uparrow\downarrow\uparrow\downarrow$ ) ou ferrimagnétique ( $\uparrow\downarrow\uparrow$ ).

### b) Energie potentielle magnétique ou de Zeeman

L'énergie de Zeeman correspond à l'interaction entre les moments magnétiques et le champ extérieur appliqué  $\vec{H}$ . Elle est minimale lorsque tous les moments sont alignés avec le champ extérieur. Sa densité s'écrit :

$$E_z = -\vec{M} \cdot \vec{H} \quad (I-19)$$

### c) Energie d'anisotropie magnétocristalline

Un matériau ferromagnétique idéal (monocristal) s'aimante plus facilement selon certaines directions du cristal appelées **axes de facile aimantation**. Par opposition, les directions, selon lesquelles, il est le plus difficile d'aligner l'aimantation, sont appelées **axes de difficile aimantation**. Il existe donc une anisotropie magnétocristalline. On caractérise cet effet par l'amplitude du champ d'anisotropie, égale à la différence des champs nécessaires pour aimanter le cristal à saturation suivant la direction de difficile et de facile aimantation. On exprime l'énergie d'anisotropie par le développement en série des fonctions trigonométriques des angles que fait le vecteur aimantation avec les axes principaux du cristal. Ces expressions sont établies en tenant compte des conditions de symétrie. Pour un cristal, la densité volumique d'énergie  $E_K$  peut se développer selon les puissances croissantes des cosinus directeurs de l'aimantation  $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3 \dots$  et en fonction des constantes d'anisotropie magnétocristalline  $K_1, K_2, K_3$  relatives à chaque axe cristallographique [3] :

$$E_K = K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \dots \quad (I-20)$$

Les constantes d'anisotropie cristalline dépendent principalement de la composition de l'alliage et varient en fonction de la température. Généralement les constantes d'anisotropie diminuent avec la température et tendent vers des valeurs nulles aux abords de la température de Curie. La figure I-4 suivante montre la valeur de l'aimantation pour diverses substances magnétiques : Co, Fe et Ni selon les différentes directions du cristal et en fonction du champ magnétique appliqué. Ceci permet de repérer les axes de facile et de difficile aimantation du matériau qui sont résumés dans le tableau I-1 avec les valeurs des constantes d'anisotropie  $K_1$  et  $K_2$  correspondantes pour le Fe, le Co, le Ni et le permalloy.

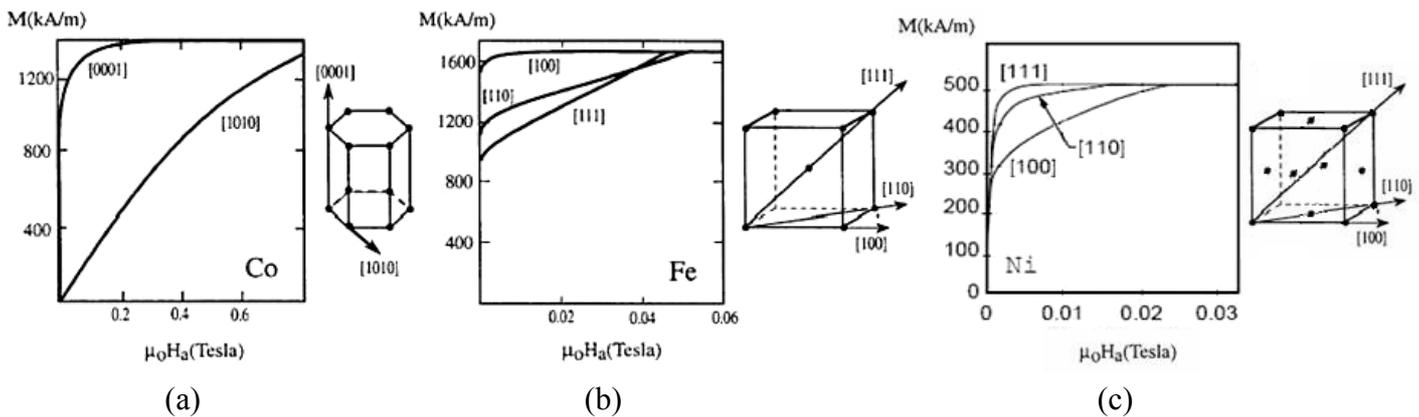


Figure I-4 : Aimantation en fonction du champ appliqué pour des échantillons monocristallins de cobalt (a), de fer (b) et de nickel (c) pour diverses orientations du champ magnétique appliqué par rapport aux axes cristallographiques du cristal. Ces résultats sont donnés à  $T = 300 \text{ K}$ .

Substances et alliages	Symétrie	Constantes d'anisotropie			
		$K_1$ (erg/cm <sup>3</sup> )	$K_2$ (erg/cm <sup>3</sup> )	Axe facile	Axe difficile
Fe	Cubique Centrée	$4.8 \cdot 10^5$	$5 \cdot 10^4$	[001]	[111] [110]
Ni	Cubique Faces Centrées	$-4.5 \cdot 10^4$	$2.3 \cdot 10^4$	[111]	[001] [110]
Co	Hexagonale Centrée	$4.5 \cdot 10^6$	$1.5 \cdot 10^6$	[0001]	[1010]
Permalloy	Cubique Faces Centrées	$4 \cdot 10^3$	$\sim 0$	[111]	[001] [110]

Tableau I-1: Valeurs des constantes d'anisotropie de quelques substances à la température ambiante.

#### d) Energie d'anisotropie induite

Il existe un autre type d'anisotropie, le plus souvent uniaxiale dite induite car due à l'application d'un champ magnétique uniaxial pendant l'élaboration de l'alliage, ce qui introduit un ordre atomique à courte distance selon un axe privilégié. Pour une substance mince uniaxiale, lorsque l'aimantation  $\vec{M}$  est contenue dans le plan de la couche et fait un angle  $\theta$  avec l'axe de facile aimantation, l'énergie d'anisotropie induite s'écrit :

$$E_{Ku} = K_U \sin^2 \theta \quad (\text{I-21})$$

$K_U$  est la constante d'anisotropie uniaxiale.

#### e) Magnétostriction et énergie magnétoélastique

La découverte de la magnétostriction est attribuée à Joule en 1842 qui montra l'allongement d'un barreau de fer lorsque celui est aimanté selon sa longueur. Cet allongement correspond à une déformation élastique du réseau cristallin qui se place dans l'état d'énergie libre minimale [4]. La magnétostriction linéaire  $\lambda$  est la variation relative de

longueur  $\Delta l$  par unité de longueur, lorsque le matériau de longueur initiale  $l$  est aimanté à saturation à partir d'un état désaimanté.  $\lambda$  est définie par :

$$\lambda = \frac{\Delta l}{l} \quad (\text{I-22})$$

La magnétostriction est positive lorsque la matériau s'allonge dans la direction d'application du champ (Fe) et, elle est négative dans le cas contraire (Co, Ni). De l'ordre de plus ou moins  $10^{-5}$  pour la plupart des éléments ferromagnétiques, elle peut être quasiment nulle pour certains alliages avec une composition spécifique (Permalloy  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ ). Les valeurs de la magnétostriction à saturation  $\lambda_s$  dépendent des directions du cristal, on les note  $\lambda_{100}$ ,  $\lambda_{110}$ ,  $\lambda_{111}$  ... .

La magnétostriction a son origine dans le couplage spin-orbite. Ce dernier décrit l'interaction du spin de l'électron avec son orbitale et provoque l'alignement des spins parallèles ou antiparallèles dans la maille. L'orientation du moment magnétique d'un atome est donc fortement liée à celle de son nuage électronique, lequel n'est généralement pas isotrope. Par ailleurs, dans un solide, les nuages électroniques ne sont pas orientés au hasard; ils s'arrangent de façon à minimiser l'énergie associée à leurs interactions. Cela détermine les distances entre atomes et la structure cristalline du solide mais aussi les directions préférentielles de l'aimantation. Par exemple, l'interaction du champ cristallin (champ électrique établi par les atomes voisins ou les ions de la maille) avec les orbitales électroniques est responsable de l'anisotropie magnétocristalline. L'application d'un champ magnétique extérieur, en faisant tourner les moments magnétiques hors de leur direction d'équilibre, entraîne les nuages électroniques d'où la déformation du matériau. La contrainte induite dans la maille est à l'origine de la magnétostriction.

Il existe un effet inverse au phénomène de magnétostriction. Ce phénomène est le plus important et souvent contraignant dans la pratique. De même qu'un champ magnétique peut déformer le cristal, une contrainte mécanique (tension ou compression) peut faire évoluer l'état d'aimantation du matériau par le biais d'une énergie supplémentaire dite magnétoélastique et affecter la direction originale de l'aimantation [4]. La densité d'énergie magnétoélastique  $E_\sigma$  s'écrit [5] :

$$E_\sigma = -\frac{3}{2} \lambda_s \sigma \cos^2 \theta \quad (\text{I-23})$$

$\sigma$  est la contrainte subie par le matériau dans un plan cristallographique donné,  $\lambda_s$  la magnétostriction à saturation et  $\theta$  l'angle entre l'aimantation et la direction de la contrainte.

$\lambda_s$  peut s'exprimer facilement pour les principales directions cristallographiques et on rappellera ici son expression pour une texture [110] et une texture aléatoire (« random ») :

$$\lambda_{\langle 110 \rangle} = \frac{11}{32} \lambda_{100} + \frac{3}{5} \lambda_{111} \quad (\text{I-24})$$

$$\lambda_{\langle rdm \rangle} = \frac{2}{5} \lambda_{100} + \frac{3}{5} \lambda_{111} \quad (\text{I-25})$$

### f) Energie de champ démagnétisant ou magnétostatique propre

Lorsqu'un corps ferromagnétique, de dimension finie, est plongé dans un champ magnétique extérieur ( $H_{\text{ext}}$ ), la composante normale de l'aimantation subit une discontinuité à travers la surface ( $\text{div} \overline{M}_s \neq 0$ ). On considère généralement qu'il apparaît aux bords de l'échantillon « des pôles magnétiques », par analogie avec l'électrostatique, qui induisent un champ à l'intérieur du matériau et de direction opposée à  $\overline{M}_s$  (figure I-5).

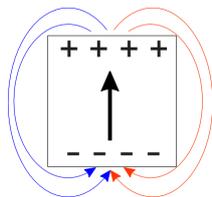


Figure I-5 : Illustration du phénomène de pôles magnétiques.

Ce champ, appelé champ démagnétisant  $\overline{H}_d$ , s'oppose au champ extérieur et diminue ainsi le champ magnétique perçu à l'intérieur du matériau. Ce champ a pour expression générale :

$$\overline{H}_d = -4\pi M_s \overline{\overline{N}} \quad (\text{I-26})$$

$\overline{\overline{N}}$  est un opérateur tensoriel, sans dimension, ayant une représentation simple dans les cas où l'échantillon a une forme géométrique simple (cylindre, disque, sphère) se rapprochant d'une forme théorique ellipsoïdale. Dans ces conditions, le tenseur est linéaire :

$$\overline{\overline{N}} = \begin{vmatrix} N_x & 0 & 0 \\ 0 & N_y & 0 \\ 0 & 0 & N_z \end{vmatrix} \quad (\text{I-27})$$

$N_x, N_y, N_z$  sont les coefficients de champ démagnétisant suivant trois axes de références  $O_x, O_y, O_z$  liés aux axes de symétrie de l'ellipsoïde et dépendent de la géométrie. Ce champ démagnétisant introduit une anisotropie supplémentaire, dite de forme, car les composantes du tenseur  $\overline{\overline{N}}$  ne sont généralement pas égales. Dans le système CGS,  $N_x = N_y = N_z = 4\pi$  (et 1 dans le système SI). Les valeurs de  $N_x, N_y$  et  $N_z$  sont tabulées pour un certain nombre de géométries et peuvent être approximées par des formules analogiques dont la formule (I-28) d'Aharoni [6] pour un parallélépipède de longueur  $2c$ , de largeur  $2a$ , d'épaisseur  $2b$  et saturé dans sa longueur ( $O_z$ ).

$$\begin{aligned} \pi N_z = & \frac{b^2 - c^2}{2bc} \ln \left( \frac{\sqrt{a^2 + b^2 + c^2} - a}{\sqrt{a^2 + b^2 + c^2} + a} \right) + \frac{a^2 - c^2}{2ac} \ln \left( \frac{\sqrt{a^2 + b^2 + c^2} - b}{\sqrt{a^2 + b^2 + c^2} + b} \right) + \frac{b}{2c} \ln \left( \frac{\sqrt{a^2 + b^2} + a}{\sqrt{a^2 + b^2} - a} \right) \\ & + \frac{a}{2c} \ln \left( \frac{\sqrt{a^2 + b^2} + b}{\sqrt{a^2 + b^2} - b} \right) + \frac{c}{2a} \ln \left( \frac{\sqrt{b^2 + c^2} - b}{\sqrt{b^2 + c^2} + b} \right) + \frac{c}{2b} \ln \left( \frac{\sqrt{a^2 + c^2} - a}{\sqrt{a^2 + c^2} + a} \right) \\ & + 2 \arctan \left( \frac{ab}{c\sqrt{a^2 + b^2 + c^2}} \right) + \frac{a^3 + b^3 - 2c^3}{3abc} + \frac{a^2 + b^2 - 2c^2}{3abc} \sqrt{a^2 + b^2 + c^2} \end{aligned}$$

$$+ \frac{c}{ab} \left( \sqrt{a^2 + c^2} + \sqrt{b^2 + c^2} \right) - \frac{(a^2 + b^2)^{3/2} + (b^2 + c^2)^{3/2} + (a^2 + c^2)^{3/2}}{3abc} \quad (\text{I-28})$$

Les autres facteurs démagnétisants  $N_X$  et  $N_Y$  sont dérivés de cette équation en appliquant la permutation  $c \rightarrow a \rightarrow b \rightarrow c$ .

### 1.1.4 La répartition en domaines magnétiques

Ainsi, un corps ferromagnétique sera le siège de toutes ces énergies mises en jeu et cherchera à en minimiser la résultante globale. La minimisation de la somme de toutes les énergies antagonistes amène l'aimantation à se répartir en domaines. Les domaines sont des zones, à l'intérieur desquelles, l'aimantation reste homogène mais dont la direction moyenne diffère pour chaque domaine. La figure I-6 représente différentes structures en domaines possibles.

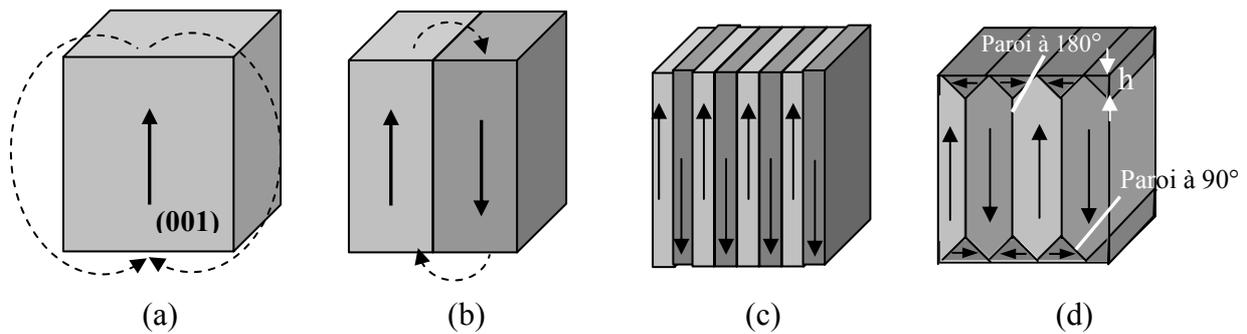


Figure I-6 : Différentes configurations de structures en domaines.

Une structure stable en domaines magnétiques est déterminée donc par le minimum de l'énergie libre totale  $E_T$  du matériau :

$$E_T = E_K + E_{Ku} + E_Z + E_D + E_\sigma + E_\delta + \dots \quad (\text{I-29})$$

$$E_K : \text{énergie d'anisotropie magnétocristalline} : E_K = K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + \dots \quad (\text{I-30})$$

$$E_{Ku} : \text{énergie d'anisotropie induite} : E_{Ku} = K_U \sin^2 \theta \quad (\text{I-31})$$

$$E_Z : \text{énergie Zeeman en présence d'un champ } \vec{H} : E_Z = -\vec{M} \cdot \vec{H} \quad (\text{I-32})$$

$$E_D : \text{énergie magnétostatique} : E_D = -\frac{1}{2} \vec{M} \cdot \vec{H}_D \quad (\text{I-33})$$

$$E_\sigma : \text{énergie magnétoélastique} : E_\sigma = -\frac{3}{2} \lambda_s \sigma \cos^2 \theta \quad (\text{I-34})$$

$E_\delta$  : énergie de l'ensemble des parois

La configuration des domaines dépend donc, non seulement des propriétés intrinsèques du matériau ( $M_s$ ,  $K_u$ ,  $\lambda_s$ ...), mais aussi de sa forme et de son histoire antérieure. A titre

d'exemple, considérons le cas d'un parallélépipède ferromagnétique (fer) de dimensions : 1 cm × 1 cm × 0,5 μm dont les faces correspondent aux plans (100) (figure I-7).

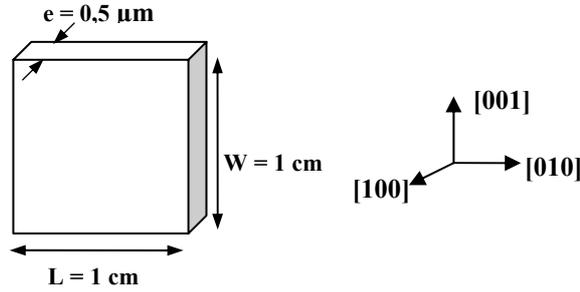


Figure I-7 : Parallélépipède ferromagnétique avec repérage des dimensions et des directions.

La structure la plus simple correspond à la structure monodomaine (figure I-6 (a)) pour  $E_K = E_{Ku} = E_\delta = 0$  et  $E_\sigma \approx 0$  si aucune contrainte interne n'est induite par cette structure. L'énergie associée pour cette configuration ne dépend que de l'énergie magnétostatique due à l'apparition des pôles libres sur les faces supérieures et inférieures (100) :

$$E_T^a = E_D^a = \left( \frac{1}{2} N_D M_S^2 \right) V \quad (I-35)$$

$$N_D \approx \frac{4\pi}{3}, M_s = 1730 \text{ emu.cm}^{-3} \text{ et } V = 5 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^3$$

L'application numérique donne :  $E_T^a = 313 \text{ erg}$ .

Afin de minimiser son énergie, le cristal se subdivise en n domaines parallèles et étroits (figure I-6 (c)). Puisqu'un nombre égal de pôles "N" et "S" apparaît sur chaque face (100), l'énergie magnétostatique est grossièrement divisée par n et il s'est formé (n-1) paroi à 180° de surface  $S_b$ . Dans ces conditions, on obtient :

$$E_T^c = E_D^c + (n-1) E_\delta = \frac{1}{n} E_D^a + \gamma_{180^\circ(100)} \cdot (n-1) S_b \quad (I-36)$$

$$\gamma_{180^\circ(100)} = 1,24 \text{ erg.cm}^{-2} [7] \text{ et } S_b = 5 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2.$$

L'application numérique pour n = 20 donne  $E_T^c = 15,7 \text{ erg}$ . Cette énergie est vingt fois plus faible que pour le cas monodomaine mais reste encore élevée par rapport au cas réel.

Une autre possibilité pour abaisser l'énergie totale consiste à introduire des domaines de fermeture qui permettent de refermer les lignes de flux magnétiques à l'intérieur du cristal, éliminant ainsi les pôles magnétiques sur les surfaces. La figure I-6 (d) montre quatre domaines séparés par des parois à 90° étendues selon les plans (110). Aucun pôle libre n'apparaît sur les surfaces libres du cristal ainsi l'énergie magnétostatique ( $E_D$ ) est nulle. Cependant, il existe une énergie due à la formation des parois à 180° et à 90° dont les surfaces sont notées respectivement  $S_{180^\circ}$  et  $S_{90^\circ}$  ainsi qu'une énergie magnétostrictive car les parois imposent des contraintes afin de prévenir tout changement de dimension qui relaxerait les contraintes d'origine magnétostrictive. En posant  $\sigma = \lambda_{100} \cdot C_{11}$  où  $C_{11}$  est une constante

élastique (les autres composantes de la contrainte et de la déformation sont nulles), nous avons :

$$E_T^d = E_\sigma + E_\delta = \frac{1}{2} \lambda_{100}^2 \cdot C_{11} \cdot V_F + \gamma_{180^\circ(100)} \cdot S_{180^\circ} + \gamma_{90^\circ(110)} \cdot S_{90^\circ} \quad (I-37)$$

$V_F = \frac{1}{2} d^2 \cdot e \cdot n$  est le volume des domaines de fermeture.

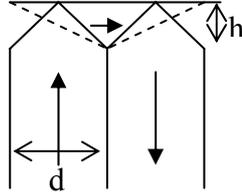


Figure I-8 : Déformation magnétostrictive liée aux domaines de fermeture.

Supposons une structure avec huit domaines parallèles, leur largeur est :  $d = \frac{W}{n} = 0,00125 \text{ cm}$ .

$$S_{180^\circ} = (n-1) \cdot (W-2h) \cdot e \quad (I-38)$$

$W$  étant la hauteur du cristal et  $h$  la dimension des domaines de fermeture (figure I-8) :

$$S_{90^\circ} = 2n \cdot \frac{d}{\cos \frac{\pi}{4}} \cdot e \quad (I-39)$$

$\lambda_{100} = 2,07 \cdot 10^{-5}$ ,  $C_{11} = 2,41 \cdot 10^{12} \text{ dyne.cm}^{-2}$ ,  $\gamma_{180^\circ(100)} = 1,24 \text{ erg.cm}^{-2}$ ,  $\gamma_{90^\circ(110)} = 1,07 \text{ erg.cm}^{-2}$  [7]

Ces valeurs portées dans l'équation donnent une énergie :  $E_T^d = 2,14 \cdot 10^{-3} \text{ erg}$ .

En somme, l'énergie la plus faible des quatre structures considérées est la structure multi-domaines avec des domaines de fermeture ( $10^5$  fois inférieure à la structure monodomaine). L'association de domaines en bandes parallèles ( $180^\circ$ ) et de domaines de fermeture ( $90^\circ$ ) est donc la structure la plus favorable car elle seule permet la minimisation des effets magnétostatiques. C'est bien ce que l'on observe en réalité dans les alliages à base de Fer ou de Nickel. Par exemple, la figure ci-dessous montre la photographie prise au microscope à effet Kerr de la structure en domaines magnétiques d'un échantillon de FeTaN élaboré dans le cadre de la thèse (figure I-9).

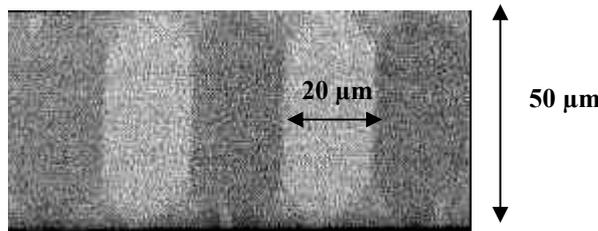


Figure I-9 : Structure en domaine observée au microscope à effet Kerr pour du FeHfN 100 nm.

### 1.1.5 Les parois magnétiques

Nous venons de voir qu'il est énergétiquement plus favorable pour un solide ferromagnétique anisotrope de se subdiviser en domaines principaux dans lesquels les moments magnétiques sont alignés suivant une direction de facile aimantation. Les parois sont alors les interfaces obligées entre les domaines. A l'intérieur de la paroi, les moments magnétiques participant à la transition se trouvent écartés progressivement de la direction de facile aimantation. Cette configuration correspond au meilleur compromis entre les termes d'énergie qui entrent en jeu : l'énergie d'échange et l'énergie d'anisotropie. De la compétition entre ces deux énergies résulte la largeur de la paroi magnétique.

Dans les matériaux magnétiques, on connaît une grande variété de topographies de domaines et de parois liées à la minimisation des énergies présentes. Dans les matériaux massifs, on trouve principalement des parois de Bloch [8] à l'intérieur desquelles les moments magnétiques effectuent une rotation dans l'épaisseur du matériau (figure I-10 (a)).

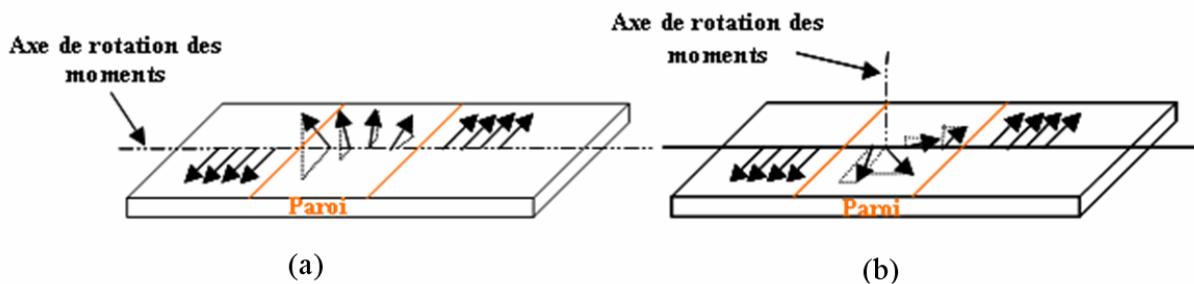


Figure I-10 : Distribution de l'aimantation à l'intérieur d'une paroi de Bloch (a) et d'une paroi de Néel (b) dans une couche mince uniaxiale à aimantation planaire.

Néel a montré que l'existence d'une paroi de Bloch devenait énergétiquement défavorable en dessous d'une certaine épaisseur, du fait de la trop forte valeur de l'énergie démagnétisante de la paroi. Dans ce cas, les moments magnétiques de la paroi tournent dans le plan du film. Une telle paroi est appelée paroi de Néel [9] et est représentée sur la figure I-10 (b). La transition entre une paroi de Bloch et une paroi de Néel n'apparaît pas de manière soudaine à une épaisseur donnée. Par conséquent, il existe une gamme intermédiaire d'épaisseurs de couche où les parois sont de type mixte, encore appelées "cross-tie walls". La paroi centrale est une paroi de Néel parsemée de lignes de Bloch. Elle représente la configuration énergétique la plus faible pour des faibles épaisseurs. La figure suivante illustre l'observation de ce type de paroi au MFM sur un échantillon de  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  (figure I-11).

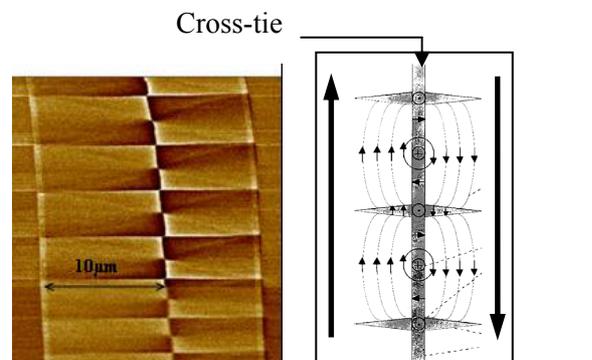


Figure I-11 : Observation au MFM d'une paroi « cross-tie ».

### 1.1.6 Hystérésis magnétique: modèle de Stoner-Wohlfarth

Considérons un matériau idéal (monocristallin) dans lequel il n'y a pas de parois magnétiques ou bien celles-ci sont incapables de se mouvoir sous l'influence d'un champ magnétique extérieur, le renversement de l'aimantation du matériau résultera d'une rotation uniforme des moments magnétiques dans l'intégralité du matériau. Une description classique de cette situation a été donnée par Stoner-Wohlfarth en considérant une couche mince ferromagnétique monodomaine à anisotropie uniaxiale [10]. Tous les moments magnétiques dans le matériau peuvent être représentés par un vecteur d'aimantation moyenne à saturation  $\vec{M}_s$ , celui-ci faisant un angle  $\phi$  avec l'axe de facile aimantation. On applique un champ statique  $\vec{H}$  suivant une direction qui fait un angle  $\beta$  avec l'axe de facile aimantation. Le système est représenté sur la figure I-12.

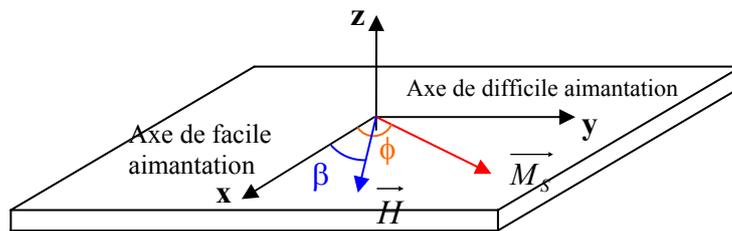


Figure I-12 : Représentation de la couche mince à anisotropie uniaxiale.

Le modèle de Stoner-Wohlfarth, dans sa forme la plus simple, n'utilise que deux termes énergétiques : l'énergie magnétique ( $E_Z$ ) due à un champ extérieur  $\vec{H}$  et une énergie d'anisotropie uniaxiale ( $E_{Ku}$ ). On obtient alors l'expression de l'énergie totale de l'aimantation :

$$E = -\vec{M}_s \cdot \vec{H} + K_U \sin^2(\phi) \quad (\text{I-40})$$

Précisons que cette expression néglige :

- la présence de domaines magnétiques (aimantation monodomaine)
- la 3<sup>ème</sup> composante de l'aimantation (problème plan)
- le champ démagnétisant
- la magnétostriction
- le caractère multiaxial (plusieurs axes de facile aimantation)

En développant l'expression précédente, on obtient :

$$E = -M_s \cdot H \cos(\phi - \beta) + K_U \sin^2(\phi) \quad (\text{I-41})$$

La position d'équilibre de l'aimantation minimise l'énergie totale ce qui revient à écrire:

$$\frac{\partial E}{\partial \phi} = M_s \cdot H \sin(\phi - \beta) + 2K_U \sin \phi \cos \phi \quad (\text{I-42})$$

Pour que cette solution soit stable, il faut avoir en plus :  $\frac{\partial^2 E}{\partial \phi^2} \geq 0$

L'équation I-42 n'a de solution analytique simple que pour deux valeurs :  $\beta = \pi/2$  et  $\beta = 0$  ou  $\pi$ , c'est à dire lorsque le champ est appliqué selon la direction de difficile aimantation ou selon la direction de facile aimantation.

**a) Champ selon la direction de difficile aimantation :  $\beta = \pi/2$**

Dans le premier cas, l'équation s'écrit :

$$E = -M_s \cdot H \sin(\phi) + K_U \sin^2(\phi) \quad (I-43)$$

La position d'équilibre est alors donnée par :

$$\sin \phi = \frac{M_s \cdot H}{2K_U} \quad (I-44)$$

La courbe d'aimantation reste linéaire pour  $H < \frac{2K_U}{M_s}$ .

Cette valeur définit ainsi le champ à saturation selon l'axe difficile, encore appelé champ d'anisotropie  $H_k$ . Si le champ appliqué est supérieur à ce dernier, l'aimantation est saturée et reste alignée avec H. A partir du tracé du cycle d'hystérésis on peut aussi évaluer la valeur du champ  $H_k$  (figure I-13 (a)). En effet, c'est la valeur du champ à partir de laquelle l'aimantation est alignée avec celui-ci.  $4\pi M_s$  est l'aimantation à saturation du matériau. La perméabilité intrinsèque définit la capacité du matériau à canaliser les lignes de champs magnétiques.

Selon l'axe difficile  $\mu_i$  est définie comme la pente de la courbe :

$$\mu_i = \frac{4 \pi M_s}{H_k} + 1 \quad (I-45)$$

Selon l'axe facile :  $\mu_i = 1$

**b) Champ selon la direction de facile aimantation :  $\beta = 0, \pi$**

Dans le second cas, on obtient un cycle rectangulaire, du fait de la discontinuité existante. On peut établir qu'il existe deux états d'équilibre du système et l'aimantation forme alors un angle de 0 ou  $\pi$  avec l'axe facile. La figure I-13 (b) représente le cycle obtenu. L'application de ce modèle offre l'illustration simple du phénomène d'hystérésis selon l'axe facile. Ici, ce que l'on appelle communément le champ coercitif ( $H_c$ ) se résume à la valeur de  $H_k$ , de part les hypothèses restrictives du modèle. Même si cette description n'est pas réaliste, comme nous allons le voir, elle montre que si l'on considère l'origine de l'anisotropie comme purement magnétocristalline ( $K_1$ ), il est nécessaire de réduire cette dernière pour avoir un comportement doux. C'est la motivation principale aux choix de compositions spécifiques pour les alliages qui ont donné lieu à certains matériaux de référence comme le  $Ni_{80}Fe_{20}$  ou le  $FeSi_{6,5\%}$  ...

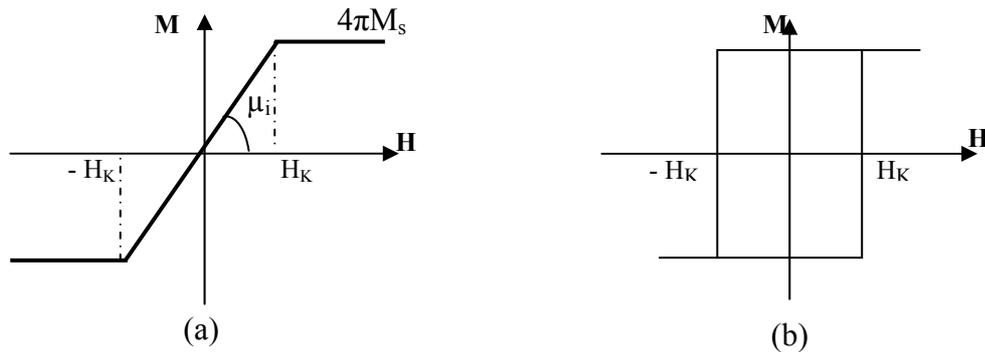


Figure I-13 : Cycles d'hystérésis suivant l'axe difficile (a) et l'axe facile (b).

### 1.1.7 Comportement réel

Dans la plupart des cas réels, les matériaux sont polycristallins, multi-domaines et s'écartent par conséquent des hypothèses du modèle de Stoner-Wohlfarth. Ce dernier offre cependant une description très réaliste du comportement réel en axe difficile ( $H_K$ ) puisque c'est essentiellement un mécanisme de rotation cohérente d'aimantation qui est mise en jeu, en présence de parois (à condition toutefois que ces dernières soient strictement perpendiculaires au champ appliqué). A l'inverse, le comportement en axe facile est, dans la réalité, principalement dépendant de la densité, de la nature et de la capacité à se mouvoir des parois magnétiques. La transition entre états de saturation se fait plus ou moins spontanément mais avec des champs dits coercitifs beaucoup plus faibles que le champ d'anisotropie exprimé par Stoner-Wohlfarth. Le caractère fondamental des matériaux doux est alors principalement attaché à la notion de coercitif. Cette dernière est difficile à décrire du point de vue théorique. Cependant, il ressort, de façon assez générale, que ce sont avant tout les grains dans les alliages polycristallins qui influent sur ce champ coercitif. Ils constituent, en effet, les pièges naturels à la propagation des parois (sites d'ancrage) de part les joints de grains qui les délimitent. Nous verrons qu'il existe deux directions opposées quant à l'amélioration du caractère doux des matériaux ferromagnétiques selon qu'ils révèlent des alliages massifs ou des couche minces.

### 1.1.8 Microstructure et propriétés magnétiques douces

La corrélation entre microstructure et propriétés magnétiques douces est illustrée par la figure I-14 où les valeurs de champ coercitif  $H_C$  sont tracées en fonction de la taille des grains  $D$  pour différents alliages [11].

#### a) Matériaux massifs ou alliages magnétiques classiques

Ils sont issus de la métallurgie conventionnelle et obtenus par solidification lente à partir de l'état liquide permettant à l'alliage une cristallisation complète. L'épaisseur, en général, varie de quelques centaines de  $\mu\text{m}$  à plusieurs mm. En effet, de part leur nature principalement isotrope, on cherche à augmenter la taille des grains afin de minimiser le champ coercitif  $H_c$ . Dans ces alliages, les propriétés magnétiques douces résultent

essentiellement de la mobilité des parois (nombreuses) qui sont extrêmement sensibles à toutes les imperfections du matériau qu'elles soient chimiques (impuretés, précipités, ...), physiques (lacunes, dislocations, joints de grains) ou mécaniques (contraintes). Une texture privilégiée est favorable et la formation d'un monocristal est le cas idéal. Les alliages historiques sont les tôles Ni-Fe et Fe-Si pour l'électromécanique et la transformation d'énergie.

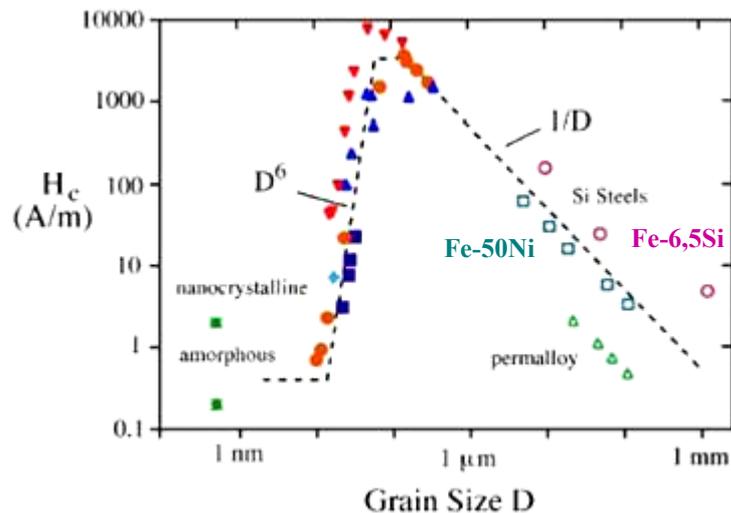


Figure I-14 : Évolution du champ coercitif  $H_C$  en  $D^6$  et en  $1/D$  avec la dimension  $D$  des grains pour différents matériaux magnétiques doux.

### b) Alliages amorphes

A l'opposé, on trouve la famille, plus récente, des alliages amorphes ferromagnétiques qui sont caractérisés par une absence de réseau cristallin et d'ordre à grande distance. Le désordre atomique procure des propriétés magnétiques extrêmement douces du fait de l'absence d'anisotropie magnétocristalline d'une part, et de défauts de réseau (joints de grains) d'autre part. Le désordre chimique lui confère, par ailleurs, une résistivité élevée ( $\sim 150 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ ) et une magnétostriction faible ( $\sim 10^{-6}$ ). Les alliages amorphes ferromagnétiques doux se répartissent en deux groupes, selon leurs conditions d'élaboration. Ils sont obtenus par addition d'une quantité élevée (teneur 25 % atomique environ) soit :

- d'éléments métalloïdes amorphisants : B, C, Si, P ..... à une base de Fe
- d'un composé intermétallique tel que Zr, Nd, Hf, Ta ..... à une base de Co

### c) Alliages nanocristallins

Entre les deux cas extrêmes précédents, on trouve la famille des alliages nanocristallins. Ils sont constitués de nanograins souvent dispersés dans une phase amorphe qui occupent 20 à 30 % du volume. Ils d'abord été obtenus par solidification rapide de matériaux à base de Fe. Les propriétés magnétiques d'une telle structure nanocristalline peuvent devenir excessivement douces [12]. L'explication repose sur le concept d'anisotropie aléatoire évanescence (ou « Random Vanishing Anisotropy ») développé par Herzer [13]. Rappelons simplement que, dans les corps ferromagnétiques, il existe une longueur spécifique

( $L_{ex}$ ), à partir laquelle, le parallélisme des moments est imposé par le couplage d'échange.

$$L_{ex} \sim \sqrt{A/K_1} \quad (I-46)$$

$A$  : constante d'échange

$K_1$  : constante d'anisotropie magnétocristalline

Dans le cas des alliages nanocristallins, cette longueur de corrélation est voisine, voire plus faible que le diamètre des grains. Les interactions d'échange ferromagnétique peuvent donc s'étendre sur plusieurs grains. L'anisotropie magnétocristalline résultante  $K_1$ , propre à chaque grain, s'annule alors pratiquement par un effet de moyenne, principalement due à la distribution aléatoire des grains dans le volume « couplé » (figure I-15). Cela revient à dire qu'il existe des volumes où l'aimantation est considérée comme homogène à une échelle supérieure à celle des grains. Le déplacement des parois et donc le champ coercitif deviennent, en première approximation, indépendants de la notion de grains et d'anisotropie magnétocristalline ( $K_1$ ).

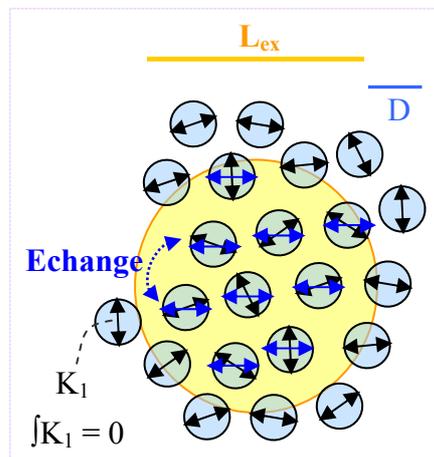


Figure I-15 : Représentation schématique du modèle d'anisotropie aléatoire appliqué à des nanograins enrobés par une matrice amorphe.

Dans ces conditions, la constante d'anisotropie effective  $\langle K \rangle$  représentative d'un volume « couplé » peut s'écrire :

$$\langle K \rangle \approx K_1 \left( \frac{D}{L_{ex}} \right)^6 = \frac{D^6 K_1^4}{A^3} \quad (I-47)$$

On arrive alors à la formulation de  $H_c$  dans les films nanocristallins proposée par Hoffmann :

$$H_c = \frac{\langle K \rangle}{4\pi M_s} \approx \frac{K_1^4 A^{-3}}{4\pi M_s} D^6 \quad (I-48)$$

En conséquence, on conçoit aisément que le caractère doux soit ici principalement associé à la réduction de la taille des grains.

### 1.1.9 Théorie des fluctuations d'aimantation

Bien que la nature intrinsèque des alliages nanocristallins les prédispose à un comportement naturellement doux, il existe un certain nombre de situations où l'aimantation à l'intérieur des volumes « couplés » n'est pas parfaitement homogène. On parle alors de fluctuations locales d'aimantation à l'intérieur de ces mêmes volumes (figure I-16). Ces effets peuvent être pénalisants pour des applications dynamiques. C'est Hoffmann qui en a donné l'explication la plus poussée [14]. Il a effectivement proposé une description plus fine de l'anisotropie effective moyenne ( $K_{eff}$ ) à l'intérieur d'un volume « couplé » en prenant en compte le nombre de grains  $N$  dans volume considéré et la déviation standard d'une fonction trigonométrique dont les constantes sont d'origine monocristalline ( $K_I$ ,  $\lambda_{100}$ ,  $\lambda_{111}$ ,  $\sigma_i$ ) et qui tient compte de la symétrie des cristallites.

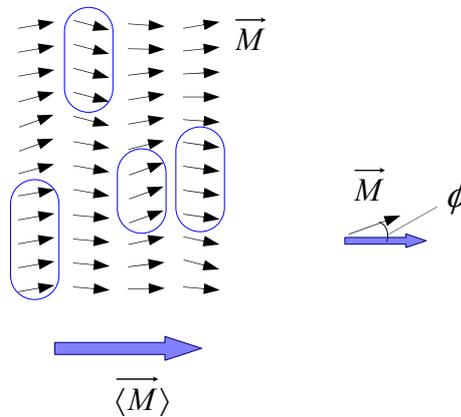


Figure I-16 : Fluctuations d'aimantation longitudinales. La direction locale d'aimantation et le volume couplé sont représentés.

La déviation de l'anisotropie locale est donnée par  $\langle K_S \sigma_l \rangle$  où  $\sigma_l$  est la déviation standard d'une fonction trigonométrique déterminée par la symétrie des grains. Ainsi, l'anisotropie effective locale est donnée par :

$$K_{eff} = \frac{\langle K_S \cdot \sigma_1 \rangle}{\sqrt{N}} = \frac{\langle K_S \cdot \sigma_1 \rangle D}{\sqrt{n}} (4\sqrt{\pi})^{-1} 2^{1/8} M_S^{1/8} A^{-3/8} \left( H \pm \frac{2Ku}{M_S} \right)^{5/8} \quad (I-49)$$

Le nombre de grains dans le volume couplé  $N$  est donné par le rapport du volume couplé sur le volume des grains :

$$N = \frac{V_{coupl}}{V_{grains}} \quad (I-50)$$

$$V_{grains} = \frac{dD^2}{n} \quad (I-51)$$

$D$  : diamètre moyen des grains

$d$  : épaisseur du film

$n$  : nombre de grains dans l'épaisseur ( $n = 1$  pour une croissance colonnaire et  $n = d/D$  pour des grains cubiques)

$$V_{coupl} = 4\pi 2^{7/4} d^{3/2} M_S^{-1/4} A^{3/4} \left( H \pm \frac{2Ku}{M_S} \right)^{-5/4} \quad (I-52)$$

On choisit le signe + si la champ H est appliqué selon EA et – si H est appliqué selon HA.

A : constante d'échange

Ku : énergie d'anisotropie uniaxiale ( $\frac{2Ku}{M_S} = Hk$ )

On introduit alors le facteur de structure S du film dont dépend au premier ordre  $K_{eff}$  :

$$S = \frac{\langle K_S \cdot \sigma_1 \rangle D}{\sqrt{n}} \quad (I-53)$$

Avec cette description, on comprend également que  $K_{eff}$  sera réduite quand S lui est réduit c'est-à-dire principalement en réduisant la taille des grains.

Il existe cependant d'autres contributions potentielles à minimiser S par le biais de  $\langle K_S \sigma_i \rangle$ . En effet, prenons l'expression la plus usuelle pour  $\langle K_S \sigma_i \rangle$  établie par Doyle et Finnegan qui prend en compte la texture (ici (110)) et les effets magnéto-élastiques de la maille à travers les constantes de magnétostriction  $\lambda_{100}$  et  $\lambda_{111}$  du cristal et le stress isotrope intrinsèque  $\sigma_i$  [15]:

$$K_S \sigma_i = \sqrt{\frac{8}{105}} \sqrt{\left\{ K_1 + \frac{3}{8} (\lambda_{100} - \lambda_{111}) \sigma_i \right\}^2 + \frac{7}{16} \left\{ \frac{3}{2} (\lambda_{100} - \lambda_{111}) \sigma_i \right\}^2} \quad (I-54)$$

Dans le cas de films de NiFe ou de Fe ayant une contrainte naturelle en compression ( $\sigma < 0$ ), il existe un minimum de  $\langle K_S \sigma_i \rangle$  résultant de la compétition entre anisotropie magnétocristalline et les effets magnétoélastiques au sein des grains.

## 1.2 Comportement dynamique

Le comportement dynamique de l'aimantation à haute fréquence n'existe que sur l'axe difficile (HA) du matériau comme montré sur la figure suivante (figure I-17). La perméabilité  $\mu'$  est supérieure à 1 et présente un comportement particulier en fonction de la fréquence avec l'apparition d'une fréquence de résonance spécifique. Sur l'axe facile (EA), la perméabilité s'amortie très rapidement et vaut 1 quelque soit la fréquence considérée.

Dans les deux cas, sous l'action d'un champ magnétique, il se produit un phénomène de précession des moments magnétiques autour du champ perturbateur. Le comportement en fréquence est différent pour les deux configurations. Selon l'axe facile, il se produit un déplacement des parois magnétiques et selon l'axe difficile, une précession gyromagnétique des moments. Nous allons détailler ces deux phénomènes.

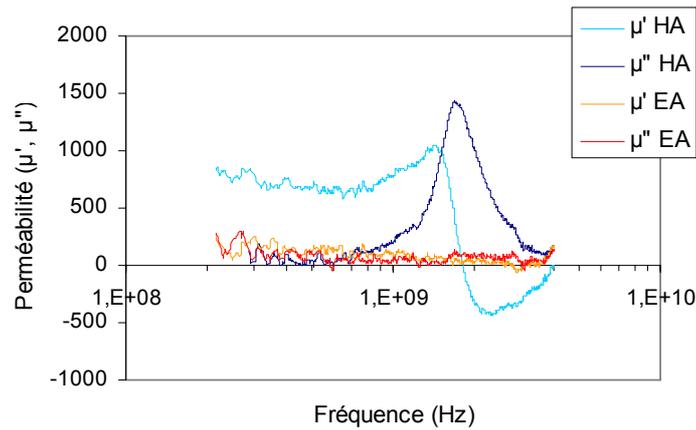


Figure I-17 : Spectres de perméabilité dynamique d'un échantillon de FeHfO de 100 nm d'épaisseur mesurés selon l'axe facile (EA) et selon l'axe difficile (HA).

### 1.2.1 Axe facile : mécanisme de déplacement de paroi

Considérons un matériau avec des domaines magnétiques présentant une configuration multi-domaines. L'anisotropie du matériau est supposée uniaxiale d'axe  $Ox$ . Si un champ magnétique  $H_0$  continu et uniforme est appliqué parallèlement à la direction de l'axe de facile aimantation ( $Oz$ ) donc orienté selon la direction de  $M_s$ , l'aimantation  $M$  se retrouve donc soumise à un couple  $\Gamma = \mu_0 M \mu H$ . Ce couple est nul dans les domaines par contre il est non nul au sein de la paroi de Bloch (à  $180^\circ$ ) car l'aimantation est écartée de sa position d'équilibre. Le résultat est une précession autour de  $H_0$  [16]. L'aimantation de la paroi prend, en chaque point, une nouvelle position (figure I-18 (a)). Il apparaît donc une composante d'aimantation longitudinale  $m_x$  qui produit un champ démagnétisant  $h_d$ . Les moments de la paroi décrivent alors une précession autour de  $Ox$  et tournent vers le champ appliqué (figure I-18 (b)). La paroi se déplace, elle s'accélère sous champ et sa vitesse est constante (figure I-18 (c)). Lorsque le champ  $H_0$  est supprimé, il y a arrêt de la précession.

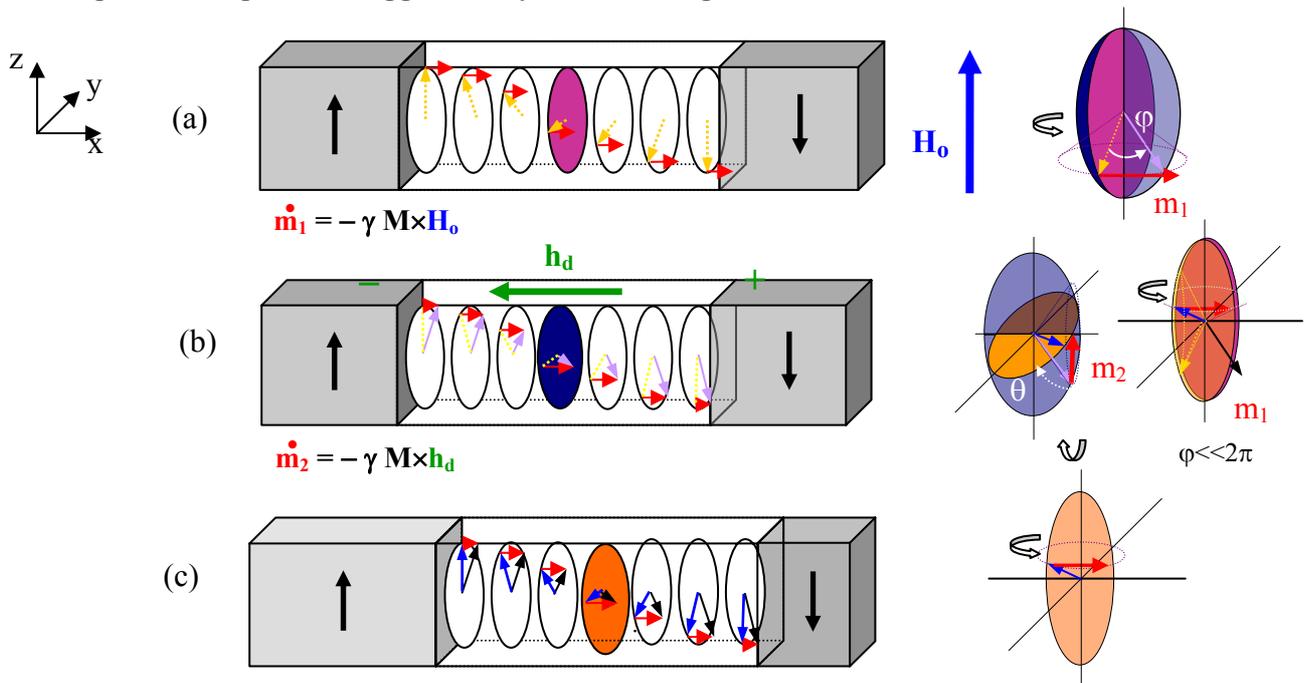


Figure I-18 : Mécanisme de déplacement de paroi : étapes 1-2-3.

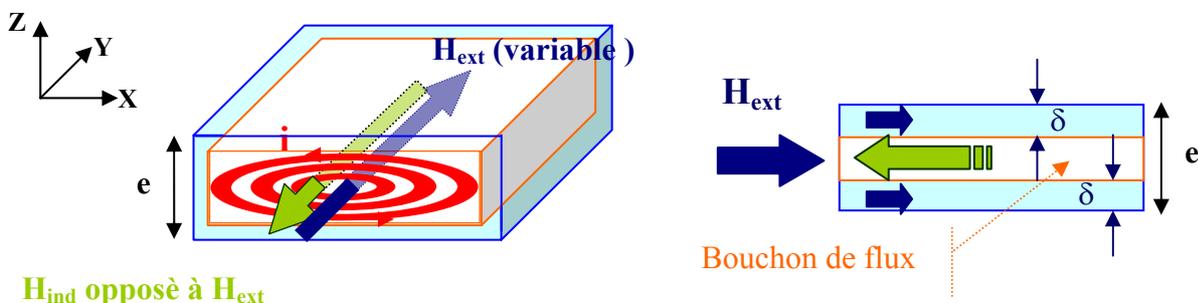
## 1.2.2 Axe difficile : Dynamique d'aimantation en rotation cohérente

### a) Modèle dynamique électromagnétique

Dans bon nombre de cas, la formation de courants induits lorsque le matériau conducteur présente une certaine épaisseur, écrante totalement ou partiellement le phénomène de résonance gyromagnétique. En effet, lorsqu'une couche mince ferromagnétique conductrice d'épaisseur  $e$  est soumise à un champ magnétique variable  $H_{ext}$  suivant  $(Oy)$ , ce champ génère un champ électromoteur  $\vec{E}$ .  $\vec{E}$ , d'après les relations de Maxwell, est lié à l'induction magnétique  $\vec{B}$  variable issu de  $H_{ext}$  par la relation :

$$\vec{rot}(\vec{E}) = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (I-55)$$

Ce champ électromoteur crée des boucles de courants induits appelées courants de Foucault qui génèrent elles-mêmes un champ magnétique induit au centre du matériau  $H_{ind}$  dont le sens est opposé au champ extérieur  $H_{ext}$ . Il s'en suit donc une non-pénétration du champ extérieur au cœur du matériau. Ces boucles se forment sur une épaisseur caractéristique  $\delta$  appelée épaisseur de peau dans la section du matériau. Il s'en suit une non-pénétration du champ extérieur au cœur du matériau. En conséquence, le champ interne au matériau est diminué. Plus la fréquence est élevée, plus ces courants deviennent intenses jusqu'à ce qu'aucun flux magnétique ne traverse la section. Sur les bords de la surface, sur une largeur  $\delta$  (épaisseur de peau), les courants étant moins grands,  $H$  peut pénétrer : c'est l'effet de peau (figure I-19) [17].



$H_{ind}$  opposé à  $H_{ext}$

Figure I-19 : Illustration des courants de Foucault (a) et de l'effet de peau (b) dans une couche mince ferromagnétique.

Le modèle électromagnétique des courants de Foucault donne en notation complexe [18] :

$$\mu = \mu_i \left[ \frac{2\delta}{(1+j)e} \frac{th(1+j)e}{2\delta} \right] \quad (I-56)$$

En séparant la partie réelle et imaginaire, on obtient :

$$\mu' = \frac{\mu_i}{2} \left[ \frac{thx(1 + \tan^2 x) + \tan x(1 - th^2 x)}{x(1 + th^2 x \cdot \tan^2 x)} \right] \quad (I-57)$$

$$\mu'' = \frac{\mu_i}{2} \left[ \frac{thx(1 + \tan^2 x) - \tan x(1 - th^2 x)}{x(1 + th^2 x \cdot \tan^2 x)} \right] \quad (I-58)$$

avec  $x = \frac{e}{2\delta}$  et  $\delta = \sqrt{\frac{2\rho}{\omega \cdot \mu_i}}$

$\rho$  : résistivité

$\omega$  : pulsation

$\mu_i$  : perméabilité intrinsèque

Le spectre de perméabilité théorique pour une couche de FeHfN d'épaisseur 0.5  $\mu\text{m}$  et de résistivité de 120  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$  illustre le comportement en fréquence limité par les courants de Foucault (figure I-20).

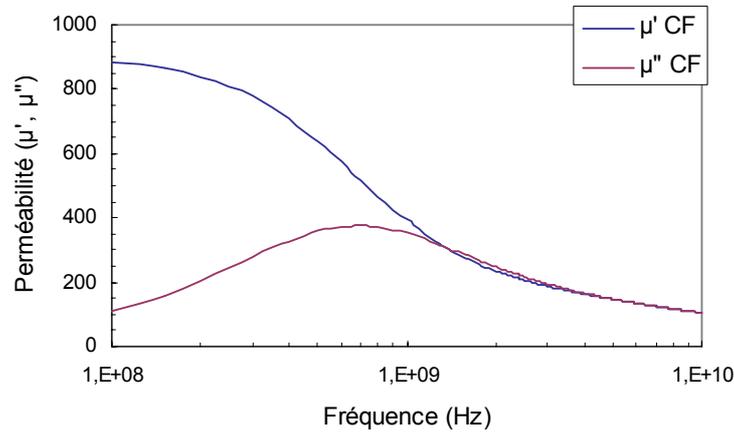


Figure I-20 : Spectre de perméabilité théorique des courants de Foucault pour une couche de FeHfN d'épaisseur 0.5  $\mu\text{m}$ .

La fréquence de résonance associée est définie au maximum des pertes  $\mu''$  soit :

$$F_{res} = \left. \frac{\partial \mu''}{\partial f} \right|_{f=f_{res}} = 0 \quad (I-59)$$

Ce qui donne :

$$F_r = \frac{\rho}{\pi^2 e^2 \mu_r} \quad (I-60)$$

### b) Modèle gyromagnétique de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG)

Lorsque l'aimantation  $\vec{M}$  est écartée de sa position de repos d'un angle  $\vartheta$  par rapport à  $\vec{H}$ , la variation du vecteur aimantation est perpendiculaire à la fois à l'aimantation et au champ  $\vec{H}$ . Le vecteur  $\vec{M}$  prend un mouvement de précession à la surface d'un cône de révolution  $2\vartheta$  autour de  $\vec{H}$  à la vitesse angulaire  $\omega = \gamma H$  comme un gyroscope dans le champ gravitationnel (figure I-21). La précession décrite par la figure suivante devrait se poursuivre indéfiniment dès que l'aimantation est écartée de sa position de repos. Pourtant, l'expérience montre que l'aimantation revient à sa position de repos, déterminée par la minimisation de l'énergie, après un certain nombre de révolutions. Pour tenir compte de cette dissipation, le terme traduisant les frottements auxquels est soumis le moment a été rajouté à l'équation, il s'agit du terme d'amortissement de Gilbert.

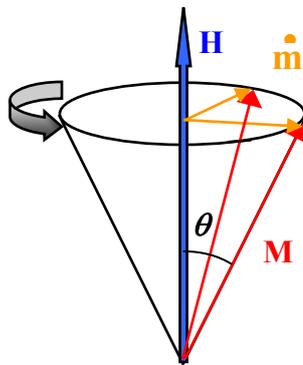


Figure I-21 : Précession du vecteur aimantation autour du champ appliqué.

L'équation de mouvement liée au modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) [19] est la suivante :

$$\frac{\partial \vec{M}}{\partial t} = \underbrace{-\gamma(\vec{M} \times \vec{H})}_{\text{Terme de précession}} + \underbrace{\frac{\alpha}{M} \left( \vec{M} \times \frac{\partial \vec{M}}{\partial t} \right)}_{\text{Terme d'amortissement}} \quad (\text{I-61})$$

La solution de cette équation est une précession amortie dans laquelle l'extrémité du vecteur  $\vec{M}$  rejoint la position de repos en décrivant une spirale (figure I-22). Cette relation fait apparaître des constantes propres au matériau :

$\gamma$  : Constante gyromagnétique ( $\frac{\gamma}{2\pi} = 2.8 \text{MHz} / \text{Oe}$ )

$\alpha$  : Facteur d'amortissement

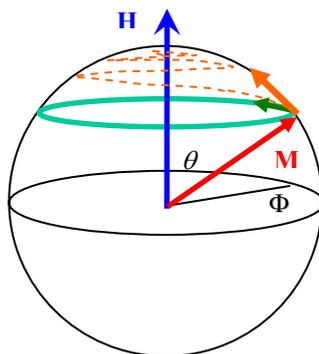


Figure I-22 : Précession du vecteur aimantation avec un terme d'amortissement.

La résolution de cette équation permet de remonter à l'expression littérale de la perméabilité en fonction de la fréquence. On utilise le formalisme complexe où la perméabilité s'écrit :

$$\mu(f) = \mu'(f) - j\mu''(f) \quad (\text{I-62})$$

avec  $\mu'$  la partie réelle et  $\mu''$  la partie imaginaire. La partie réelle de la perméabilité  $\mu'$  représente l'aptitude d'un matériau à canaliser les lignes de champ.

Les expressions de perméabilité réelles et imaginaires déduites du modèle auquel est ajoutée l'influence du champ démagnétisant caractérisée par le coefficient  $N$  sont données par les relations suivantes en posant  $\omega_k = \gamma Hk$  et  $\omega_M = \gamma M_S$  :

$$\mu' = 1 + \omega_M \frac{\omega_k [(\omega_k + N\omega_M)\omega_k - (1 + \alpha^2)\omega^2] + \alpha^2 \omega^2 (2\omega_k + N\omega_M)}{((\omega_k + N\omega_M)\omega_k - (1 + \alpha^2)\omega^2)^2 + \alpha^2 \omega^2 (2\omega_k + N\omega_M)^2} \quad (\text{I-63})$$

$$\mu'' = \frac{\alpha \omega \omega_M [\omega_k^2 - (1 + \alpha^2)\omega^2]}{((\omega_k + N\omega_M)\omega_k - (1 + \alpha^2)\omega^2)^2 + \alpha^2 \omega^2 (2\omega_k + N\omega_M)^2} \quad (\text{I-64})$$

$$\omega_R = \frac{\gamma}{1 + \alpha^2} \sqrt{4\pi M_S (H_k + N \cdot M_S)} = 2\pi f_{FMR} \quad (\text{I-65})$$

Un matériau ferromagnétique à anisotropie uniaxiale présente généralement une dynamique d'aimantation caractérisée par un comportement stable des parties réelle et imaginaire de la perméabilité jusqu'à sa fréquence de résonance intrinsèque ( $f_{FMR}$ ) correspondant au phénomène ultime de précession des spins (gyromagnétisme). En régime statique ( $\omega = 0$ ), les parties réelle et imaginaire de la perméabilité ainsi que la  $f_{FMR}$  sont définies par les relations :

$$\mu' = 1 + \frac{\omega_M}{\omega_k + N\omega_M} = 1 + \frac{4\pi M_S}{Hk + Hd} \quad (\text{I-66})$$

$$\mu'' = 0 \quad (\text{I-67})$$

$$f_{FMR} = \frac{\gamma}{2\pi} \times \sqrt{4\pi M_s (Hk + NM_s)} \quad (I-68)$$

Ainsi, on peut voir que la fréquence de résonance ferromagnétique  $FMR$  et la perméabilité  $\mu_i$  résultent d'un compromis entre l'aimantation à saturation  $M_s$  et le champ d'anisotropie  $Hk$ . Elles sont déterminées principalement par la nature et la composition de l'alliage. Plus directement, la perméabilité relie l'induction au sein du matériau au champ magnétique. Si ce dernier est le champ interne, on parlera de perméabilité intrinsèque  $\mu_i$ , si c'est le champ externe, on parlera de perméabilité effective  $\mu_e$ . La partie imaginaire représente les pertes dont les origines dissipatives sont liées aux différentes causes d'amortissement possible qui sont considérées globalement ici à travers le coefficient phénoménologique  $\alpha$ .

$$\vec{B} = \mu_i \cdot \vec{H}_{int} = \mu_e \cdot \vec{H}_{ext} \quad (I-69)$$

Par définition :

$$\vec{M} = \chi_i \cdot \vec{H}_{int} = \chi_e \cdot \vec{H}_{ext} = \chi_i \cdot (\vec{H}_{int} - N_d \cdot \vec{M}) \quad (I-70)$$

avec  $N_d$  : coefficient de champ démagnétisant dû à la géométrie de l'échantillon d'où :

$$\vec{M} = \frac{\chi_i}{1 + N_d \cdot \chi_i} \cdot \vec{H}_{ext} \quad (I-71)$$

Or  $\mu = 1 + \chi$  donc :

$$\mu_e = 1 + \frac{\mu_i}{1 + N_d \cdot \mu_i} \quad (I-72)$$

Remarque : dans le cas réel, les deux phénomènes gyromagnétisme et courants de Foucault coexistent. Huijbregtse et Roozeboom ont proposé une description réaliste du comportement dynamique lorsque les épaisseurs et les conductivités mises en jeu font que les deux phénomènes coexistent [20]. Cependant le modèle complet est complexe et nous ne l'exploiterons pas.

### c) Fluctuations locales d'aimantation ou « Ripple »

Dans certains cas plus complexes, notamment lorsque le matériau magnétique est soumis à des fluctuations locales d'aimantation (« ripple »), la valeur de la partie réelle de la perméabilité dynamique diffère de la valeur statique. Il est alors nécessaire d'introduire un terme supplémentaire dit champ de fluctuations ou de « ripple » tel que défini dans la théorie d'Hoffmann [14] :

$$\mu_i = 1 + \frac{4\pi M_s}{H_K + H_r} \quad \text{avec} \quad H_r = \frac{1}{\sqrt{2}} \frac{S^2 M_s \sqrt{d}}{(AK_u)^{\frac{5}{4}}} + 3\langle v^2 \rangle \quad (I-73)$$

où  $S$ ,  $K_u$ ,  $A$  et  $d$  correspondent respectivement au facteur de structure, à la constante d'anisotropie uniaxiale, la constante d'échange et à l'épaisseur de matériau magnétique.

Du point de vue dynamique, il n'existe pas à notre connaissance de modèle analytique simple, au sens de celui de LLG, qui puisse décrire un tel comportement. En effet, ici le champ de ripple ne peut pas simplement constituer un terme additionnel du point de vue de la rigidité du système (s'ajoutant au champ d'anisotropie), ce qui aurait alors pour effet de décaler la fréquence de FMR vers le haut. Ceci n'est jamais observé dans la réalité. Par contre, il constitue vraisemblablement une cause indirecte mais largement dominante au phénomène général d'amortissement qui devient très important.

#### d) Aimantation en rubans ou bandes parallèles ou « Stripe domains »

Les premières observations de configurations d'aimantation en rubans ont été obtenues par Saito [21] dans des films de NiFe avec une magnétostriction négative. L'aimantation du film, lorsqu'elle est saturée dans le plan, présente des fluctuations perpendiculaires au plan. A cause des charges qui apparaissent à la surface du film, la configuration d'aimantation est en rubans (figure I-23) ou bandes parallèles. La forme des cycles d'hystérésis est la même dans toutes les directions dans le plan et présente alors une signature particulière qui consiste en une aimantation rémanente anormalement faible, conséquence d'une fraction significative d'aimantation en dehors du plan (figure I-24 (b)). Le spectre de perméabilité d'un film magnétique de permalloy de 300 nm d'épaisseur contenant des stripe domains a été observé par Moraitakis et al. [22]. Il présente des traits particuliers avec la présence de deux pics de fréquence de résonance principaux observés à plus haute fréquence que celle de la FMR et une perméabilité basse fréquence quasiment unitaire (figure I-25 (b)).

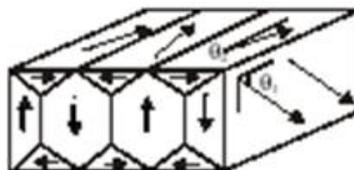


Figure I-23 : Représentation schématique de la configuration d'aimantation en rubans.

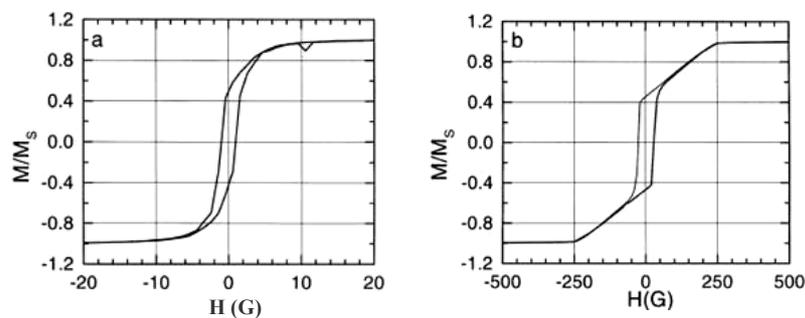


Figure I-24 : Cycles d'hystérésis de films de permalloy ( $Ni_{80}Fe_{20}$ ) d'épaisseurs 150 nm (a) et 300 nm (b)

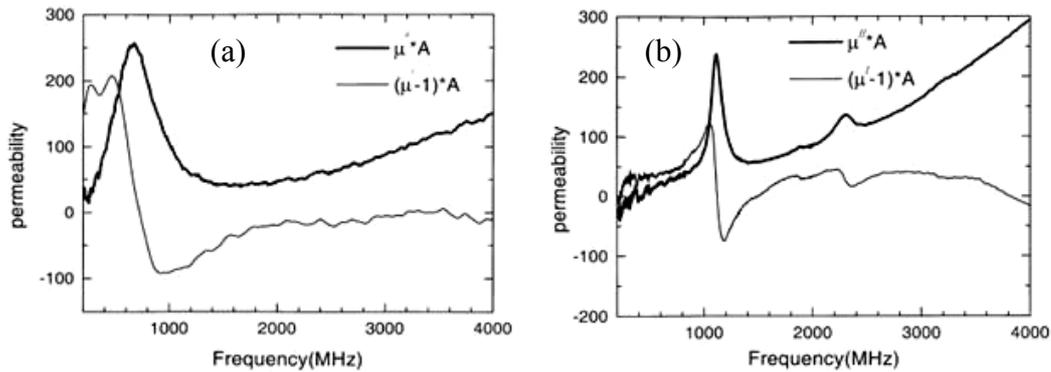


Figure I-25 : Spectres de perméabilité de films de permalloy ( $Ni_{80}Fe_{20}$ ) d'épaisseurs 150 nm (a) et 300 nm (b).

Dans ce cas également, il n'existe pas de traitement analytique simple aux équations de la dynamique. Seules des résolutions numériques peuvent appréhender correctement les phénomènes.

### e) Résonance de domaines

Dans la thèse de Rachid Hida [23], la relation entre la dynamique de l'aimantation des microstructures et leur structure en domaines a été mise en évidence. En effet, en présence d'une structure en domaines de fermeture, l'excitation suivant l'axe difficile ne se traduira plus seulement par une rotation cohérente de l'aimantation à l'intérieur des domaines principaux mais aussi par un déplacement des parois des domaines à  $90^\circ$  qui grossissent et diminuent alternativement en fonction du sens de l'excitation.

La problématique combine deux phénomènes : la rotation d'aimantation et les mouvements de parois (figure I-26). Cette étude a été largement détaillée dans la thèse de Rachid Hida [23] et nous ne rappellerons que les principaux résultats. Pour le calcul de la fréquence de résonance propre des domaines à  $90^\circ$ , il serait nécessaire de résoudre en parallèle le cas d'un oscillateur équivalent associé à la rotation de moments et celui associé au déplacement des parois. Ces systèmes n'ont pas de solutions analytiques simples. Une expression de cette fréquence a été obtenue par une résolution numérique itérative [24].

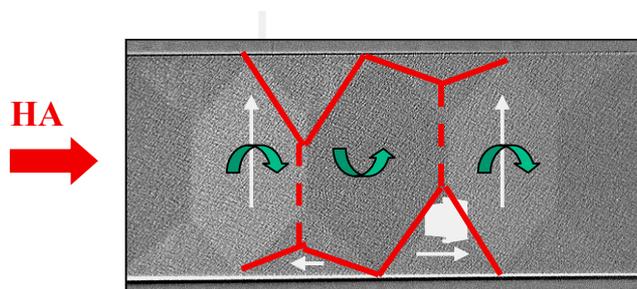


Figure I-26 : Déplacement des parois de domaines à  $90^\circ$  sous l'action d'un champ magnétique appliqué suivant l'axe difficile.

Le problème a été résolu en s'appuyant sur le calcul de l'oscillateur harmonique incluant l'expression analytique de "la constante de raideur" établie d'après la solution numérique. Considérons des parois de domaines à  $90^\circ$  (type Bloch) soumises à l'action d'un

champ extérieur harmonique ( $H_e = h.e^{i\omega t}$ ) de faible amplitude. Ce déplacement s'effectue en présence d'une force de rappel agissant sur cette paroi (figure I-27). Le mouvement de celle-ci se réduit à de petites oscillations autour de sa position d'équilibre et peut ainsi être discuté en terme d'oscillations harmoniques :

$$m_w \ddot{z} + \beta_w \dot{z} + kz = 2\vec{H} \cdot \vec{M} \quad (I-74)$$

$z$  représente le déplacement de la paroi,  $m$  la masse effective de la paroi,  $\beta$  le paramètre d'amortissement visqueux et  $k$  la constante de rappel.

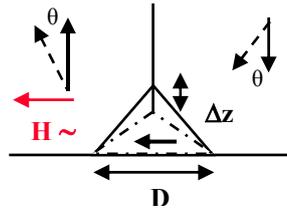


Figure I-27 : Déplacement d'une paroi de domaine à 90° soumise à l'action d'un champ excitateur.

La fréquence de résonance des parois est donnée par :

$$F_r = F_0 \left[ 1 - \left( \frac{F_0}{2F_c} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (I-75)$$

Avec  $F_0$  fréquence de résonance propre du système définie par la relation :

$$F_0 = \frac{1}{2\pi} \left( \frac{k}{m} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (I-76)$$

$F_c$  fréquence de relaxation du système qui s'écrit :

$$F_c = \frac{1}{2\pi} \frac{k}{\beta} \quad (I-77)$$

Lorsque  $F_0 \ll F_c$ , cette expression se réduit à  $F_r = F_0$ .

Le comportement résonnant fait place à un comportement relaxant lorsque  $F_c < \frac{F_0}{\sqrt{2}}$ .

Il apparaît donc que la résonance des parois ne peut avoir lieu que pour des matériaux possédant une constante de rappel élevée ( $k$ ) et un amortissement modéré ( $\beta$ ). Une expression de la constante de raideur a été proposée par Mou-Hsin Yang [25] qui se résume à :  $k = 4\pi M_s^2 N_D$  où  $N_D$  est le coefficient de champ démagnétisant.

D'après Smith [24],  $m$  et  $\beta$  sont donnée par les relations :

$$m = \frac{1}{2} \left( \frac{E_{180}}{8\pi\gamma^2 A} + \frac{32M_s^2 T^3}{\pi^4 \rho^2 c^4} \right) \quad (I-78)$$

$$\beta = \frac{1}{2} \left( \frac{\alpha M_s E_{180}}{2\gamma A} + \frac{17M_s^2 T}{\pi^3 \rho c^2} \right) \quad (I-79)$$

$4\pi M_s$  : aimantation à saturation

$Nd$  : coefficient de champ démagnétisant (pour une couche mince  $N_D=4\pi$ )

$\alpha$  : coefficient d'amortissement

$\rho$  : résistivité

$E_{180}$  : énergie de la paroi à 180° (pour du fer :  $E_{180} = 0.23$  erg/cm<sup>2</sup>)

$A$  : constante d'échange ( $A = 1.6 \cdot 10^{-6}$  erg/cm)

$c$  : célérité de la lumière ( $c = 3 \cdot 10^8$  m/s)

$\gamma$  : constante gyromagnétique ( $\frac{\gamma}{2\pi} = 2.8$  MHz / Oe)

### f) Structure monodomaine avec « Edge Curling Wall »

L'influence néfaste des domaines de fermeture sur la dynamique et le bruit magnétique, notamment, des têtes de lecture a conduit les acteurs de ce domaine à trouver une alternative à une structure monodomaine artificielle. Ceci a donné lieu à la théorie de la fermeture de flux au travers de l'épaisseur du matériau en bordure du motif ou « Edge Curling Wall ». Ce concept permet de prévoir quelle configuration en domaines sera la plus favorable pour un feuilleté magnétique en fonction de divers paramètres du matériau et de la géométrie de la structure considérée [26]. Nous nous plaçons dans le cas d'un système comportant au moins deux couches magnétiques séparées par un film isolant. Il existe alors trois configurations en domaines possibles (figure I-28) :

- L'état (a) est l'état naturel d'une monocouche où l'aimantation se reboucle préférentiellement dans le plan, il y a alors création de domaines de fermeture (figure I-28 (a)). Ceci se produit dans le cas d'une bicouche, lorsque les couches qui la constituent sont sans interaction mutuelle forte. C'est le cas des fortes épaisseurs magnétiques ou des épaisseurs d'isolant relativement grandes. Dans les deux cas, l'énergie d'interaction intercouche est trop faible pour modifier la stabilité de l'état d'aimantation. L'énergie par unité de longueur de la configuration avec domaines de fermeture est donnée par la relation suivante :

$$E_{DF} = D\sqrt{(2K\sigma_{BW}W)} \quad (I-80)$$

$$\sigma_B = 21,43\left(\frac{A}{D}\right) + 0,581KD \quad (I-81)$$

$D$  : épaisseur de matériau magnétique

$K$  : constante d'anisotropie

$W$  : largeur du motif

$A$  : constante d'échange

$\sigma_B$  : énergie d'une paroi de Bloch [27][28]

▪ L'état (b) est un état dit d'"edge curling en axe facile" ce qui signifie qu'il est maintenant énergiquement plus favorable au flux d'aimantation des deux couches de se boucler dans l'épaisseur et non plus dans leurs plans respectifs (figure I-28 (b)). Les domaines de fermeture sont remplacés par des volumes homogènes d'aimantation en bord d'échantillon, dans lesquels, l'aimantation se propage perpendiculairement au plan des couches et de manière à refermer le flux des domaines principaux de part et d'autre de l'interface. Il est important de remarquer que cette façon de boucler le flux n'introduit pas de domaines d'aimantation hors de la direction d'anisotropie. Le comportement dynamique s'apparentera donc à celui d'un monodomaine parfaitement orienté et donc régit uniquement par le processus de rotation cohérente d'aimantation. On définit la largeur de zone de fermeture du flux en bord de l'échantillon par  $\frac{\pi\Delta}{2}$  avec :

$$\Delta = M_s \sqrt{\frac{\pi b D}{K}} \quad (\text{I-82})$$

$M_s$  : aimantation à saturation  
 $K$  : constante d'anisotropie  
 $b$  : épaisseur d'isolant  
 $D$  : épaisseur de matériau magnétique

L'énergie par unité de longueur de la structure en état d'axe facile est donnée par :

$$E_{EA} = \pi K D \Delta \quad (\text{I-83})$$

▪ L'état (c) est un état dit d'"edge curling en axe difficile" au sens où le facteur de forme (champ démagnétisant) impose à l'aimantation de se boucler dans la grande longueur du barreau (figure I-28 (c)). On obtient, dans ce cas, une structure dont l'axe facile est défini par la direction la plus grande (initialement axe difficile du dépôt). L'expression de l'énergie de cet état d'axe difficile s'écrit :

$$E_{HA} = K D W \quad (\text{I-84})$$

Dans la pratique (voir chapitre 4), on s'efforcera d'obtenir un état dit d'axe facile pour sa caractéristique monodomaine, en choisissant judicieusement les épaisseurs mises en jeu dans le matériau lamellé en fonction de la largeur du motif considéré. Ainsi, même à l'échelle d'une microstructure, le comportement dynamique de la perméabilité s'apparentera au cas idéal sans domaine ni paroi qui finalement se rapproche très avantageusement de l'hypothèses de départ de rotation cohérente pure de l'aimantation.

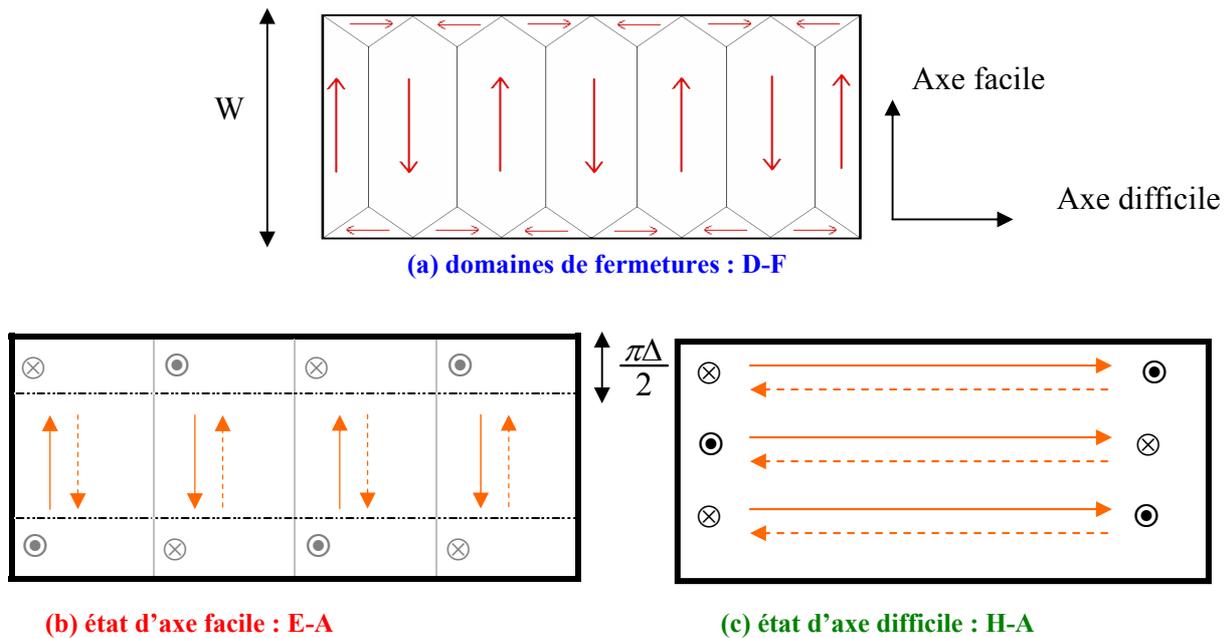


Figure I-28 : Représentation théorique des différentes configurations en domaines.

## 2 Les inductances ferromagnétiques

### 2.1 Contexte

Les contraintes de taille et de coût liées à la forte croissance de la téléphonie mobile grand public conduit les concepteurs à vouloir miniaturiser plus encore les composants passifs intégrés en RF. En effet, la taille des systèmes de communication sans fil diminue de 40 % par nouvelle génération et ces systèmes intègrent de plus en plus de nouvelles fonctions en « Above IC ». Parmi ces composants, l'aspect le plus critique est lié à la surface occupée par les inductances (entre 0.1 et 0.3 mm<sup>2</sup>) qui pénalise le plus fortement l'intégration sur silicium. L'enjeu majeur est donc la réalisation de bobines de faible surface ( $\leq 0.1$  mm<sup>2</sup>), de relativement forte valeur d'inductance (5 nH < L < 10 nH) et à haut facteur de qualité (30 < Q < 50). Une nouvelle approche, rendue possible par les technologies plus ouvertes de « l'Above IC », consiste à confiner le flux magnétique de bobines standards (spirales) à l'aide de matériaux magnétiques. Ceci a pour effet d'accroître le flux à travers la section utile du composant (figure I-29) et ainsi d'augmenter notablement la valeur de l'inductance (de 10 à 100 %) pour le même nombre de tours,, c'est-à-dire la même surface occupée [29][30][31]. A l'inverse, ceci offre donc la possibilité de réduire la surface occupée par la bobine d'origine tout en conservant ses caractéristiques identiques. De plus, le redimensionnement des bobines conventionnelles devrait conduire aussi à une amélioration du facteur de qualité, du fait de la réduction du nombre de tours et de la minimisation de l'interaction avec le substrat (Si) grâce à la réduction de la surface. Enfin, le confinement des lignes de champ magnétiques par le matériau magnétique est avantageux du point de vue des perturbations électromagnétiques (EMI) dont les effets vont grandissant avec l'augmentation des fréquences d'utilisation.

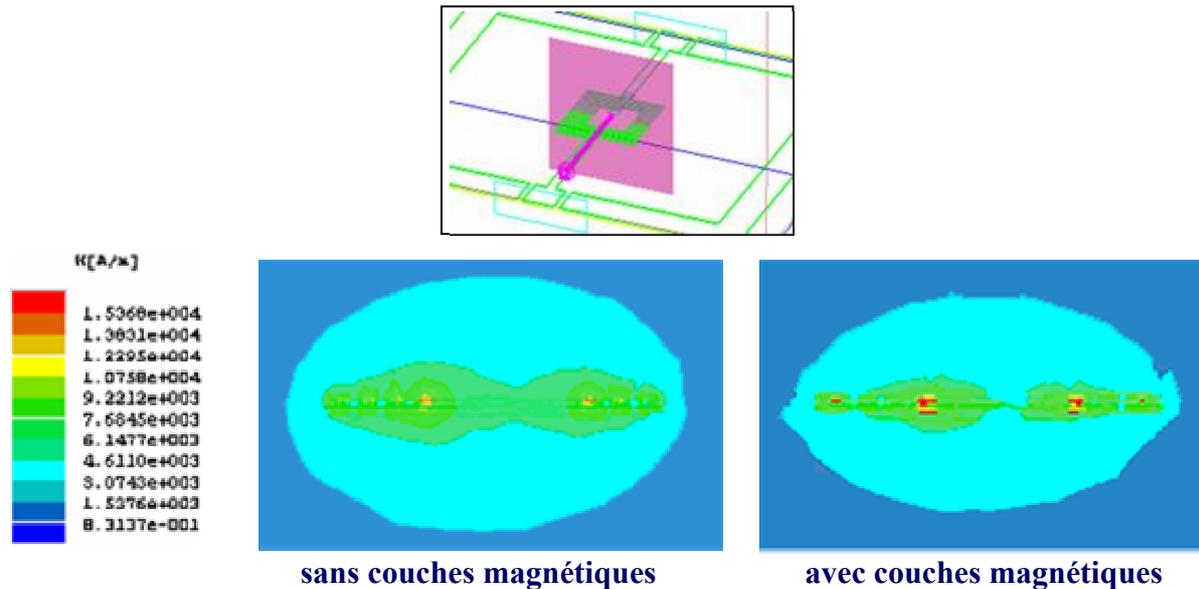


Figure I-29 : Répartition des lignes de champ magnétique de même intensité dans un plan de coupe médian normal à celui d'une spirale planaire avec ou sans utilisation d'écrans magnétiques au-dessus et au-dessous (simulations HFSS).

Une difficulté majeure reste la maîtrise du facteur de qualité. Ce dernier peut, en effet, être rapidement dégradé par l'introduction d'un nouveau niveau de métal en RF (ici la couche magnétique) dans la structure du composant, ce qui engendre des effets capacitifs et des pertes conductrices en excès (hors pertes purement gyromagnétiques) qui peuvent être rédhitoires si elles ne sont pas maîtrisées. L'utilisation d'une couche magnétique à forte perméabilité et au caractère électrique isolant permettrait de contourner doublement cette limitation. La maîtrise du facteur de qualité se fera alors essentiellement par la minimisation des pertes d'origine purement magnétiques afin que le gain sur l'inductance l'emporte sur les pertes en excès. Ceci passera par l'ajustement de la fréquence de résonance ferromagnétique du matériau à une valeur suffisamment élevée devant la fréquence optimale d'utilisation de l'inductance et réalisant un compromis conciliant perméabilité ( $\mu'$ ) élevée et pertes magnétiques ( $\mu''$ ) modérées.

## 2.2 Conception des inductances planaires ferromagnétiques

### 2.2.1 *Evaluation de la valeur de l'inductance ferromagnétique*

En présence d'un matériau magnétique, la valeur de l'inductance  $L_{mag}$  est directement proportionnelle, en première approximation, à la valeur de l'inductance de la bobine à l'air, à une fonction qui dépend de la perméabilité relative du matériau magnétique  $\mu_{eff}$ , de l'épaisseur de celui-ci  $e_{mag}$  et de la distance entre le plan magnétique et la bobine, notée  $gap$  (figure I-30) :

$$L_{mag} \approx L_{air} \times f(\mu_{eff}, e_{mag}, gap, \dots) \quad (I-85)$$

Il n'existe cependant pas de formulation analytique généralisable, même simplifiée, pour la géométrie spirale. Les expressions classiques de l'électrotechnique établie pour un solénoïde infini à spires jointives avec noyau magnétique ne s'appliquent pas. Il est donc nécessaire et incontournable de recourir aux outils de simulations numériques.

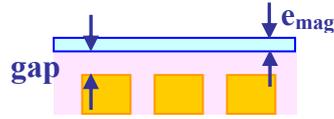


Figure I-30 : Schéma d'une inductance ferromagnétique.

### 2.2.2 Circuit équivalent d'une inductance ferromagnétique

Comme nous l'avons vu, sans matériau magnétique, le circuit équivalent est décrit par le modèle de Yue et Wong [32] (figure I-31). Lorsqu'une couche magnétique supposée métallique est intégrée au dessus (ou en dessous) de l'inductance, le modèle se complique grandement du fait des interactions de cette couches avec les couches constituant l'inductance elle-même mais aussi celles du substrat. Le premier schéma équivalent a été proposé par Yamaguchi et al. comme illustré par la figure I-32 [33].

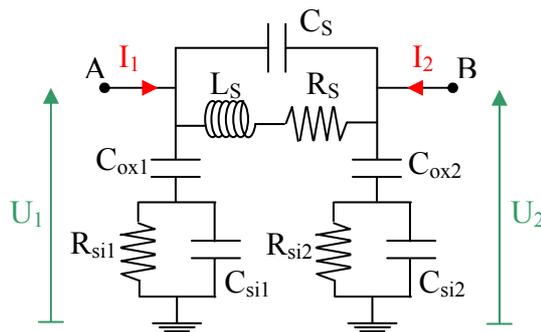


Figure I-31 : Modèle en « pi » pour des inductances planaires développé par Yue et Wong [32].

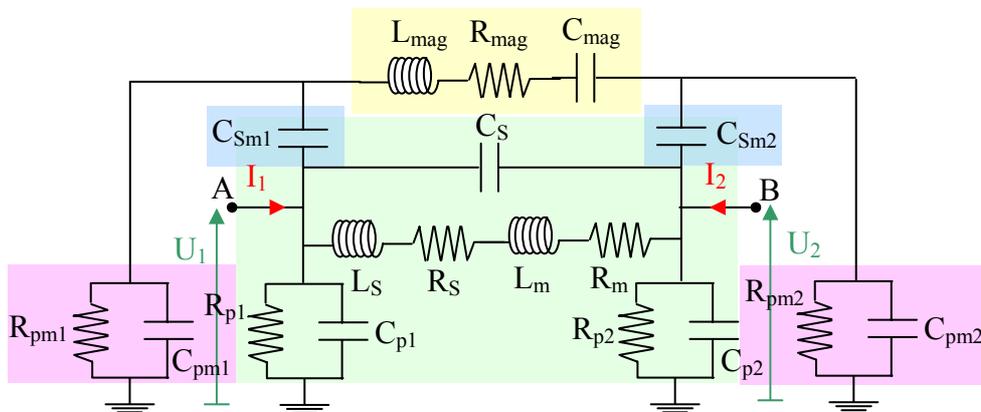


Figure I-32 : Modèle en « pi » de Yamaguchi et al. pour des inductances planaires ferromagnétiques [33].

Ce modèle prend effectivement en compte les capacités parasites  $C_{Sm1}$  et  $C_{Sm2}$  entre le film magnétique et l'inductance qui sont dues aux différences de potentiel entre le ruban conducteur et le film magnétique. De telles capacités  $C_{pm1}$  et  $C_{pm2}$  existent aussi entre le plan magnétique (potentiel flottant) et le substrat (potentiel à la masse). Ces capacités sont associées à des résistances  $R_{pm1}$  et  $R_{pm2}$  qui correspondent aux pertes associées par effet Joule dans le Si. Une autre capacité  $C_{mag}$  est également ajoutée en série avec l'inductance principale ( $L_{mag}$ ) si le matériau magnétique est fractionné en éléments distincts, elle correspond alors à la capacité entre ces éléments magnétiques. Cette inductance  $L_{mag}$  correspond à la fraction d'inductance ( $L_S$ ) augmentée par la présence de la couche magnétique à forte perméabilité. Elle s'accompagne également d'une résistance série  $R_{mag}$  qui prend en compte les effets Joule dans la couche magnétique et les pertes dans l'inductance  $R_m$  dues à la présence de cette couche magnétique conductrice.

### 2.2.3 Facteur de qualité

Sur la base de cette description, on comprend alors que le facteur de qualité sera fortement impacté et de manière complexe par la présence des plans magnétiques. L'expression de  $Q_{mag}$  dépendra bien sûr de l'augmentation de l'inductance sous l'effet de la perméabilité du matériau et sera pondéré par l'apport des pertes gyromagnétiques à travers le facteur de qualité propre du matériau ( $Q_{gyro} = \mu' / \mu''$ ). Mais, d'autres facteurs vont se rajouter dans l'expression de  $Q_{mag}$  tels que les interactions entre le plan magnétique et le substrat ( $F_{mag-substrate}$ ), entre le plan magnétique et la self ( $F_{mag-self}$ ) et entre les plans magnétiques eux-mêmes ( $F_{mag}$ ) se traduisant sous forme de capacités parasites et de résistances séries [33]. Il n'est pas possible d'en donner une formulation analytique même simplifiée.

$$Q_{mag} = Q_{air} (L_S + L_m) \cdot Q_{gyro} \cdot F_{mag} \cdot F_{mag-substrat} \cdot F_{mag-self} \quad (I-86)$$

$$F_{mag} = f(L_{mag}, R_{mag}, C_{mag}) \quad (I-87)$$

$$F_{mag-substrat} = f(R_{pm}, C_{pm}) \quad (I-88)$$

$$F_{mag-self} = f(C_{sm}) \quad (I-89)$$

Dans le cadre de ce travail, on s'attachera à répondre à la question de savoir quelle sera l'influence réelle de la couche magnétique sur le facteur de qualité. A notre connaissance, il n'y a pas, à ce jour, de réalisations suffisamment pertinentes pour y répondre, comme on va le voir maintenant dans l'état de l'art consacré aux inductances spirales ferromagnétiques.

## 2.3 Etat de l'art des inductances ferromagnétiques

### 2.3.1 Généralités pour les spécifications du matériau magnétique

A cause de la géométrie plane de l'inductance, le flux magnétique principal est émis perpendiculairement au plan de la couche magnétique qui, rappelons-le, ne présente pas de perméabilité dans cette direction. Il sera donc nécessaire que le matériau possède une perméabilité très élevée dans son plan ( $\mu_{\text{eff}} > 100$ ) si l'on souhaite augmenter sensiblement la valeur de l'inductance L. En effet, il devra influencer notablement sur la direction naturelle de ces lignes de champs principales qui n'est pas favorable et capter la quasi intégralité des lignes secondaires (dite de fermeture) qui elles, sont parallèles au plan de la couche magnétique (figure I-33). De plus, une fréquence de résonance élevée est souhaitée [34] de manière à minimiser l'apport des pertes en excès. Perméabilité, pertes magnétiques et fréquences de résonance ferromagnétique vont donc dépendre des caractéristiques du matériau mais aussi de celles des géométries mises en jeu.

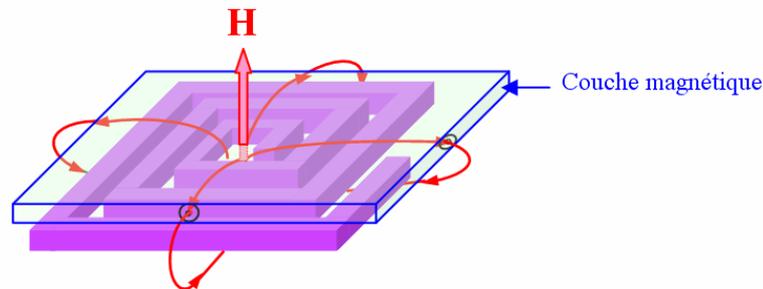


Figure I-33 : Illustration de la canalisation des lignes de champs magnétiques par une couche magnétique de forte perméabilité.

Les structures géométriques étudiées sont variées mais se résument bien souvent à la forme simple de barreaux (ou de trapèzes) allongés. La valeur du champ démagnétisant  $H_d$  peut être calculée par l'expression d'Aharoni [6] ou approximé de façon très simple par :

$$H_d = \frac{4\pi M_s \cdot e}{l} \quad (\text{I-90})$$

$4\pi M_s$  : aimantation à la saturation,  
 $e$  : épaisseur du plan,  
 $l$  : largeur moyenne du plan (dans la direction de l'axe difficile).

Ainsi, la perméabilité effective, pour une géométrie particulière, sera caractérisée par :

$$\mu_{\text{eff}} = \frac{4\pi M_s}{H_k + H_d} + 1 \quad (\text{I-91})$$

D'autre part, la fréquence de résonance du matériau  $f_{\text{FMR}}$  sera donnée par :

$$f_{\text{FMR}} = 3\text{MHz} / \text{Oe} \sqrt{4\pi M_s (H_k + H_d)} \quad (\text{I-92})$$

La résistivité du matériau que l'on veut utiliser est aussi à prendre en considération mais pas simplement en terme de limitation classique due à l'effet de peau. En effet, du fait d'une combinaison de champs magnétiques d'excitation à la fois normaux et dans le plan des couches magnétiques, il existe une triple contribution associée à la génération des courants de Foucault qui peut s'avérer très pénalisante :

- Effet de peau : lorsqu'une couche mince magnétique conductrice (de résistivité  $\rho$ ) est soumise à un champ magnétique variable  $H_{ext}$  dans le plan de la couche, il apparaît un gradient de boucles de courants induits dans l'épaisseur qui crée un champ s'opposant au passage de  $H_{ext}$  comme nous l'avons décrit au paragraphe 1.2.2 (b). En surface, sur une épaisseur  $\delta$ , l'intensité de ce champ est plus faible,  $H_{ext}$  peut donc y pénétrer : c'est l'effet de peau classique (figure I-34).

$$\delta = \sqrt{\frac{2\rho}{\omega \cdot \mu_i}} \quad (I-93)$$

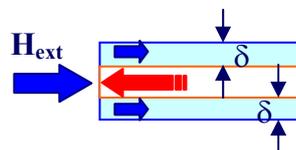


Figure I-34 : Illustration de l'effet de peau.

- Boucles de courants induits : au centre de la bobine et donc au centre du plan magnétique,  $H_{ext}$  est perpendiculaire à la surface. Il génère ainsi de grandes boucles de courants à la surface du matériau magnétique lorsque celui-ci est suffisamment conducteur. Ces courants sont d'autant plus importants que la surface de propagation est grande. Ceci se traduit par l'apparition d'une self virtuelle opposée à la self, donc avec une mutuelle négative, d'où une diminution de la valeur de L (figure I-35). De plus, ces courants engendrent des pertes par effet Joule qui peuvent être très significatives. La minimisation de cet effet est donc primordiale.

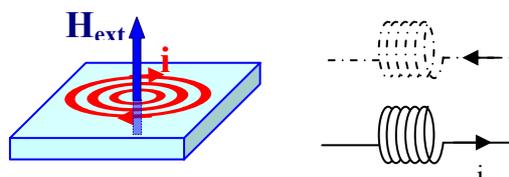


Figure I-35 : Illustration des courants de Foucault.

- Effets capacitifs entre la self et le plan magnétique : si ce dernier est suffisamment conducteur alors il se crée des différences de potentiels entre les deux niveaux de métaux engendrant une capacité parasite qui sera d'autant plus importante que la surface des métaux en regard sera grande. Ceci introduit une fréquence de résonance parasite de la forme  $e \frac{1}{\sqrt{LC}}$ . L et C pouvant être particulièrement élevées, elle peut se comporter comme une fréquence de coupure du système dominante devant celle de la résonance ferromagnétique propre. La nature résistive du matériau magnétique est ici aussi importante à prendre en compte pour limiter cet effet.

### 2.3.2 Les designs de base

La plupart des designs rencontrés dans la littérature correspondent à des bobines carrées ou hexagonales avec des plans magnétiques de forme carrée ou rectangulaire (figure I-36 (a) et (b)) réalisés en un seul niveau de métal [35]. Les matériaux magnétiques généralement utilisés pour ce type d'applications sont des films d'alliages à base Ni, Fe ou Co possédant des fréquences de résonance ferromagnétiques naturelles en dessous du GHz. En se référant à l'équation I-92, il est possible d'augmenter la fréquence de FMR selon trois approches : la première repose sur l'obtention de forts champs démagnétisants grâce à l'utilisation de la géométrie dite en réseau de barreaux étroits, la deuxième consiste à développer un matériau à fort  $H_k$  qui permet de relâcher la contrainte sur les dimensions des plans et enfin la dernière vise à utiliser des alliages à très forte aimantation qui, combinée à la précédente, permet de relâcher plus encore les contraintes de design tout en augmentant notablement le niveau de perméabilité.

#### a) Contrôle de la fréquence de FMR par $H_d$ : 1<sup>ère</sup> approche

Les plans magnétiques sont le plus souvent fractionnés en réseau de lamelles étroites et parallèles afin d'induire le champ démagnétisant selon l'axe de difficile aimantation nécessaire à la tenue en fréquence. Bien que l'idée soit simple, elle reste difficile à mettre en œuvre car le champ démagnétisant effectif résulte en fait de la contribution collective de l'ensemble des lamelles qui sont obligatoirement couplées à cette échelle de réalisation. Il y a donc un compromis à établir entre étroitesse des structures élémentaires et distances de séparation dans le réseau, cette dernière ne pouvant pas excéder le pas des spirales pour des raisons d'efficacité. Les premières réalisations significatives en RF reviennent à M. Yamaguchi de Tohoku University avec les « Patterned Magnetic Plane Ferromagnetic Inductors » (PMP) [35]. Le principe a également été revisité plus récemment au DIMES Delft University [36]. Cette solution impose des structures magnétiques étroites ( $< 10 \mu\text{m}$ ), en général du même ordre de grandeur que les largeurs de spire, d'où un confinement des lignes de champ magnétique inter-spires peu efficace et des problèmes électriques associés au caractère inhomogène de la répartition spatiale des champs magnétique et électrique. Il en résulte non seulement des fuites localisées de flux magnétique défavorables à l'augmentation de la valeur de l'inductance mais également une répartition fortement inhomogène, notamment, des courants induits au niveau de la self qui pénalise le facteur de qualité.

De plus, ces lamelles ne peuvent être parallèles qu'à une des paires de branches de la bobine (figure I-36 (b)). Or, nous avons rappelé que les couches magnétiques douces pour la RF doivent être anisotropes ce qui est obtenu, le plus souvent, par dépôt sous champ magnétique. Pour qu'une couche magnétique soit active du point de vue de la canalisation du flux magnétique, il faut que son axe de difficile aimantation (donc de forte perméabilité à haute fréquence) soit dans la même direction que le champ généré par les spires de la bobine. Donc, pour une couche magnétique déposée au dessus de l'inductance, comme la distribution du champ électromagnétique est quasiment radiale, seulement 50 % des spires recouvertes seront réellement amplifiées. Le gain sur L reste par conséquent généralement assez faible, de l'ordre de 10 % au mieux [33][35].

Les facteurs de qualité sont en général du même ordre que ceux des selfs de référence lorsque au moins deux conditions sont réunies. La première concerne la fréquence de FMR qui doit au moins excéder la fréquence nominale de la self de référence ( $Q_{\text{max}}$ ) d'un rapport 2

à 3. La seconde suppose des épaisseurs d'isolation entre self et plans magnétiques suffisantes (3 à 5  $\mu\text{m}$ ) pour repousser la fréquence de coupure LC si possible au-delà de celle de la FMR.

Le désavantage de cette approche réside dans des valeurs maximales de la fréquence de FMR réalisables qui restent généralement en deçà de 3 GHz, en raison principalement de l'aimantation à saturation modérée ( $\sim 10$  kG) des alliages classiquement utilisés. Par contre, ce design offre deux avantages naturels. Ici, les effets capacitifs entre la spire et les plans magnétiques sont moins contraignant du fait du fractionnement important de ces plans qui contribue à répartir cette capacité en capacités multiples en série donc moins pénalisante au final. De plus, cet effet de fractionnement dans le sens de la largeur des plans ou des lamelles est suffisant pour limiter fortement la formation des boucles de courants induits dans le plan, souvent responsables d'effets mutuels négatifs et de pertes Joule supplémentaires.

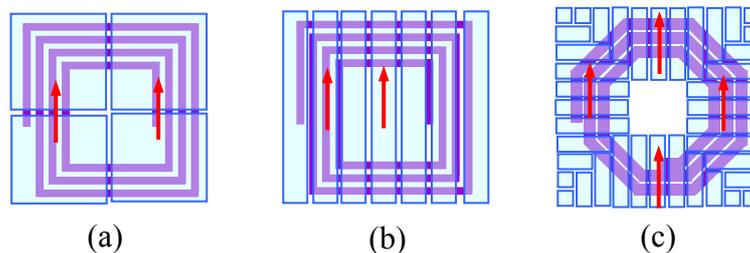


Figure I-36 : Illustrations des principaux designs de plans magnétiques de la littérature : de forme carrée plein avec fractionnement central (a), en réseau de lamelles étroites et parallèles (Patterned Magnetic Planes) (b) et reprenant la structure classique des plans de masse pour l'arrêt du champ électrique (Patterned Electrical Ground Plane-like) (c).

## Quelques exemples de réalisations significatives :

### ✓ “Bi-directional Patterned Magnetic Planes” - Yamaguchi (Tohoku University)

Pour obtenir un gain plus important sur la valeur de l'inductance, il faudrait augmenter la surface de matériau magnétique fonctionnelle qui, dans le cas d'un réseau de lamelles, est limitée à 50 %. Il est donc nécessaire de contrôler la direction d'anisotropie à partir d'un seul niveau magnétique de manière indépendante au dessus de chaque direction de spire. La solution proposée par M. Yamaguchi est de jouer sur l'effet de forme qui permet à l'aimantation de pivoter selon la plus grande longueur de la lamelle dans certaines conditions. On peut ainsi contrôler des directions orthogonales pour l'anisotropie, l'une résultant du procédé de dépôt, l'autre imposée par l'effet de forme. Yamaguchi et al. ont proposé un design avec fractionnement du plan magnétique en lamelles perpendiculaires et de très faible largeur (orientées parallèlement à chaque portion de spire dans chaque zone recouverte) (figure I-37 (a) et (b)) [37]. Le matériau magnétique intégré dans cette configuration est le CoNbZr déposé au-dessus de la self (version TOP). Grâce à cette combinaison, les quatre portions des plans magnétiques au dessus des quatre branches de la spirale sont dits « bien orientés » et permet de réaliser la bi-axialité recherchée. Cependant, malgré le bénéfice de cet réalisation, le CoNbZr ayant une faible aimantation et les plans étant relativement minces, la perméabilité et donc le gain sur L sont restés faibles ( $\sim 10 - 15$  %).

Une alternative à la difficulté de réaliser des plans magnétiques bi axiaux a été proposée également par M. Yamaguchi en cherchant à adapter cette fois la forme du bobinage au caractère uniaxial naturel des plans. Il utilise alors une bobine rectangulaire très étroite, de manière à réduire le taux de spires mal orientées par rapport à la couche magnétique déposée (figure I-37 (c)). Le plan magnétique intégré reste en CoNbZr, avec un fractionnement classique en lamelles parallèles. Le gain sur L est du même ordre de grandeur que précédemment avec  $\sim 10 - 15 \%$  indiquant que toute la surface du plan est fonctionnelle. Cette approche a aussi été testée avec un plan magnétique dessus et dessous l'inductance (structure sandwich) avec peu d'améliorations [38]. Cette géométrie allongée, même si elle représente un très bon objet d'étude, est cependant assez éloignée des standards connus des selfs symétriques.

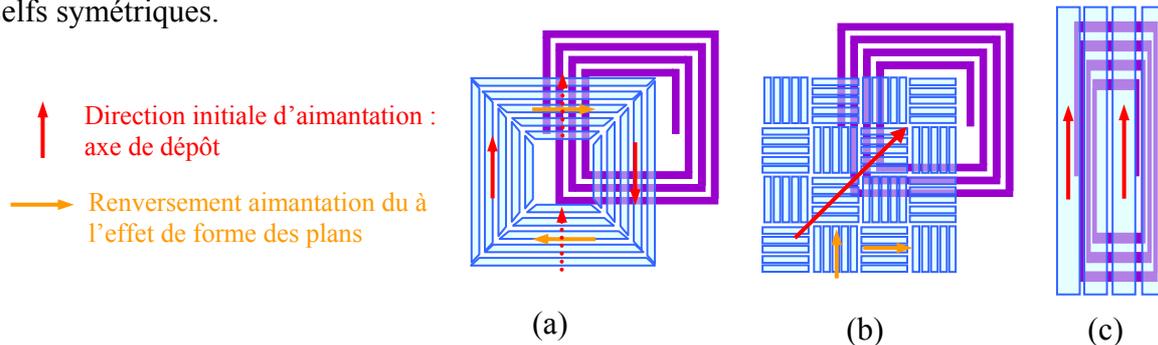


Figure I-37 : Designs jouant sur l'effet de forme : (a) lamelles orthogonales, (b) réseau de lamelles orthogonales et (c) bobine rectangulaire et plans magnétiques lamelles étroites.

✓ **“Sandwiched PMP Inductors” - Yamaguchi et al. (Tohoku University)**

Capitalisant sur un travail de fond quant à l'optimisation des plans en réseau de lamelles pour la tenue à haute fréquence, M. Yamaguchi a ensuite cherché à augmenter significativement le gain sur L en travaillant sur des structures en sandwich qui, par définition, conduisent à un plus grand confinement du flux magnétique. Dans [39], ils ont récemment montré la faisabilité d'une inductance spirale planaire (en cuivre  $3 \mu\text{m}$ ) « sandwichée » avec ou sans fermeture latérale et utilisant également le CoZrNb. Plusieurs configurations ont été regardées : l'approche sandwich (non refermée) avec soit les deux plans entiers, c'est-à-dire non fractionnés (Plane), soit les deux plans fractionnés au niveau des interspires (Align) et enfin l'encapsulation quasi complète de la bobine en rajoutant des fermetures latérales (plans inclinés) au cas précédent (Closed) (figure I-38). Les résultats en terme de valeur de L et de Q sont parmi les meilleurs obtenus à ce jour. L'augmentation sur L est d'environ 12 %, 22 % et 72 % pour les configurations Align, Closed et Plane respectivement. Un des meilleurs facteurs de qualité vu à ce jour ( $Q = 12$  à 1 GHz) a été obtenu pour la configuration Align (figure I-39). A noter qu'avec la configuration Plane qui n'induit quasiment pas de champ démagnétisant, le gain sur L est grand à cause de la perméabilité qui est forte mais cela reste incompatible avec la problématique du facteur de qualité puisque la fréquence de FMR est trop faible (1 à 1.5 GHz).

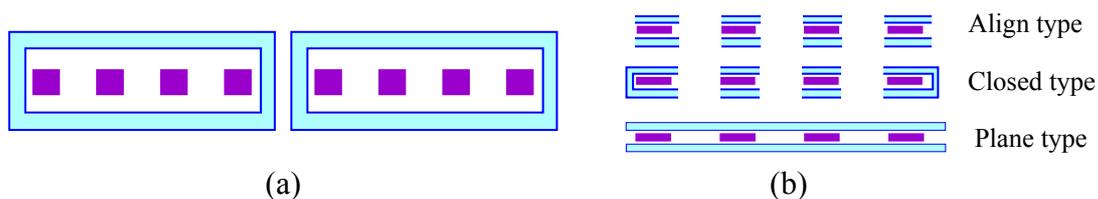


Figure I-38 : Designs adoptés : configuration sandwich non refermée avec plans entiers (Plane) (a) et plans fractionnés (Align) (b) et encapsulation avec fractionnement du plan (Closed).

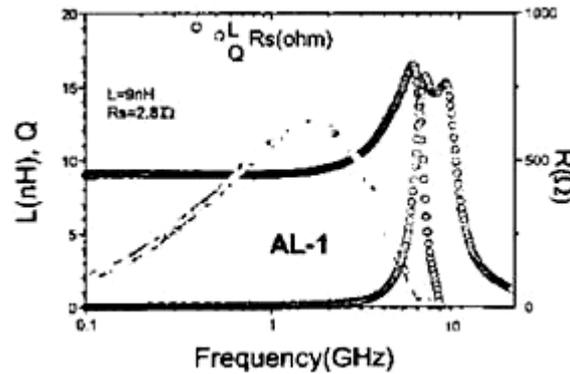


Figure I-39 : Dépendance en fréquence de l'inductance série  $L$ , du facteur de qualité  $Q$  et de la résistance série pour la configuration sandwich non refermée avec plans fractionnés (Align).

✓ **“Electrical Patterned Ground Plane - like” - A.M. Crawford (INTEL & Stanford)**

Un autre exemple qui s'est illustré comme un des meilleurs résultats, du moins en ce qui concerne le gain sur  $L$ , est issu des travaux de Crawford [40][41] en collaboration avec INTEL. Inspirés par les résultats de Yamaguchi, ils ont cherché à faire une démonstration plus proche d'un prototype industriel. Pour cela, ils ont utilisé les masques existants des plans de masse électriques utilisés par INTEL sur des inductances conventionnelles pour réaliser cette fois des plans magnétiques (figure I-36 (c)). Le matériau utilisé est le CoZrTa avec des épaisseurs de l'ordre de à 0.5 à 1  $\mu\text{m}$ . Cependant, il est important de noter qu'ici les directions principales des lamelles sont à 90° du cas traité par Yamaguchi et que tout effet de bidirectionnalité est par conséquent exclu. De plus, le contrôle de la fréquence de FMR est plus délicat puisque chaque longueur de lamelle conduit à une valeur différente. Cette configuration amène également des problématiques de résonances de parois dues à la présence de domaines de fermeture le long de la propagation du flux. Enfin, pour des raisons pratiques et de coût de réalisation, la fabrication des inductances n'a été que partielle c'est-à-dire sans le niveau dit « underpass » qui utilise les couches de métal du CMOS. Pour simplifier, ce niveau a été réalisé avec le CoZrTa bien que ce dernier présente une très mauvaise conductivité. L'extraction correcte des facteurs de qualité n'a, par conséquent, pas été possible, d'où l'absence très controversée des résultats à ce niveau. Malgré cela, des résultats exceptionnels en terme de gain sur  $L$  ont été obtenus pour la première fois avec plus de 50 % en structure simple (bottom) et jusqu'à plus de 100 % en structure sandwich. Bien qu'aucune validation du facteur de qualité n'ait été possible, ce travail a suscité un intérêt très grand confirmant pour la première fois le potentiel de réduction de taille des spirales par l'ajout d'un matériau magnétique. Il est cependant regrettable qu'aucune réalisation complémentaire (avec un underpass complet) n'ait été poursuivie pour finaliser ce travail.

**b) Contrôle de la fréquence de FMR par Hk : 2<sup>ème</sup> approche**

Cette solution diffère des approches précédentes et vise à s'affranchir des contraintes sur le design des plans magnétiques en réseau de lamelles. Les valeurs de perméabilité et de fréquence de résonance dépendent moins de effets géométriques que des grandeurs intrinsèques du matériau et sont donc essentiellement contrôlées par les paramètres de dépôt. L'idée introduite au LETI est d'utiliser des plans non fractionnés appelés « Solid Magnetic

Plane » (SMP) par opposition aux « Patterned Magnetic Planes » (PMP), pour un meilleur confinement et éviter les problèmes liés aux discontinuités du flux magnétique au dessus de chaque branche de la self et enfin pour simplifier la conception et la fabrication des plans magnétiques. La géométrie la plus naturellement adaptée au recouvrement d'une spirale dans ce cas repose sur quatre trapèzes ou trapézoïdes. Par contre, cette approche nécessite des matériaux magnétiques spécifiques (fort  $H_k$  et/ou fort  $4\pi M_s$ ) et hors état de l'art puisque le contrôle de la fréquence de FMR ne se fera plus majoritairement par l'effet démagnétisant. La condition à la réalisation d'un caractère bi axial (100 % d'excitation) reposera ici sur l'utilisation de deux dépôts magnétiques fabriqués successivement avec des directions d'anisotropie induite à  $90^\circ$  l'une de l'autre (figure I-40). La simplicité de la topologie permet cette réalisation sans difficulté particulière contrairement au cas du réseau de lamelles étroites.

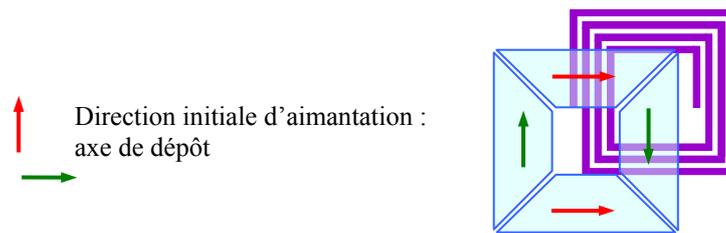


Figure I-40 : Design « Solid Magnetic Plane » (LETI) par opposition à « Patterned Magnetic Plane » (Tohoku University) avec deux niveaux de métallisation pour la réalisation du caractère bi directionnel.

#### ✓ « Solid Magnetic Planes Type » - B. Viala (CEA-LETI & STMicroelectronics)

Cette approche a été envisagée dans le cadre d'une première collaboration entre le CEA-Leti, le CEA le Ripault, l'IRCOM et STMicroelectronics. L'objectif était la validation du concept des « Solid Magnetic Planes » (SMP) sur inductances en cuivre épais. Pour cela, il était d'abord nécessaire de disposer d'un matériau spécifique. Le candidat naturellement retenu est le classique CoZrNb mais avec une particularité propre à la méthode de dépôt utilisée. En effet, dans le cadre spécifique du développement de matériaux magnétiques pour la furtivité, le CEA Le Ripault (O. Acher) a mis au point une technique de dépôt dite « au déroulé » qui permet de recouvrir de grandes surfaces par défilement d'un film souple. Cette technique particulière confère, en particulier, au CoZrNb un caractère unique avec un champ d'anisotropie particulièrement élevé (jusqu'à plus de 50 Oe) qui conduit à une fréquence de FMR exceptionnelle pour ce matériau jusqu'à 2.5 à 2.7 GHz [42] contre 1 à 1.5 GHz dans l'état de l'art [43]. De plus, son élaboration a été rendue entièrement compatible « Above IC » sur substrat de silicium. Ce matériau offre alors le meilleur potentiel pour l'application visée (à 1 GHz). Il est cependant limité à des épaisseurs assez faibles ( $0.2 \mu\text{m}$ ) en raison d'une dégradation rapide de ses propriétés magnétiques douces avec la formation de stripe domains à plus forte épaisseur. En raison de la configuration monocathode du dispositif de dépôt, ce film n'a pu être exploité que sous forme monocouche et non sous forme de lamellé avec isolant qui aurait pu permettre une épaisseur cumulée plus forte. On a donc cherché à valider le principe d'inductances ferromagnétiques avec SMP en se focalisant sur L et sur Q, sans chercher à obtenir le record de gain sur L. Un spectre de perméabilité dynamique caractéristique du CoZrNb est illustré ci-dessous (figure I-41).

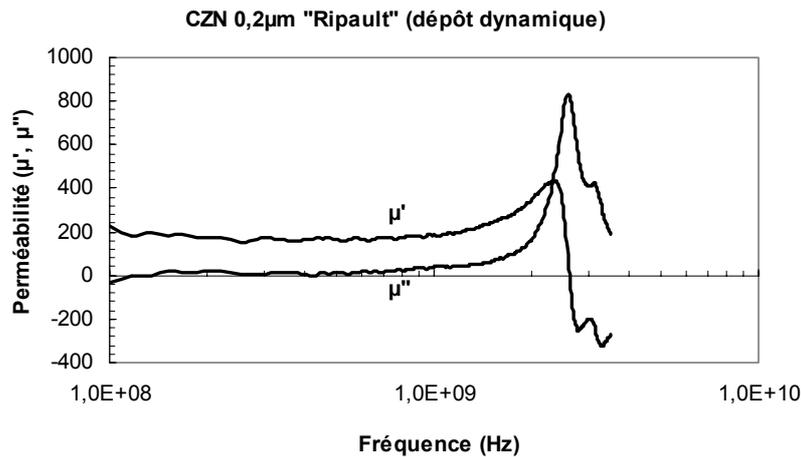


Figure I-41 : Mesures de la perméabilité dynamique d'un film de  $\text{CoZrNb}$  d'épaisseur  $0.2 \mu\text{m}$  déposé par la méthode « au déroulé » (CEA Le Ripault).

Les inductances ferromagnétiques ont été fabriquées au Leti, après un travail de conception et d'intégration du matériau sur silicium (déposé au Ripault). Les principaux résultats sont accessibles dans [44][45][46]. Sur la base du concept SMP, différentes variations d'architectures inductrices et de plans magnétiques ont pu être regardées de façon à optimiser la forme des inductances, la géométrie des plans magnétiques et leur orientation par rapport aux spires des bobines. Ces premiers résultats expérimentaux ont aussi permis une comparaison avec les résultats de simulation électromagnétique incluant pour la première fois la dépendance fréquentielle de la perméabilité complexe (Ansoft HFSS au LETI + EMXD à l'IRCOM [47]). L'ensemble des résultats est présenté dans [45]. Pour une inductance carrée de 3.5 tours (figure I-42), ce qui est aussi valable pour une self ronde ou octogonale avec même nombre de tours, intégrant un plan magnétique de type SMP au dessus de la self, le gain sur L est de l'ordre de 15 % avec bidirectionnalité (et de 7.5 % sans) avec des facteurs de qualité de l'ordre de 10 à 1.5 GHz (figure I-43). De plus, la corrélation de ses premiers résultats expérimentaux avec ceux simulés s'est avérée correcte.

Ce premier travail a permis la validation du concept des SMP, y compris avec 100 % de surface active, avec des pertes autres que magnétiques largement minimisées et une compatibilité fonctionnelle avec un grand nombre de géométries. Cependant, les résultats sont mitigés en terme de gain sur L à cause de l'épaisseur relativement faible utilisée ici ( $0.2 \mu\text{m}$ ) et de l'aimantation à saturation modérée de cet alliage (10 kG) qui restreint la perméabilité. Quant aux effets sur le facteur de qualité, ils sont pour la première fois clairement découplés des effets purement « électriques » (capacitifs, Joules ...) qui ont pu être correctement minimisés. La limitation principale tient à la génération de pertes magnétiques dominantes vers 1.5 GHz en rapport avec la FMR qui apparaît vers 2.5 GHz. La possibilité d'ajuster cette fréquence de résonance plus haut dans le spectre (jusqu'à environ 5 GHz) par une segmentation supplémentaire des plans a été également pleinement validée. Cependant, en raison de l'aimantation modérée, les niveaux de perméabilité sont alors insuffisants (pour l'épaisseur donnée) pour satisfaire à un gain significatif sur L ( $\geq 5 \%$ ).

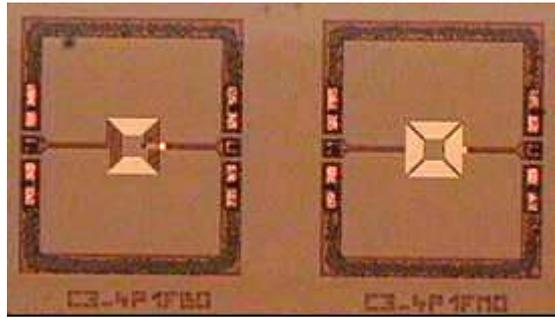


Figure I-42 : Photographie en vue de dessus des inductances avec Solid Magnetic Planes réalisés au dessus de la self

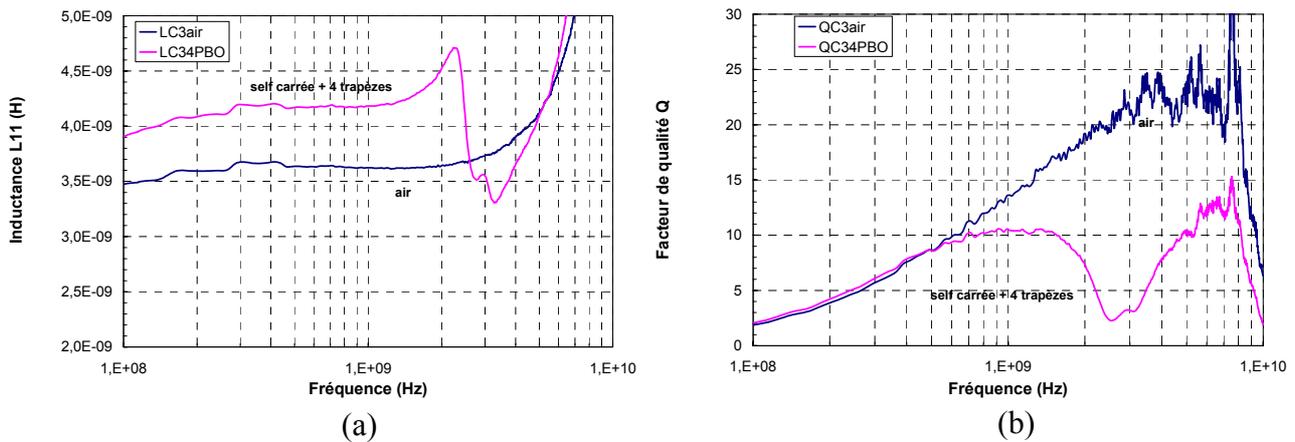


Figure I-43 : Dépendance en fréquence de l'inductance série (a) et du facteur de qualité (b) pour une inductance de 3.5 tours intégrant 4 plans magnétiques trapézoïdaux de type SMP et comparaison avec la self à l'air.

Du point de vue de la conception des selfs magnétiques, il a été prouvé que la présence de quatre plans magnétiques pleins, chacun avec une direction d'aimantation appropriée par rapport aux spires, s'imposait, nécessitant une réalisation en deux niveaux distincts. De plus, un recouvrement minimal du bobinage s'avère suffisant (les extensions vers l'intérieur ou l'extérieur sont inefficaces), ce qui démontre la comptabilité de cette application avec la recherche à terme d'une compacité maximale des selfs sur les circuits. De plus, il y a une grande souplesse d'adaptation des formes respectives des plans magnétiques et du bobinage, ce qui lève certaines contraintes sur leur design vis à vis des standards industriels.

Cette première démonstration permet enfin de mieux définir les spécifications futures du matériau par rapport aux performances souhaitées. En particulier, il ressort que l'épaisseur du matériau est prépondérante pour le gain sur L et doit être de l'ordre de 0.5 à 1  $\mu\text{m}$ . L'aimantation à saturation doit être également plus forte afin de satisfaire à des perméabilités plus élevées et à contrôler la FMR à plus haute fréquence. Enfin, cette première réalisation permet de disposer d'un « véhicule test » fonctionnel et performant (pas de limitation LC) qui permettra de tester par la suite de nouveaux matériaux magnétiques avec une grande flexibilité due à l'intégration en dernier niveau et sur une plage de fréquence de fonctionnement étendue (de 1 GHz à plus de 8 GHz).

### **c) Nécessité de matériaux à plus forte aimantation : 3<sup>ème</sup> approche**

Que ce soit pour les concepts d'inductances avec PMP ou SMP, il ressort de façon générale le besoin de matériau à « perméance » significativement plus élevée, ce qui passe à la fois par une aimantation à saturation plus forte pour satisfaire à une perméabilité plus grande et par une épaisseur plus importante. Cette dernière rajoute une contrainte supplémentaire sur la résistivité du matériau qui doit également augmenter. Capitalisant sur des efforts jusque là principalement focalisés sur la conception de ce type d'inductance, une avancée significative en terme de matériaux est désormais nécessaire pour exploiter totalement le potentiel de ces selfs. Des résultats très récents, vont pleinement dans ce sens avec des gains sur l'inductance qui atteignent déjà 30 à 35 % en structure « top » comme démontré par le travail de Yamaguchi avec le FeCoBN [48][49]. Ce matériau est extrêmement prometteur car il cumule une forte aimantation (16 - 18 kG), un fort Hk (40 – 50 Oe) lui conférant une fréquence de résonance intrinsèque de 2.2 à 2.8 GHz avec une perméabilité (DC) de plus de 200 et peut être exploité jusqu'à plus de 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Par contre, il reste encore limitatif en termes d'effets Joules et capacitifs à cause d'une résistivité encore trop faible ( $\sim 100 \mu\Omega.\text{cm}$ ) et il ne permet pas de conserver des facteurs de qualité élevés ( $\sim 10 - 12$  au maximum).

Ceci nous amène donc naturellement à décrire maintenant l'état de l'art des matériaux les plus avancés, combinant forte aimantation, forte anisotropie et forte résistivité, dont le développement a occasionné des efforts importants très récemment. Ces matériaux font partie de la catégorie des films granulaires.

#### ***2.3.3 Etat de l'art des matériaux magnétiques granulaires pour la RF***

Cette partie est focalisée sur les matériaux magnétiques granulaires qui d'après ce que nous venons de voir présentent les caractéristiques les plus adaptées pour ce type d'applications. Les matériaux granulaires sont constitués de deux phases, l'une étant la phase ferromagnétique nanocristalline et l'autre consistant en une matrice fortement résistive dans laquelle la première est finement dispersée. Depuis quelques années seulement, les propriétés ferromagnétiques douces de films minces granulaires sont devenues très intéressantes pour les applications radio-fréquences à plus de 1 GHz. La difficulté consiste à concilier caractère électrique très faiblement conducteur et propriétés magnétiques douces avec une fréquence de résonance élevée. Il est possible de classer les matériaux granulaires en deux catégories : les alliages homogènes et les alliages hétérogènes.

##### **a) Alliages homogènes**

Ils sont obtenus directement, à partir d'une composition donnée, par dépôt sous atmosphère riche en oxygène. Ils se présentent souvent sous la forme complexe de plusieurs phases d'oxydes magnétiques et non magnétiques. Leur microstructure est de ce fait plus difficile à contrôler que dans les alliages classiques et les propriétés magnétiques douces plus difficiles à obtenir. Ils se divisent classiquement en trois grandes familles : 1/ Base-Co, 2/ Base-Fe et 3/ Base-CoFe. Les éléments d'addition sont de deux natures : {Al, Si, Cr ...} classiquement utilisés pour améliorer le comportement magnétique doux des alliages microcristallisés et {Ta, Zr, Hf ...} utilisés pour leur pouvoir amorphisant.

✓ Les alliages à base de cobalt présentent un intérêt particulier car ils ont une anisotropie magnétocristalline naturelle élevée associée à la maille hexagonale du cobalt qui permet d'avoir un fort champ d'anisotropie. Les premières investigations se sont portées sur les alliages CoAlO [50] et CoCrO [51]. Malgré d'excellents résultats :  $\rho > 10^4 \mu\Omega.cm$ ,  $4\pi M_S = 11 \text{ kG}$ ,  $H_k \sim 80 \text{ Oe}$ ,  $f_{\text{FMR}} \sim 3 \text{ GHz}$  [51][50], ces matériaux ne présentent pas un caractère doux suffisant en termes de coercitif et de pertes dissipatives et souffrent d'une latitude de procédé très étroite. De nombreux travaux se sont ensuite focalisés sur l'alliage binaire Co-Zr avec  $10\% < \text{Zr (at. \%)} < 40\%$  qui possède une structure amorphe et donc un caractère intrinsèquement plus doux. Des propriétés magnétiques douces ont en effet été observées pour des films de CoZrO déposés par PVD sur substrat refroidi [52]. L'incorporation d'oxygène mène à la formation de nanograins riches en Co dans une matrice de ZrO<sub>2</sub>. De fortes valeurs d'anisotropie ( $H_k > 150 \text{ Oe}$ ) et de faibles coercitivités ( $H_c < 10 \text{ Oe}$ ) ont été observées. Des études fréquentielles ont montré une perméabilité constante jusqu'à 600 MHz et une fréquence résonance de 3 GHz mais avec des niveaux de perméabilités faibles ( $\mu \leq 50$ ). Une autre approche intéressante menée par Dhagat et al. a été réalisée par co-pulvérisation d'une de Co en même temps qu'une cible de Zr sous atmosphère oxydée [53]. Les films obtenus de forte épaisseur (10  $\mu\text{m}$ ) ont des propriétés magnétiques douces et une aimantation de 12 kG. La fréquence de résonance est mesurée à 2 GHz avec une perméabilité DC  $\mu \sim 100$ . Le matériau granulaire Co-Pd-Si-O développé par Ohnuma et al. [54] possède des propriétés surprenantes. La technique d'élaboration repose sur une co-pulvérisation sous atmosphère oxydée d'une cible de Co sur laquelle a été fixée des pastilles de palladium (Pd). L'ajout de Pd dans ce cas, augmente l'anisotropie du matériau et les valeurs de  $H_k$  peuvent atteindre 400 Oe. L'aimantation ayant une valeur raisonnable (8,6 kG), la fréquence de résonance intrinsèque du matériau est de 5 GHz, et la perméabilité effective du matériau est alors assez faible mais sur une large bande de fréquence ( $\sim 25$  jusqu'à 2 GHz). De plus, la résistivité du matériau est assez élevée :  $860 \mu\Omega.cm$  puisque l'alliage est constituée de nanoparticules de cobalt dans une matrice amorphe d'oxyde. Finalement, les matériaux à base de Co ont des propriétés particulièrement intéressantes cependant le manque de stabilité thermique au-delà de 200°C, est la principale difficulté quant à l'utilisation de cette famille de matériaux.

✓ Les alliages de fer se caractérisent par une très forte aimantation (maxi 22 kG). Parmi les résultats les plus significatifs sur les films FeXO (X = Al, Si, ...), on retiendra ceux du FeAlO [55][54]. Malgré d'excellentes propriétés magnétiques douces jusqu'à environ 2 GHz, cette famille de matériaux ne présente pas de caractère « isolant » avec  $\rho \sim 500 \mu\Omega.cm$ . De plus, ils souffrent également d'un manque important de tenue en température ( $< 200^\circ\text{C}$ ). Les alliages du type FeXO (X = Zr, Hf, ...) avec  $X \geq 25\%$  en poids présentent, quant à eux, une combinaison plus intéressante de propriétés magnétiques douces, de plus fortes résistivités ( $\rho > 10^3 \mu\Omega.cm$ ) et de plus grande stabilité thermique [56]. Par contre, leur procédé d'élaboration est plus complexe et plus difficile à maîtriser. En effet, ces matériaux sont par nature amorphes et ne présentent pas de bonnes propriétés magnétiques dans l'état brut de dépôt. Ce n'est qu'après un traitement thermique sous champ magnétique vers 400°C qu'une fraction de phase nanocristalline ferromagnétique adéquate apparaît. Il est néanmoins assez difficile de contrôler simultanément les caractéristiques électriques et magnétiques.

✓ Enfin, une attention toute particulière a été retenue pour les alliages à base de CoFe. En effet, ils ont l'avantage d'avoir une aimantation record (24 kG) mais inversement possèdent une anisotropie magnétocristalline très forte qui pénalise fortement leur caractère doux. En ce sens, ils sont très difficiles à mettre en œuvre pour des applications faibles pertes. Ils sont par conséquent toujours associés à des éléments d'addition (B, Si, Al, Ta, Hf ...) qui visent à améliorer les propriétés magnétiques douces mais au détriment de l'aimantation à

saturation. Des résultats significatifs sur le CoFeHfO [57] ont montré des fréquences de résonances élevées ( $\sim 3$  GHz) et la conservation d'un caractère doux, pour des résistivités assez élevées de 250 à 2500  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ . Les films obtenus contiennent des nanograins riches en Fe-Co et une matrice amorphe de HfO<sub>2</sub>. Le CoFeNiB, développé par Shim et al. [58], possède des propriétés très particulières avec un champ d'anisotropie H<sub>k</sub> très élevé entre 200 Oe et 300 Oe, une forte aimantation (21.5 kG) permettant d'atteindre une perméabilité de l'ordre de 100, avec une fréquence de résonance de 6 GHz. Par contre, ce matériau ne présente qu'une résistivité de 89  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ .

A la vue des principaux résultats publiés dans la littérature, il semble établi que l'approche « homogène » d'élaboration directe de couche granulaire, bien que la plus répandue, soit peu prometteuse. En effet, le contrôle de la fraction volumique de phase ferromagnétique douce (non ou faiblement oxydée) et de phase isolante (fortement oxydée) est très aléatoire. Il en ressort en particulier une très grande difficulté à conserver l'aimantation élevée ainsi qu'à contrôler le caractère doux de l'alliage final. Des niveaux de résistivité supérieurs à 1000  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$  sont accessibles ainsi que de très forts champs d'anisotropie qui permettent d'élever la fréquence de FMR au-delà de 3 GHz. Par contre, on aboutit le plus souvent à une dilution très rapide de l'aimantation à cause de l'oxydation massive de l'élément magnétique lui-même qui peut être difficilement évitée et qui se traduit par des niveaux de perméabilités trop faibles.

### **b) Alliages hétérogènes**

Une approche, beaucoup plus récente, consiste à réaliser le matériau granulaire à partir d'une structure hétérogène dans laquelle les contributions magnétiques (forte aimantation, caractère doux, anisotropie induite ...) et électriques (isolant) sont au départ séparées. Le principe repose sur le mixage de couches de très faibles épaisseurs (quelques nm) au caractère métastable constituées d'un matériau ferromagnétique classique aux propriétés optimisées et d'un isolant spécifique. L'idée repose sur la possibilité d'une réorganisation des deux phases en présence, sous la forme d'une dispersion fine de la première dans la seconde, ce qui doit permettre d'éviter le phénomène précédent d'oxydation massive de l'élément magnétique. Une étude a montré des résultats très encourageants sur des « nanolaminations » de [CoFeB]/[SiO<sub>2</sub>] déposées par couches successives et recuites au final. Le matériau possède une très grande résistivité supérieure à 10<sup>4</sup>  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$  avec un excellent comportement magnétique doux jusqu'à 3 GHz [59]. La stabilité thermique de cette structure n'est cependant pas encore démontrée.

Nous allons nous inspirer de cette idée dans les sens où la voie hétérogène a montré qu'elle offrait des degrés de liberté supplémentaires quant à l'obtention d'un compromis satisfaisant entre propriétés magnétiques et électriques contrairement à l'approche homogène. Nous allons donc partir d'un matériau magnétique satisfaisant (forte aimantation, anisotropie induite) que nous chercherons à disperser dans une matrice constituée par un matériau isolant, le tout pour éviter au maximum l'oxydation de la phase ferromagnétique. Ceci nous amène à définir la stratégie adoptée notamment au niveau du choix du matériau magnétique de départ en fonction des spécifications recherchées pour l'application visée.

### 3 Stratégie de développement

Après cet état de l'art assez détaillé, nous allons exposer la démarche adoptée pour ce projet. Dans un premier temps, nous présenterons les spécificités du matériau magnétique souhaitées pour nos inductances et ensuite nous détaillerons la stratégie matériau choisie.

#### 3.1 Spécifications pour le matériau magnétique

L'enjeu de ce travail est d'obtenir un gain supérieur à 30 % sur la valeur de l'inductance en vue de son redimensionnement pour une meilleure compacité. Le facteur de qualité (après redimensionnement) doit être au moins équivalent à celui de la self originale jusqu'à 3 GHz. La conception des inductances repose sur le principe des SMP (Solid Magnetic Planes) avec bidirectionnalité qui a été validé précédemment. Pour l'estimation des spécifications du matériau nous partirons d'une largeur représentative (en HA) des SMP de 90 à 100  $\mu\text{m}$  qui permet un recouvrement optimal au plus compact d'une grande variété de spirales. De plus, nous considérerons qu'une distance de séparation (isolation) de 5  $\mu\text{m}$  entre la self et les plans est suffisante pour éviter une coupure LC prématurée au regard de la résistivité modérée du matériau utilisé. Si l'on considère ces paramètres et les limitations propres à cette réalisation, nous pouvons dégager les conditions fonctionnelles suivantes :

- **perméance ( $\mu' \times e$ )  $\geq 100$**  *(rappel : 10 % de gain sur L pour  $\mu' \times e = 30$ )*
- **fréquence de FMR  $\geq 5$  GHz** *(rappel :  $Q_{max}$  à 1.5 GHz pour FMR à 2.5 GHz)*
- **fréquence de coupure LC  $\sim 10$  GHz**

A partir du rappel des équations dans la partie 2.3.1, pour satisfaire aux conditions précédentes, on peut établir les spécifications suivantes pour le matériau :

- **$4\pi M_s \sim 20$  kG**
- **épaisseur  $\sim 1$   $\mu\text{m}$**
- **résistivité  $\sim 500$   $\mu\Omega.\text{cm}$**

Concernant les designs possibles, deux approches sont envisagées :

a) La première consiste en une structure TOP, c'est-à-dire avec un seul plan magnétique supérieur (figure I-44). Le plan magnétique est de dimension finie donc on doit prendre en compte le champ démagnétisant  $H_d$ . Le matériau devra présenter une forte aimantation permettant l'obtention d'une perméabilité  $\mu'$  élevée et un contrôle de la FMR principalement par  $H_d$  donc par la géométrie des plans. On ne cherchera pas par conséquent un compromis quant aux contributions respectives sur la FMR de  $H_d$  et  $H_k$ , la valeur de ce dernier pouvant être relativement modéré ici (par exemple  $\sim 10$  Oe).

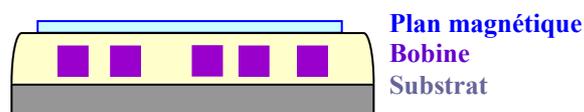


Figure I-44 : Schéma d'une structure TOP.

b) La deuxième approche repose sur une structure sandwich avec plans magnétiques de type SMP au dessus et au dessous de la self (figure I-45). Le couplage magnétostatique entre les deux plans magnétiques va réduire  $H_d$  donc la FMR. On devra donc ici compenser cette chute de  $H_d$  par une augmentation du  $H_k$  (par exemple, jusqu'à 50 Oe). Le matériau devra donc posséder une forte aimantation ( $\mu'$  élevée) mais également un fort  $H_k$ .

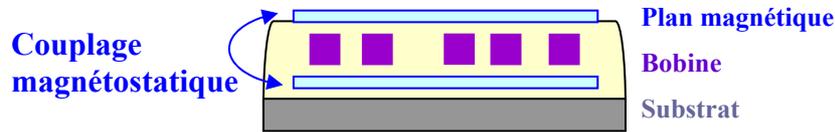


Figure I-45 : Schéma d'une structure Sandwich.

En somme, en intégrant les autres contraintes d'ordre technologique, l'ensemble des spécifications du matériau se résume aux points suivants :

- $4\pi M_s \sim 20 \text{ kG}$
- $H_k \sim 10 \text{ à } 50 \text{ Oe (non critique)}$
- épaisseur  $\sim 1 \mu\text{m}$
- résistivité  $\sim 500 \mu\Omega.\text{cm}$
- stabilité thermique  $\geq 250 \text{ }^\circ\text{C}$
- magnétostriction modérée ( $\leq 10^{-5}$ )

## 3.2 Choix du matériau magnétique

### 3.2.1 Etat de l'art sur les FeXN

La vue des spécifications établies et au regard des limitations constatées dans l'état de l'art existant des films granulaires, nous allons nous intéresser exclusivement à des alliages à base de Fe qui ont l'avantage de posséder des caractéristiques magnétiques douces plus favorables que celles de CoFe pour des aimantations parmi les plus élevées. En particulier, nous nous intéressons à la famille récente des films nanostructurés FeXN, largement développée pour l'industrie du data storage [60-65]. Les premières études menées sur les alliages FeN ont montré que l'incorporation d'azote dans la maille du Fe conduit à des propriétés magnétiques douces ainsi qu'à un caractère anisotrope uniaxial marqué tout en conservant une aimantation à saturation proche de celle du fer pur (22 kG). Cependant l'incorporation d'azote dans la maille du Fe est assez faible et il se forme rapidement des précipités de nitrures de fer. De plus, les traitements thermiques sur les films de FeN provoquent une augmentation du coercitif à cause d'une recristallisation prématurée. Des travaux complémentaires ont montré que l'addition de faible quantité de d'éléments X tels que Ta, Hf, Rh, Al, Si..... apporte notamment une meilleure stabilité thermique, améliore l'incorporation d'azote tout en réduisant la formation de nitrure de fer et en conservant une aimantation très élevée. L'élément X peut présenter une affinité géométrique avec N, c'est à dire un rayon atomique le plus grand possible de façon à dilater au maximum la maille cristallographique du fer pour favoriser ainsi une plus grande solubilité de N. Les éléments

tels que Ta, Hf, Zr ... sont en ce sens avantageux par rapport à Al ou Si car ils sont caractérisés par un rayon atomique nettement plus grand que celui de Fe [60]. De plus, Al et Si présente une affinité électrochimique avec N formant préférentiellement des précipités de nitrures qui ne s'incorporeront pas à la maille cubique de Fe [61]. Ces matériaux présentent donc de très fortes aimantations et des propriétés magnétiques douces parfaitement maîtrisées et des résistivités comparables à celles des amorphes. Mais le plus intéressant pour notre étude concerne la microstructure initiale de ces films qui se prédispose favorablement à la réalisation de granulaires par voie hétérogène qui constitue notre objectif à terme. Ils se composent, en effet, selon la proportion d'atomes Fe, X et N, soit d'une seule phase amorphe, soit d'une hétérostructure constituée de nanograins ferromagnétiques FeXN (à forte aimantation) dispersés dans une matrice amorphe (résistive) riche en X. L'existence de cette matrice est déterminante pour nous car en fonction de la nature de X et de son pouvoir oxydant, il devrait être possible de réaliser un granulaire optimal par oxydation sélective de cette matrice sans affecter la phase riche en Fe.

### 3.2.2 Stratégie

Dans un premier temps, l'objectif est donc de rattraper l'état de l'art des matériaux magnétiques classiques type FeXN, d'étudier l'effet de la nitruration sur les propriétés magnétiques et microstructurales de ces alliages et de définir une fenêtre de procédé avant l'incorporation de l'oxygène. De plus ces matériaux « préliminaires » feront l'objet d'une intégration rapide dans les prototypes d'inductances afin de réaliser des démonstrateurs et d'alimenter les travaux de conceptions et de simulations qui seront menés en parallèle. L'objectif final consistera à pousser le développement et à proposer des voies d'optimisation pour un matériau ferromagnétique granulaire optimal du type FeXNO qui permettra d'examiner les potentialités ultimes de ce type d'inductances notamment en terme de compacité.

Notre choix s'est focalisé sur les films de FeTaN et FeHfN pour des raisons que nous allons développer au chapitre 2 et la stratégie de développement que nous allons suivre est illustrée ci-dessus (figure I-46).

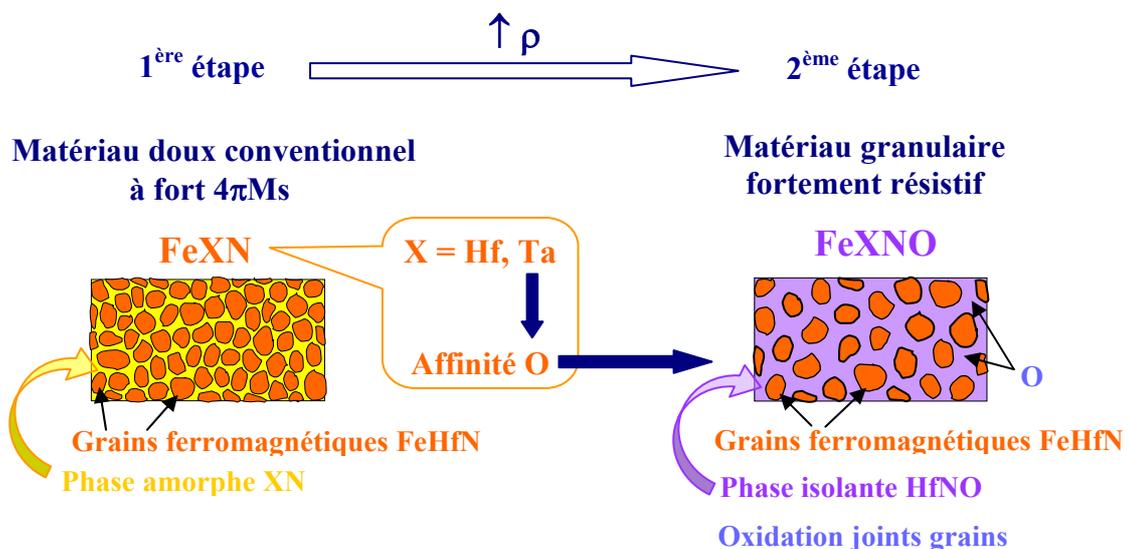


Figure I-46 : Schéma illustrant la stratégie matériau adoptée pour cette thèse.

## Références

- [1] J. Degauque, “Matériaux magnétiques”, Tome 1 - cours INSA Toulouse (Département de Physique), (2001-2002).
- [2] Magnétisme, Fondements (Tome I), Collection Grenoble sciences, pp 92 – 94, (1999).
- [3] C. Kittel, Rev. Mod. Phys., **50**, pp. 7827, (1979).
- [4] S. Chikazumi , Physics of Magnetism , Ed. J. Wiley and Sons (1964).
- [5] L. Neel, J. Phys. rad., 225 (1954).
- [6] A. Aharoni, “Demagnetizing factors for rectangular ferromagnetic prisms”, J. Appl. Phys., **83**, (6), pp. 3432-3434 (1998).
- [7] B. A. Lilley, “Energies and widths of domain boundaries in ferromagnetics”, Phil. Mag. **41**, (7), pp. 792-813, (1950),.
- [8] F. Bloch, “Zur Theorie des Austauschproblems und der Remanenzerscheinung der Ferromagnetika”, Zeitschrift für Physik, **74**, pp. 295-335, (1932).
- [9] L. Néel, Compt. Rend. Acad. Sci., France 241, 533, (1955).
- [10] E. C. Stoner, E. P. Wohlfarth, “A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys”, Phil. Trans. R. Soc., **240**, pp. 599-642, (1948).
- [11] J. Degauque, “Matériaux magnétiques amorphes, micro et nanocristallisés”, Techniques de l'ingénieur, Traité Electronique, **E1770**, pp. 4-5, (1997).
- [12] G. Herzer, “Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets”, IEEE Trans. Mag., **37**, (4), pp. 2251-2254, (2001).
- [13] G. Herzer, “Grain structure and magnetism of nanocrystalline ferromagnets”, IEEE Trans. Mag., **25**, (5), pp. 3327-3329, (1989).
- [14] H. Hoffmann, “Theory of magnetization ripple”, IEEE Trans. Magn., **Mag-4**, pp. 32-38, (1968).
- [15] W. D. Doyle, T. F. Finnegan, “The effect of strain on the susceptibility of polycrystalline Ni-Fe”, J. Appl. Phys., **39**, (7), pp. 3355-3364, (1968).
- [16] Magnétisme – Fondements (Tome 1), Collection Grenoble Sciences, pp. 214-216, (1999).
- [17] Magnétisme – Matériaux et applications (Tome 2), Collection Grenoble Sciences, pp. 161-162, (1999).
- [18] A. Berthault, F. Durbin, “Perméabilité intrinsèque et extrinsèque de couches minces ferromagnétiques et de multicouches ferromagnétique-isolant en fonction de la fréquence : comparaison expérience – modèle”, Journal de Physique 4, **2**, (1992).
- [19] T. L. Gilbert, “A Lagrangian formulation of the gyromagnetic equation of the magnetization field”, Phys. Rev., **100**, pp. 1243-1255, (1955).
- [20] J. Huijbregtse, F. Roozeboom, J. Sietsma, J. Donkers, T. Kuiper, E. van de Riet, “High-frequency permeability of soft-magnetic Fe-Hf-O films with high resistivity”, J. Appl. Phys., **83**, (3), pp. 1569-1574, (1998).
- [21] N. Saito, H. Fujiwara, Y. Sugita, “A new type of magnetic domain structures in negative magnetostriction Ni-Fe films”, J. Phys. Soc. Jpn., **19**, (7), pp. 1116-1125, (1964).

- [22] E. Moraitakis, L. Kompotiatis, M. Pissas, D. Niarchos, "Permeability measurements of permalloy films with a broad band stripline technique", *J. Magn. Magn. Mat.*, **222**, (1-2), pp. 168-174, (2000).
- [23] R. Hida, "Etude du comportement dynamique de la perméabilité magnétique de microstructures élémentaires et de circuits fermés réalisés à partir de couches ferromagnétiques douces", Thèse Alditech / CEA-Leti, (2004).
- [24] N. Smith, "Dynamic domain model for magnetic thin films", *IEEE Trans. Magn.*, **27**, (2), pp. 729-741, (1991).
- [25] M.-H. Yang, M. W. Müller, "Stripe domains in arbitrarily oriented fields", *J. Appl. Phys.*, **45**, (9), 4130-4131 (1974).
- [26] J.C. Slonczewski, B. Petek, B. E. Argyle, "Micromagnetics of laminated Permalloy films", *IEEE Trans. Mag.*, **24**, (3), pp. 2045-2053, (1988).
- [27] A. Hubert, "Stray-field-free magnetization configurations", *Phys. Stat. Sol.*, **32**, (2), pp. 519-534, (1969).
- [28] A. Hubert, "Stray-field-free and related domain wall configurations in thin magnetic films (II)", *Phys. Stat. Sol.*, **38**, (2), pp. 699-713, (1970).
- [29] M. Yamaguchi, K. Suezawa, K. I. Arai, Y. Takahashi, S. Kikuchi, Y. Shimada, W. D. Li, S. Tanabe, K. Ito, "Microfabrication and characteristics of magnetic thin-film inductors in the ultrahigh frequency region", *J. Appl. Phys.*, **85**, (11), pp. 7919-7922, (1999).
- [30] A. M. Crawford, D. Gardner, S. X. Wang, "High-frequency microinductors with amorphous magnetic ground planes", *IEEE Trans. Mag.*, **38**, (5), pp. 3168-3170, (2002).
- [31] B. Viala, A.-S. Royet, R. Cuchet, M. Aïd, P. Gaud, O. Valls, M. Ledieu, O. Acher, "RF planar ferromagnetic inductors on silicon", *IEEE Trans. Mag.*, **40**, (4), pp. 1999-2001, (2004).
- [32] C. P. Yue, S. Simon Wong, "Physical modeling of spiral inductors on silicon", *IEEE Transactions on Electron Devices*, **47**, (3), pp. 560-567, (2000).
- [33] M. Yamaguchi, T. Kuribara, K-I Arai, "Two port type ferromagnetic RF integrated inductor", *IEEE International Microwave Symposium (Seattle USA) (IMS-2002) TU3C-2*, pp. 197-200, (2002).
- [34] V. Korenivski, "GHz magnetic film inductors", *J. Magn. Mag. Mat.*, **215-216**, pp. 800-806, (2000).
- [35] M. Yamaguchi, M. Baba, K. Suezawa, M. Moizumi, K. I. Arai, A. Haga, Y. Shimada, S. Tanabe, K. Itoh, "Improved RF integrated magnetic thin-film inductors by means of micro slits and surface planarization techniques", *IEEE Trans. Mag.*, **36**, (5), pp. 3495-3498, (2000).
- [36] M. Vroubel, B. Rejaei, Y. Zhuang, J. N. Burghartz, "Permeability and resonance frequency of patterned magnetic thin films", *SAFE 2001, Veldhoven, the Netherlands*, pp. 1-5, 29-30 November 2001.
- [37] M. Yamaguchi, K. Suezawa, M. Baba, K. I. Arai, Y. Shimada, S. Tanabe, K. Itoh, "Application of bi-directional thin-film micro wire array to RF integrated spiral inductors", *IEEE Trans. Mag.*, **36**, (5), pp. 3514-3517, (2000).

- [38] M. Yamaguchi, M. Baba, K. I. Arai, "Sandwich-type ferromagnetic RF integrated inductor", IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, **49**, (12), pp. 2331-2335, (2001).
- [39] S. Bae, K. H. Kim, M. Yamaguchi, K. Tan, T. Kusumi, K. Yamakawa, "Closed magnetic circuit structure for RF integrated spiral inductor", Magnetics Conference, 2005, INTERMAG Asia 2005, Digests of the IEEE International, pp. 555 - 556, 4-8 April 2005.
- [40] A. M. Crawford, D. Gardner, S.X. Wang, "Fabrication and Comparison of Broad-band Inductors with One and Two Co-based Amorphous Ground Planes", Trans Magn. Soc. Jpn., **2**, (5), pp. 357, (2002).
- [41] A. M. Crawford, S. X Wang., "Effect of patterned magnetic shields on high-frequency integrated inductors", IEEE Trans. Mag., **40**, (4), pp. 2017-2019, (2004).
- [42] O. Valls, D. Damiani, M. Ledieu, O. Acher, "Matériaux ferromagnétiques pour inductance planaire", Rapport interne CEA Leti-Le Ripault-STM, diffusé le 08/04/03.
- [43] M. Yamaguchi, K. Suezawa, Y. Takahashi, K. I. Arai, S. Kikuchi, Y. Shimada, S. Tanabe, K. Ito, "Magnetic thin-film inductors for RF-integrated circuits", J. Magn. Magn. Mat., **215-216**, pp. 807-810, (2000).
- [44] B. Viala, O. Valls, P. Gaud, M. Aïd, A.-S. Royet, R. Cuchet, D. Damiani, M. Ledieu, O. Acher, "High frequency magnetic properties of CoZrNb thin films deposited by dynamic sputtering technique for GHz Si-integrated planar inductors", Trans. Magn. Soc. Jpn., **2**, (5), p. 384-387, (2002).
- [45] B. Viala, A.-S. Royet, R. Cuchet, M. Aïd, P. Gaud, M. Ledieu, O. Acher, "RF planar ferromagnetic inductors on silicon", IEEE Trans. Mag., **40**, (4), pp. 1999-2001, (2004).
- [46] A.-S. Royet, B. Viala, "Simulations électromagnétiques 3D d'inductances planaires avec matériaux à perméabilité élevée", Rapport interne CCMC, (2002).
- [47] Rapport de stage B. Therond : Simulations électromagnétiques 3D d'une inductance planaire avec matériaux magnétiques doux à forte perméabilité, (2003).
- [48] C. W. Ji, S. H. Kim, I. Kim, K. H. Kim, m. Yamaguchi, "Effects of post-annealing on the magnetic properties of FeCoBN thin film", IEEE Trans. Magn., **41**, (10), pp. 3277-3279, (2005).
- [49] M. Yamaguchi, K.-H. Kim, T. Kuribara, T. Fukushima, I. Kim, J. Kim, "RF integrated inductors with various slit patterns using CoFeBN soft magnetic film", Magnetics Conference, 2005, INTERMAG Asia 2005, Digests of the IEEE International pp. 1089 – 1090, 4-8 April 2005
- [50] S. Ohnuma, H. Fujimori, S. Mitani, T. Masumoto, "High-frequency magnetic properties in metal-nonmetal granular films (invited)," J. App. Phys., **79**, (8), pp. 5130-5135, (1996).
- [51] T. Morikawa, M. Suzuki, Y. Taga, "Soft magnetic properties of Co-Cr-O granular films," J. Appl. Phys., **83**, (11), pp.6664-6666, (1998).
- [52] S. Ohnuma, H. J. Lee, N. Kobayashi, H. Fujimori, T. Masumoto, "Co-Zr-O nano-granular thin films with improved high frequency soft magnetic properties," IEEE Trans. Mag., **37**, (4), pp. 2251-2254, (2001).

- [53] P. Dhagat, W-D. Li, Y. Sun, S. Prabhakaran, C. R. Sullivan, "Thick magnetic thin films: issues in fabrication and performance of 10- $\mu$ m-thick nano-granular Co-Zr-O films", 3<sup>rd</sup> International Workshop on High Frequency Micromagnetic Devices and Materials, 11-12 April 2005.
- [54] S. Ohnuma, M. Ohnuma, H. Fujimori, T. Masumoto "High frequency soft magnetic properties and structure of nano-granular Co-Pd-Si-O films", 3<sup>rd</sup> International Workshop on High Frequency Micromagnetic Devices and Materials, 11-12 April 2005.
- [55] M. Yamaguchi, K. Suezawa, K. I. Arai, Y. Takahashi, K. I. Arai, S. Kikuchi, Y. Shimada, W. D. Li, S. Tanabe, K. Ito, "Microfabrication and characteristics of magnetic thin-film inductors in the ultrahigh frequency region", J. Appl. Phys. **85**, (11), pp. 7919-7922, (1999).
- [56] J. Huijbregtse, F. Roozeboom, J. Sietsma, J. Donkers, T. Kuiper, E. van de Riet,, "High-frequency permeability of soft-magnetic Fe-Hf-O films with high resistivity", J. Appl. Phys., **83**, (3), pp. 1569-1574, (1998).
- [57] S. E. Russek, P. Kabos, T. Silva, F. B. Mancoff, Dexin Wang, Zhenghong Qian, J. M. Daughton, "High-frequency measurements of CoFeHfO thin films," IEEE Trans. Mag, **37**, (4), pp. 2248-2250, (2001).
- [58] E. Yu, J. S. Shim, I. Kim, J. Kim, S. H. Han, H. J. Kim, K. H. Kim, M. Yamaguchi "Development of FeCo-based thin films for gigahertz applications", IEEE Trans. Mag, **41**, (10), pp. 3259-3261, (2005).
- [59] M. Munakata, M. Motoyama, M. Yagi, T. Ito, Y. Shimada, M. Yamaguchi, K.-I. Arai, "Very high electrical resistivity and heteroamorphous structure of soft magnetic (Co<sub>35.6</sub>Fe<sub>50</sub>B<sub>14.4</sub>)-(SiO<sub>2</sub>) thin Films," IEEE Trans. Mag., **38**, (5), pp. 3147-3149, (2002).
- [60] M. K. Minor, J. A. Barnard, "Stress and microstructure of nanocrystalline FeXN (X = Ta, Si, and Al) thin films", J. Crystal Growth, **174**, (1-4), pp. 501-505, (1997).
- [61] Viala, M. K. Minor, J. A. Barnard, "Microstructure and magnetism in FeTaN films deposited in the nanocrystalline state", J. Appl. Phys., **80**, (7), pp. 3941-3956, (1996).
- [62] K. Seemann, H. Leiste, V. Bekker, "New theoretical approach to the RF-dynamics of soft magnetic FeTaN films for CMOS components", J. Mag. Mat., **278**, pp. 200 - 207, (2004).
- [63] A. Makino, Y. Hayakawa, "Soft magnetic properties and microstructure of nanocrystalline Fe-Hf-N sputtered films", IEEE Trans. Mag., **31**, (6), pp. 3874-3876, (1995).
- [64] P. Zou, J. A. Bain, "Surface nitrogen concentration dependence of the nitrogen incorporation in reactively sputtered FeXN films", J. App. Phys., **91**, (10), pp. 6827-6829, (2002).
- [65] Y. Ma, X. Li, T. Xie, F. Wei, Z. Yang, "A study of sputtering process for nanocrystalline FeAlN soft magnetic thin films", Mat. Sc. Eng., **B103**, pp. 233-240, (2003).



冬枯や世は一色に風の音

芭蕉

Désolation hivernale  
Dans le monde monochrome  
Le bruit du vent

Bashô



# Chapitre 2 : Films nanocristallins FeXN à forte aimantation avec X = Ta ou Hf

<b>Introduction .....</b>	<b>93</b>
<b>1 Généralités sur les films FeXN .....</b>	<b>94</b>
1.1 Effet de l'azote dans la maille du Fe.....	94
1.2 Effet d'un élément de substitution X dans la maille du Fe.....	96
<b>2 Conditions générales d'élaboration des films FeTaN et FeHfN et propriétés .....</b>	<b>98</b>
2.1 Conditions de dépôt .....	98
2.1.1 Choix de la technique de dépôt .....	98
2.1.2 Choix de la configuration de la cathode.....	98
2.1.3 Choix de la configuration du porte-substrat.....	99
2.1.4 Choix de la configuration des gaz.....	100
2.1.5 Conditions d'élaboration et moyens de caractérisations.....	100
2.2 Etude microstructurale des films de FeTaN et FeHfN .....	101
2.2.1 Remarques générales pour les deux matériaux.....	101
2.2.2 Comparaison entre les deux alliages.....	104
2.3 Etude des propriétés magnétiques et électriques .....	104
2.3.1 Aimantation à saturation.....	106
2.3.2 Champ coercitif selon l'axe facile.....	106
2.3.3 Le champ d'anisotropie.....	108
2.3.4 La résistivité.....	108
2.4 Etude à basse température sur l'alliage fortement nitruré (FeHf) <sub>84</sub> N <sub>16</sub> (7 % vol. N <sub>2</sub> )	109
2.5 La magnétostriction .....	112
2.5.1 Mesures de $\lambda_s$ .....	112
2.5.2 Modèle théorique .....	113
2.5.3 Interprétation.....	114
2.6 Caractérisation des contraintes .....	116
2.7 Etude des propriétés magnétiques dynamiques .....	117
2.7.1 Comportements dynamiques en fonction du degré de nitruration pour les films de FeHfN	118
2.7.2 Comparaison des comportements des composés optimisés : (FeTa) <sub>83</sub> N <sub>17</sub> et (FeHf) <sub>90</sub> N <sub>10</sub> ....	120
2.7.3 Conclusion .....	121
<b>3 Conditions particulières d'élaboration des films FeTaN et FeHfN et propriétés ....</b>	<b>122</b>
3.1 Effet de l'épaisseur .....	122
3.1.1 Température de dépôt.....	122
3.1.2 Contrainte .....	123
3.1.3 Propriétés magnétiques .....	123
3.1.4 Considérations énergétiques : épaisseur critique .....	125
3.1.5 Spectres dynamique du (FeHf) <sub>90</sub> N <sub>10</sub> en fonction de l'épaisseur .....	126
3.2 Effet de l'angle d'inclinaison du dépôt.....	129

3.2.1	Concept .....	129
3.2.2	Propriétés magnétiques en fonction de l'inclinaison .....	130
3.2.3	Spectres en fréquence pour les différentes inclinaisons.....	131
<b>4</b>	<b>Etude de la stabilité thermique des films FeHfN.....</b>	<b>133</b>
<b>4.1</b>	<b>Effet de la température de mesure .....</b>	<b>133</b>
4.1.1	Film (FeHf) <sub>90</sub> N <sub>10</sub> optimisé.....	133
4.1.2	Films de FeHfN avec différentes teneurs en azote.....	135
4.1.3	Comparaison (FeTa) <sub>83</sub> N <sub>17</sub> et (FeHf) <sub>90</sub> N <sub>10</sub> optimisés.....	137
4.1.4	Cas particulier du (FeHf) <sub>90</sub> N <sub>10</sub> déposé avec 80° d'inclinaison .....	138
<b>4.2</b>	<b>Effet de la température de recuit.....</b>	<b>140</b>
4.2.1	Film (FeHf) <sub>90</sub> N <sub>10</sub> « optimisé ».....	140
4.2.2	Composé « surnitruré » (FeHf) <sub>84</sub> N <sub>16</sub> (7% vol. N <sub>2</sub> ).....	142
<b>5</b>	<b>Analyse microstructurale détaillée par TEM.....</b>	<b>145</b>
<b>5.1</b>	<b>Etude en fonction de la teneur en azote .....</b>	<b>145</b>
5.1.1	Films sans azote : Fe <sub>96,8</sub> Hf <sub>3,2</sub> .....	145
5.1.2	Alliages contenant peu d'azote (FeHf) <sub>94</sub> N <sub>6</sub> (2 % vol. N <sub>2</sub> ).....	147
5.1.3	Alliage optimisé : (FeHf) <sub>90</sub> N <sub>10</sub> (3.8% vol. N <sub>2</sub> ).....	148
5.1.4	Alliage à très forte teneur en azote : (FeHf) <sub>86</sub> N <sub>14</sub> (5 % vol. N <sub>2</sub> ).....	149
5.1.5	Alliage « surnitruré » : (FeHf) <sub>84</sub> N <sub>16</sub> (7 % vol. N <sub>2</sub> ).....	151
5.1.6	Synthèse des effets de la nitruration sur la microstructure et les propriétés magnétiques des films FeHfN.....	153
<b>5.2</b>	<b>Observations d'une couche de FeHfN de forte épaisseur .....</b>	<b>155</b>
5.2.1	Observations similaires.....	157
5.2.2	Interprétations .....	157
5.2.3	Synthèse sur l'effet de l'épaisseur.....	159
<b>5.3</b>	<b>Analyse du (FeHf)<sub>90</sub>N<sub>10</sub> déposé avec 80° d'inclinaison .....</b>	<b>159</b>
<b>6</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>162</b>
	<b>Références .....</b>	<b>164</b>

## **Introduction**

Ce chapitre est une synthèse de l'étude des films nanocristallins FeTaN et FeHfN. Cette étude a constitué la première phase de travail du point de vue de la chronologie de cette thèse. La démarche scientifique, adoptée tout le long de l'étude et consacrée au développement de ces matériaux, a répondu à une volonté de maîtriser les risques du point de vue de la gestion du projet industriel dont la finalité était la fabrication et l'optimisation de composants réels. Ainsi, rappelons qu'au regard de l'état de l'art sur les matériaux magnétiques doux utilisés jusque là pour des applications RF similaires, une aimantation à saturation élevée, c'est à dire de l'ordre de 20 kG, était indispensable à une avancée significative dans ce domaine. La multidisciplinarité du LETI où se mêlent des expériences de longue date dans les domaines de la microélectronique, des microsystèmes et de l'enregistrement, notamment, magnétique nous a alors naturellement orientés vers les alliages FeXN, jusque là destinés aux têtes d'écriture magnétiques pour les très hautes densités. Ce choix était d'autant plus motivé que ce type de matériaux a atteint aujourd'hui un degré de maturité en recherche et développement dans l'industrie du data storage et bénéficie d'une littérature internationale abondante [1-14].

Il est important de rappeler les deux objectifs initiaux dont les résultats vont conditionner la suite de ce travail. Ceci permettra au lecteur une meilleure visibilité quant à l'articulation avec les autres parties de l'étude et au choix des priorités. L'objectif préliminaire de cette partie a donc été de rattraper l'état de l'art du domaine dont le laboratoire ne bénéficiait pas d'une expérience directe. La réalisation de cet objectif était donc primordiale quant à la viabilité de la suite de l'étude. Afin de minimiser les risques, le choix initial s'est porté sur un des matériaux de référence : le FeTaN [1], qui fait partie des plus connus aux côtés du FeAlN [4]. L'étude s'est ensuite élargie à une variante relativement proche utilisant l'hafnium (Hf) à la place du tantale (Ta). Cette première étape nous a permis d'étudier l'effet de la nitruration sur les propriétés magnétiques et microstructurales des alliages et de définir une fenêtre de procédé avant l'incorporation de l'oxygène. En effet, le but à terme de ce projet consiste à développer et à optimiser un matériau ferromagnétique isolant du type FeXNO obtenu par oxydation du matériau initialement élaboré. Le second objectif de cette partie visait clairement à donner des orientations nouvelles et jusqu'alors quasiment inexplorées quant à l'optimisation des conditions de dépôts de ces matériaux pour un usage spécifique en radiofréquence.

Ces matériaux de référence ont été également développés dans le but d'être intégrés avec des inductances planaires relativement tôt dans la chronologie de la thèse. Cela devrait permettre d'anticiper rapidement d'éventuelles difficultés liées à l'enchaînement des étapes technologiques et d'alimenter également suffisamment tôt la partie consacrée à la simulation numérique dont l'exploitation restait entièrement à développer. L'avantage de bénéficier rapidement de cet outil était de pouvoir explorer, par la suite, un grand nombre de configurations y compris au niveau des variantes des matériaux avec souplesse, rapidité et un coût moindre que la réalisation systématique de prototypes. C'est ce que nous allons décrire maintenant.

# 1 Généralités sur les films FeXN

## 1.1 Effet de l'azote dans la maille du Fe

Les premières études ont été menées, à la fin des années 80, sur des films de FeN déposés selon diverses techniques PVD RF ou DC magnétron, IBS, .... Ces films ont rapidement montré des propriétés magnétiques et structurales potentiellement adaptées aux applications industrielles du data storage [5][6]. En effet, l'azote joue un rôle essentiel dans le procédé d'ajustement des propriétés magnétiques et structurales de l'alliage tout en conservant une forte aimantation à saturation voisine de celle du Fe. Il a été démontré que la nitruration est à l'origine des propriétés magnétiques douces [4]. C'est aussi la source d'anisotropie induite dans les films [7].

Du point de vue structural, l'azote occupe les sites interstitiels octaédriques dans la maille bcc de la phase  $\alpha$  du Fe repérés par les positions x, y et z (figure II-1). Lorsque la phase  $\alpha$  du Fe est paramagnétique, c'est-à-dire au delà de la température de Curie, les trois types de sites sont énergiquement équivalents et sont occupés de façon similaire par les atomes d'azote. En dessous de la température de Curie ou lorsque la phase  $\alpha$  du Fe est ferromagnétique, certains sites seront privilégiés selon l'état de contrainte de la maille ou bien selon la direction de l'aimantation locale, induisant une redistribution des atomes d'azote [7][8]. Ainsi, c'est l'application d'un champ magnétique ou d'une contrainte pendant le dépôt (ou un recuit) qui va définir les positions énergiquement plus favorables occupées par N [9][10].

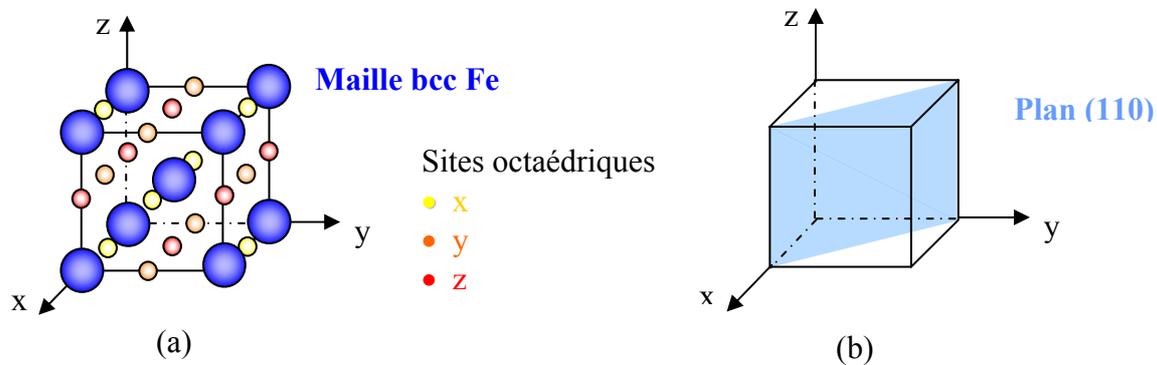


Figure II-1 : Schéma de la maille cubique centrée du Fe (bcc) avec la position des sites octaédriques que peuvent occuper les atomes d'azote (a) et illustration du plan cristallographique (110) de plus haute densité qui correspond au plan de croissance préférentielle à la surface d'un film de Fe (b).

Ce mécanisme est d'origine magnétostrictive. En effet, sous l'influence d'un champ magnétique pendant le dépôt, ou au cours d'un recuit après dépôt du film, l'orbitale de l'atome de fer s'allonge préférentiellement dans la direction [100] (du fait d'une constante de magnétostriction  $\lambda_{100}$  positive et plus grande que la constante de magnétostriction  $\lambda_{111}$ ). Cette déformation introduit une contrainte dans le cristal. Ainsi, l'azote s'insère préférentiellement dans les sites interstitiels les moins soumis à cette contrainte. Il se crée donc une mise en ordre de nature « chimique » à courte distance entre le fer et l'azote qui est à l'origine de l'anisotropie induite. Une fois le matériau déposé (ou recuit), lorsqu'on le sort de l'environnement du champ magnétique, le cristal se relaxe mais garde la mémoire de la direction du champ appliqué. Il présente alors une direction préférentielle d'aimantation de

plus faible énergie selon cet axe qui correspond à l'axe facile comme illustré par les schémas ci-dessous (figure II-2). Notons que le plan (110) est également illustré sur les figures II-1 et II-2 de manière à repérer le plan de surface du film qui correspond effectivement au plan de plus haute compacité ((110) pour la symétrie BCC cubique centrée et (111) pour FCC cubique faces centrées).

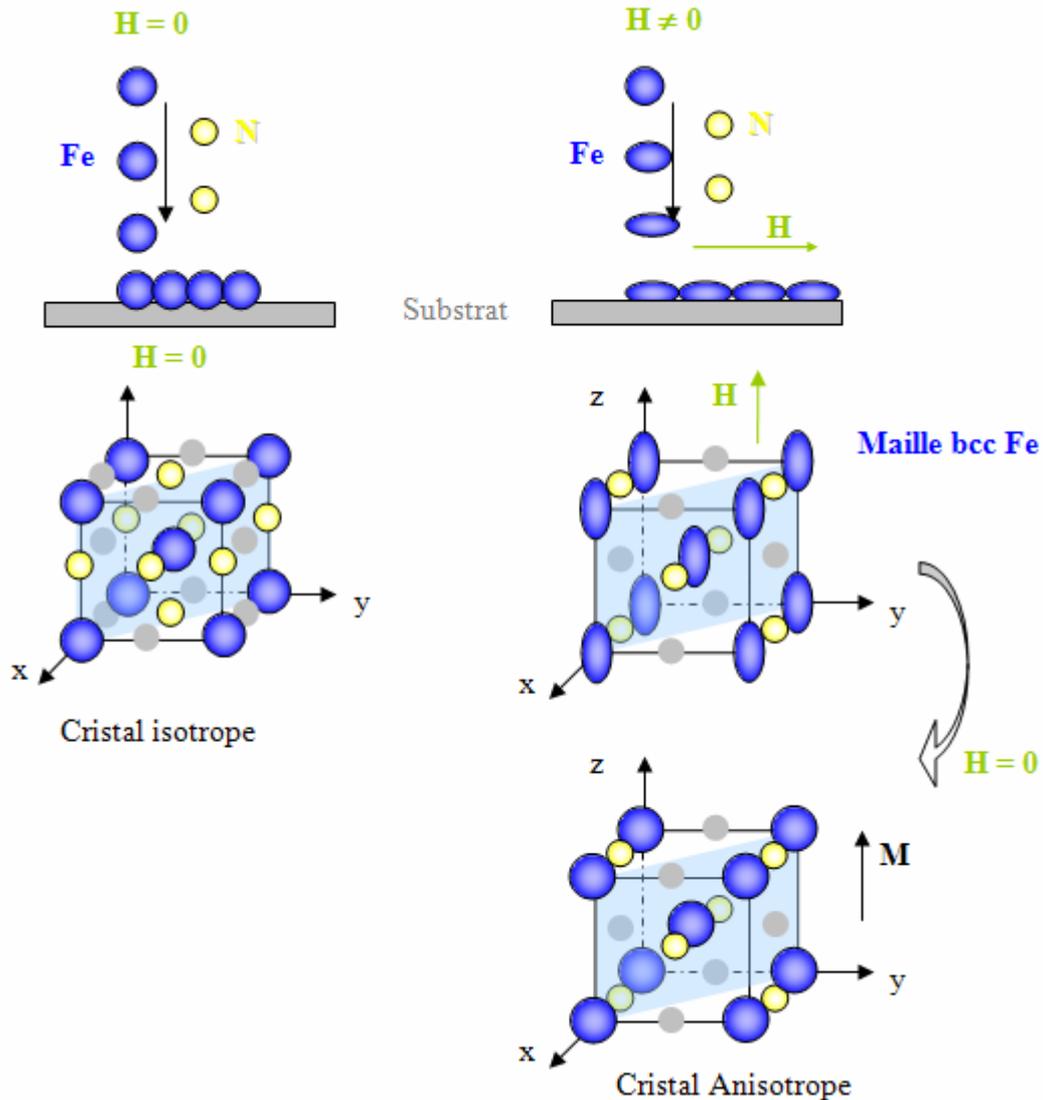


Figure II-2 : Illustration de l'influence d'un champ magnétique appliqué pendant le dépôt (ou le recuit) d'un film de FeN contribuant à la mise en ordre « chimique » des films selon une direction privilégiée.

Les schémas de la figure II-2 ne sont qu'à titre illustratif du mécanisme mis en jeu. De plus, précisons ici que par abus de langage nous utiliserons les mots « nitruration » et « nitrurer » pour parler de l'incorporation d'azote dans le matériau.

L'incorporation de l'azote dans le fer n'est pas illimitée et des phases différentes se forment en fonction de la teneur en azote. Jusqu'à environ 11 % atomique, l'azote est en solution solide. Il est dissous au niveau des sites octaédriques de la maille cubique centrée (bcc) du Fe [11]. Si à l'intérieur d'un grain, les sites octaédriques sont indifféremment occupés, les trois directions  $\langle 100 \rangle$  des grains sont dilatées à l'identique et la phase correspondante est appelée  $\alpha$ -Fe. Si les sites octaédriques sont occupés selon une direction

préférentielle, la maille subit une distorsion tétragonale et la phase formée s'appelle  $\alpha'$ -Fe. A partir de 11 % atomique, la limite de solubilité de l'azote est dépassée. Une phase  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> peut se former avec une maille cristalline tétragonale centrée (bct). Vers 20 % atomique, la phase  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N apparaît avec une structure cubique face centrée (fcc). Au delà de 20 % atomique, une phase hexagonale  $\varepsilon$ -Fe<sub>x</sub>N ( $2 \leq x \leq 4$ ) peut se former. Si  $x < 3$ , la phase est paramagnétique à température ambiante.

## 1.2 Effet d'un élément de substitution X dans la maille du Fe

Bien que présentant des propriétés magnétiques attractives, les films de FeN sont limités en particulier par leur manque de stabilité thermique et leur faible résistance à la corrosion puisqu'ils se composent essentiellement de fer pur. Enfin, l'incorporation d'azote dans la maille du Fe est assez faible et il se forme rapidement des précipités de nitrure comme  $\gamma$ -Fe<sub>4</sub>N ou  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> qui détériorent rapidement le caractère doux du film. Ceci a motivé un grand nombre d'études portant sur l'addition de faibles quantités d'éléments d'alliage (X) tels que Ta, Hf, Rh, Al, Si, Cr..... Le bénéfice est immédiat apportant une meilleure stabilité thermique et augmentant la résistance à la corrosion [12]. Toutefois, les effets de ces éléments ne sont pas tous identiques et en particulier, le groupe des éléments Ta, Hf, Zr, ... . Ces derniers retardent significativement la formation de précipités de nitrure contrairement aux éléments de type Al, Si, Cr dont l'affinité naturelle avec l'azote est plus faible. De plus, lorsque les concentrations excèdent typiquement 20 % en poids, les alliages avec Ta, Hf, Zr, ... ont la particularité de s'amorphiser. Dans ces conditions, leur température de Curie diminue considérablement jusqu'à un état paramagnétique à température ambiante [15].

A partir de ce constat, deux types d'approches dans l'optimisation des propriétés magnétiques ont été regardés. La première, en lien avec le procédé de fabrication des têtes de lecture principalement utilisé au Japon, consiste à élaborer un alliage à très forte teneur en éléments de substitution (Ta par exemple), donc de microstructure amorphe et quasi-paramagnétique, puis de lui faire subir un recuit, typiquement à 400°C, afin de le cristalliser partiellement [12][13]. La seconde solution, plus implantée aux Etats-Unis, privilégie un matériau avec une faible concentration en X ( $\leq 15$  % poids), donc de nature plus cristalline, avec des propriétés ferromagnétiques douces dès l'état brut de dépôt. Un certain nombre d'études beaucoup plus anciennes et relevant de la métallurgie du fer peuvent orienter quant au choix de l'élément d'addition. En effet, il est connu que les éléments, en particulier du type réfractaire, possèdent un rayon atomique nettement plus élevé que celui du fer et contribue, par dilatation de la maille de ce dernier, à augmenter considérablement la limite de solubilité de l'azote dans le Fe (liquide ici) [16]. Ces effets sont résumés dans la figure II-3. A l'inverse le Si ou l'Al, en particulier, sont moins favorables de part des rayons atomiques plus faibles que celui du fer pur.

L'ensemble de ces considérations nous conforte dans le choix de l'alliage FeTa (ou FeHf) avec une teneur typiquement de 10 % en poids pour la suite de l'étude. En effet, une plus grande limite de solubilité est un avantage dans l'idée d'ajuster finement les propriétés des films par l'incorporation d'azote.

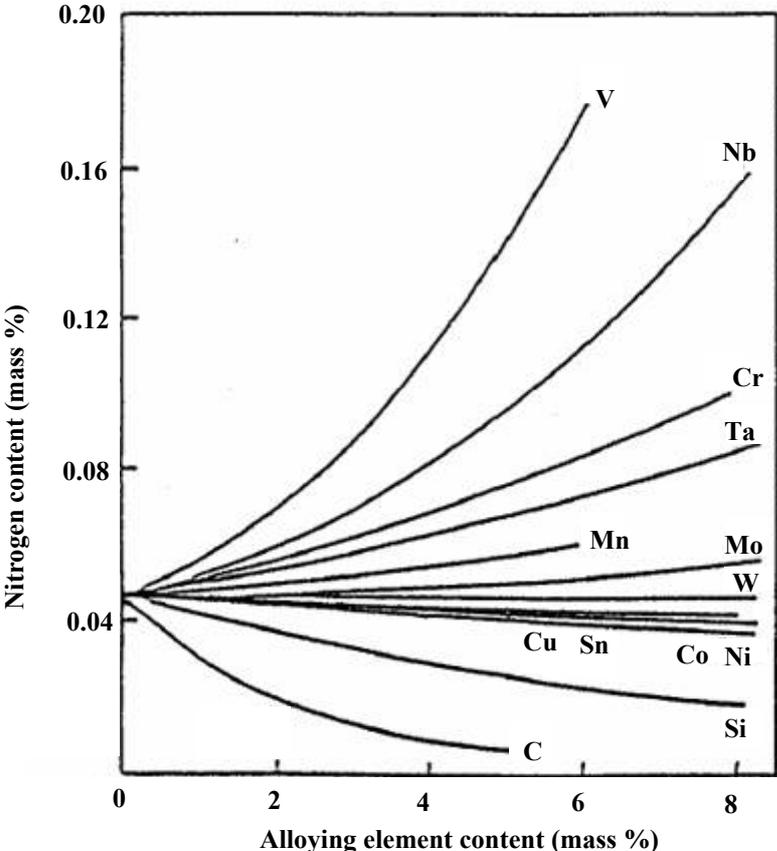


Figure II-3 : Illustration des effets d'un élément d'addition sur la solubilité de l'azote dans le fer liquide [16].

## **2 Conditions générales d'élaboration des films FeTaN et FeHfN et propriétés**

Cette partie est consacrée à l'étude des films de FeTaN et FeHfN réalisée au laboratoire dans le cadre de cette thèse.

### **2.1 Conditions de dépôt**

#### *2.1.1 Choix de la technique de dépôt*

De façon générique, ce type de films est élaboré par pulvérisation cathodique réactive (PVD), de préférence à partir d'une cible massive d'alliage préconstituée, en injectant une faible quantité de gaz d'azote à l'intérieur de l'enceinte pendant la croissance du film. L'utilisation systématique aujourd'hui de pompes cryogéniques assure des vides avant dépôt typiquement de l'ordre de  $10^{-7}$  mbars. Les systèmes modernes de régulation en pression sont totalement asservis (vanne tiroir ou papillon) et offrent de grandes stabilités à de faibles pressions de travail typiquement ici autour de  $3$  à  $5 \cdot 10^{-3}$  mbars. La technique de dépôt par PVD est décrite en annexe 2. On retrouve bien sûr aussi la spécificité commune au dépôt des couches minces magnétiques qui consiste en l'application d'un champ magnétique uniaxial dans le plan du film. Ce dernier est maintenant le plus souvent généré par de mini-électroaimants qui autorisent, par exemple, un balayage alternatif à des fins d'uniformiser l'épaisseur du dépôt. Bien qu'il s'agisse de conditions assez génériques, il convient cependant de distinguer un certain nombre de configurations qui peuvent influencer directement ou indirectement sur les propriétés attendues.

#### *2.1.2 Choix de la configuration de la cathode*

Au regard de l'état de l'art, essentiellement tourné vers le domaine du data storage, comme on l'a dit, la configuration de dépôt la plus courante est motivée par le besoin en épaisseur relativement importante ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ) pour la réalisation des pôles d'écriture des têtes magnétiques, ce qui sous-entend des vitesses de dépôt élevées ( $2$  à  $5 \text{ nm}\cdot\text{s}^{-1}$ ). Dans ces conditions, les cathodes sont de préférence alimentées en DC ce qui autorise de fortes densités de puissance ( $5$  à  $8 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ ) couplées à l'assistance d'un magnétron (FeNdB).

Ces conditions permettent généralement l'obtention de couches épaisses, naturellement douces et possédant une forte aimantation ( $\sim 20 \text{ kG}$ ). Du point de vue des performances dynamiques, on attend de ces couches une perméabilité élevée ( $\mu' \geq 2000$ ), ce qui d'ailleurs amène souvent à une réduction volontaire du champ d'anisotropie, et à un fonctionnement faiblement dissipatif jusqu'à quelques centaines de MHz tout au plus. La limitation ultime en fonction de la fréquence est régie, la plupart du temps, par l'effet de peau ce qui fait que la résonance gyromagnétique n'est souvent pas observable. On est donc loin des considérations radiofréquences qui nous intéressent. De plus, il est intéressant de noter que ces couches présentent généralement d'importantes fluctuations d'anisotropie (ripple) qui pénalisent à la fois la perméabilité ( $\sim 20$  à  $30 \%$  plus faible que prévu) et le comportement dynamique. On pense que la vitesse de croissance élevée, associée au choix de la cathode, en est le

responsable du fait d'une microstructure fortement colonnaire, peu dense et moyennement enrichie en solution solide d'azote. De plus, les interactions entre les lignes de champ magnétique du magnétron et celles des électroaimants (ou aimants) du porte-substrat dégradent souvent plus encore le caractère uniaxial de l'anisotropie induite (dispersion angulaire).

Les constatations précédentes nous ont amenés à faire un choix différent correspondant à des motivations différentes aussi. En effet, nous allons chercher en priorité à réaliser des couches exemptes d'effet de peau, donc plutôt minces ( $\leq 500$  nm) au regard des résistivités possibles ( $\sim 100 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ ), afin d'étudier les effets liés au gyromagnétisme dans la gamme du GHz. Dans ces conditions, nous nous attacherons à augmenter la valeur du champ d'anisotropie et à minimiser les fluctuations d'anisotropie afin de pouvoir contrôler les effets associés à la résonance ferromagnétique uniquement. Notre choix s'est donc porté sur une alimentation RF (13.56 MHz) de la cathode et sans magnétron. La première conséquence directe est la réduction des vitesses de dépôt ( $\leq 0.3 \text{ nm}\cdot\text{s}^{-1}$ ), ce qui est compatible, ici, avec les épaisseurs que l'on vise. On s'attend également à d'autres avantages dont la possibilité d'obtenir une microstructure plus dense et un meilleur contrôle de l'anisotropie induite (absence de magnétron). Une seconde conséquence indirecte est la possibilité d'une thermalisation naturelle du substrat à des températures plus élevées (de  $100^\circ\text{C}$  à  $200^\circ\text{C}$ ) qu'en DC magnétron du fait, notamment, d'une durée de dépôt plus importante et d'un bombardement électronique du substrat plus important en régime RF diode. On peut alors penser que ces conditions seront propices à l'augmentation de la quantité d'azote incorporée dans le film. En effet, étendre la limite de solubilité de cet atome, à des valeurs plus élevées, devrait permettre d'étendre la fenêtre de procédé connue jusqu'alors et d'accéder plus facilement aux propriétés souhaitées, dont une forte anisotropie et de faibles fluctuations d'aimantation.

### 2.1.3 Choix de la configuration du porte-substrat

L'état de l'art révèle que les dépôts sont généralement réalisés à température ambiante. Il a toutefois été observé qu'il était préférable de bénéficier d'un léger échauffement ( $\sim 100^\circ\text{C}$ ), naturel la plupart du temps, qui conduit à un meilleur rendement de l'enrichissement en azote [17]. Les systèmes offrant un refroidissement forcé (contact avec un élément refroidi par circulation d'eau) sont à proscrire. La configuration de la machine que nous utiliserons est, en ce sens, adéquate puisqu'elle consiste en un plateau intermédiaire sur lequel repose naturellement le substrat. Ce dernier n'est donc pas en échange thermique direct avec le circuit de refroidissement.

De plus, les porte-substrats sont généralement équipés, comme on l'a dit, de mini-électroaimants. Cette solution n'étant pas possible sur notre équipement, nous avons opté pour une configuration avec aimants permanents. Un soin particulier a été porté au choix de ses aimants (AlNiCo) ainsi qu'à leur montage afin de bénéficier d'un champ magnétique d'amplitude plus élevée que dans les systèmes standards (100 Oe au centre pour un substrat de diamètre 100 mm contre 20 Oe à 30 Oe habituellement). Ceci se fera évidemment au détriment de l'uniformité des dépôts mais nous pensons que ce sera au bénéfice de l'anisotropie magnétique, cette dernière étant fortement dépendante des phénomènes magnétostrictifs comme on l'a vu.

### 2.1.4 Choix de la configuration des gaz

Généralement, le débit associé au gaz réactif est très faible (< 10 %) devant le débit principal d'argon qui sert à alimenter le plasma, si bien qu'il ne perturbe pas les conditions de régulation en pression. Par contre, pour satisfaire à un contrôle précis du faible débit d'azote (parfois  $\leq 1 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ ), des débitmètres de précision sont nécessaires. Ces derniers étant onéreux et rarement disponibles sur les équipements, nous avons eu recours à une solution déjà éprouvée qui consiste en une pré-dilution de l'azote par de l'argon (par exemple à 10 %). Nous utiliserons donc des mélanges en bouteilles préparés en usine. Dans ces conditions, on peut utiliser des débitmètres standards ( $0 - 100 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ ) qui fonctionnent dans leur plage de régulation optimale. On définit alors un rapport volumétrique en azote (que l'on notera taux volumique de  $\text{N}_2$  en % tout au long du manuscrit) qui correspond à la formule suivante :

$$\%N_2 = \frac{\text{débit}V2(N_2)}{\text{débit}V1(\text{Ar}) + \text{débit}V2(\text{Ar}) + \text{débit}V2(N_2)} = \frac{\tau \cdot \text{débit}V2}{\text{débit}V1 + \text{débit}V2} \quad (\text{II-1})$$

$\tau$  : taux de dilution de  $\text{N}_2$  (10%)

débit V1 : débit sur la voie 1 : Ar seul ( $\text{cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ )

débit V2 : débit sur la voie 2 : Ar +  $\text{N}_2$  ( $\text{cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ )

On a choisi débit V1 + débit V2 = constante =  $50 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$

La variation du débit V2 par rapport au débit total permet d'accéder à une large gamme de rapports volumétriques en  $\text{N}_2$  typiquement de 0 % à 10 % par pas de 0.1 %.

### 2.1.5 Conditions d'élaboration et moyens de caractérisations

Les films minces magnétiques nitrurés à base de FeTa ou FeHf (Ta et Hf 10 % en poids) étudiés dans cette thèse ont donc été déposés par pulvérisation RF diode réactive sous flux mixte Ar +  $\text{N}_2$  et à température ambiante. La croissance des couches s'est effectuée sur substrats de silicium oxydés de diamètre 100 mm, d'épaisseur 525  $\mu\text{m}$  et soumis à un champ magnétique d'environ 100 Oe. Les conditions de dépôt optimales ont été atteintes pour une pression de  $3 \cdot 10^{-3}$  mbar, un débit total de gaz de 50 sccm et une puissance RF de 300 W. Le taux de nitruration dépend du ratio d'azote injecté dans l'enceinte que l'on peut faire varier de 0 % à 10 %.

Les cycles d'hystérésis magnétique sont mesurés au VSM (Vibrating Sample Magnetometer), la résistivité par la méthode quatre pointes et les épaisseurs par des mesures de marche au profilomètre. Les spectres de perméabilité dynamique ont, pour leur part, été mesurés au Leti sur un perméamètre monospire [18]. Les mesures dynamiques en fonction de la température ont par contre été réalisées au CEA Le Ripault sur un perméamètre similaire [19]. La microstructure des films ainsi que leur composition ont été étudiées par Diffraction de Rayons X (XRD), par Rutherford Backscattering Spectroscopy (RBS), par Analyse par Réaction Nucléaire (NRA), par Microscopie Electronique à Transmission et par TEM-EELS (Spectroscopie par Perte d'Énergie des Electrons Transmis).

N.B. : les techniques de dépôt et de caractérisations sont décrites plus en détails en annexes 2 et 4 respectivement.

## 2.2 Etude microstructurale des films de FeTaN et FeHfN

Pour des raisons de rapidité d'analyses d'abord, nous avons déjà procédé à une étude systématique par XRD en fonction des conditions de « nitruration » et pour une épaisseur représentative autour de 100 nm. Cette étude sera ensuite complétée par une étude plus fine par TEM (voir paragraphe 5.1) sur un panel d'échantillons plus restreint.

Les spectres de diffraction de rayons X respectifs des films de FeTaN et de FeHfN sont représentés sur la figure II-4 (a) et (b) respectivement pour différents taux volumiques d'azote et pour une épaisseur de l'ordre de 100 nm.

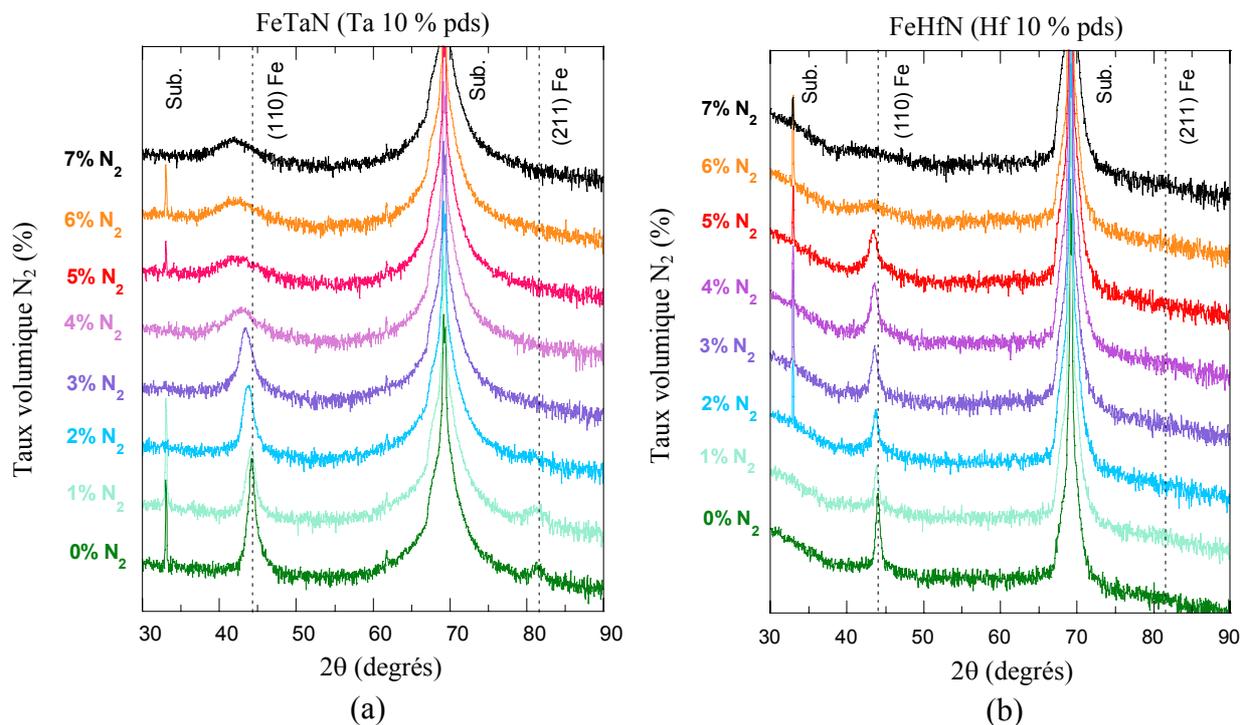


Figure II-4 : Spectres de diffraction en  $\theta$ - $2\theta$  pour le FeTaN (10 % Ta en poids) (a) et pour le FeHfN (10 % Hf en poids) (b) pour différents taux volumiques d'azote injectés.

Les figures montrent que pour les deux matériaux, une phase cristalline  $\alpha$ -Fe cubique centrée (bcc) existe avec une texture (110) jusqu'à des pourcentages d'azote élevés ( $\sim 7\%$ ). De plus, l'évolution de cette phase est matérialisée par le pic (110) qui se décale vers les petits angles et s'élargit avec une perte significative d'amplitude au fur et à mesure que le taux volumique en N<sub>2</sub> augmente (figure II-4). Cette tendance est plus prononcée avec le FeTaN que pour le FeHfN. Enfin, notons que pour le FeTaN, un autre pic de diffraction (211) du Fe apparaît, très peu marqué, et disparaît dès 3 % volumique en N<sub>2</sub>.

### 2.2.1 Remarques générales pour les deux matériaux

Ainsi, le décalage du pic (110) vers les petits angles démontre une augmentation de la distance inter-réticulaire des plans (110) traduisant une dilatation de la maille (augmentation

du paramètre de maille ( $a_0$ ) jusqu'à 5 %). Ces déductions confirment une incorporation progressive d'azote en solution solide dans la maille du Fe. L'élargissement et la disparition des pics de diffraction suggèrent une tendance à la réduction de la taille des grains avec l'incorporation d'azote jusqu'à l'amorphisation quasi-complète du matériau. De plus, il est possible d'avoir une estimation assez « grossière », par la formule classique de Scherrer [20], de la taille des grains, qui sera en bonne adéquation avec celle mesurée plus tard, à partir des analyses de microdiffraction TEM. Le même constat sera établi entre le paramètre de maille cristallographique ( $a_0$ ) évalué à partir de la diffraction X et de l'analyse au TEM. Ainsi l'azote s'agence dans la maille du Fe au niveau des sites interstitiels.

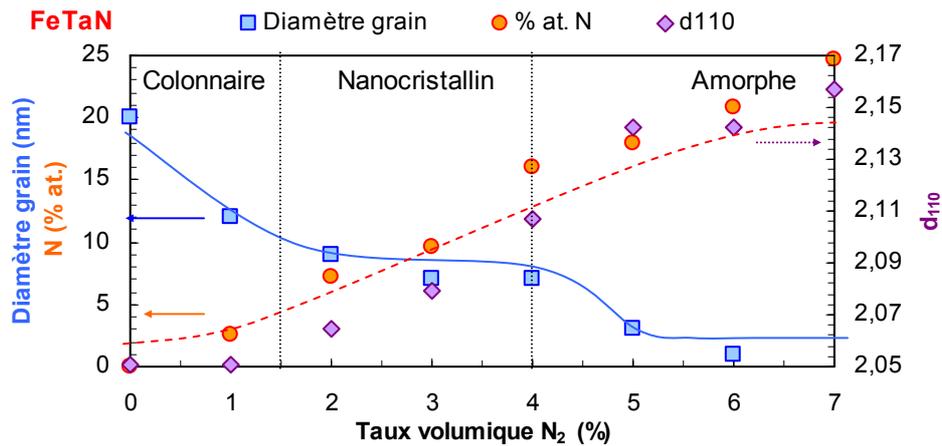


Figure II-5 : Illustration des effets de la « nitruration » sur la taille des grains, sur la teneur en N et sur la distance inter-atomique des plans (110) en fonction du pourcentage volumique d'azote injecté au cours du dépôt pour les films de FeTaN (Ta 10 % pds), d'épaisseur 100 nm.

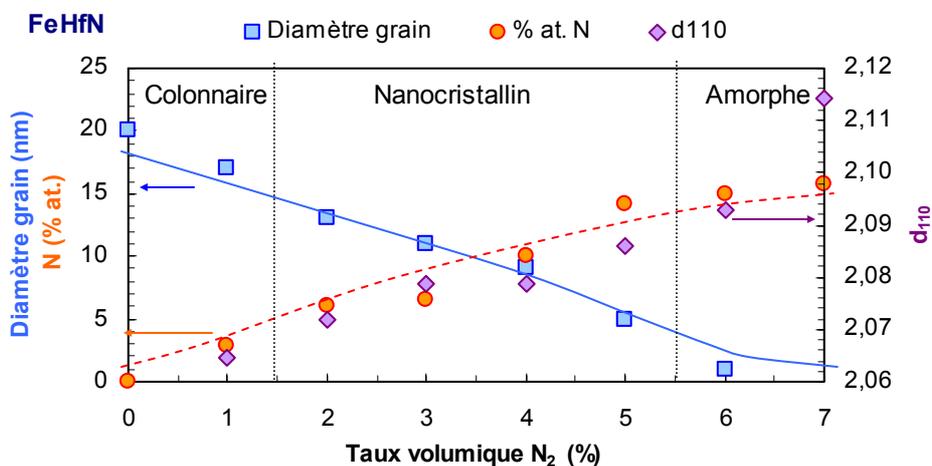


Figure II-6 : Illustration des effets de la « nitruration » sur la taille des grains, sur la teneur en N et sur la distance inter-atomique des plans (110) en fonction du pourcentage volumique d'azote injecté au cours du dépôt pour les films de FeHfN (Hf 10 % pds), d'épaisseur 100 nm.

Afin d'appréhender plus finement la quantité d'atomes d'azote dissous, nous avons procédé à des analyses RBS et NRA dont le recoupement (voir annexe 4) a permis de déterminer précisément la composition atomique des matériaux y compris en azote. Les teneurs en N ont été, par la suite, comparées avec celles obtenues par analyses spectrochimiques par EELS avec ici encore une assez bonne corrélation (tableau II-1). Pour une lecture plus synthétique des résultats, ces grandeurs (taille de grains, distance inter-

réticulaire (110)  $d_{110}$  et teneur atomique en N pour chaque alliage FeTaN et FeHfN) sont représentées sur les figures II-5 et II-6 respectivement.

	N <sub>2</sub> (% vol.)	$a_0$ (Å) RX / (TEM)	t (nm) RX / (TEM)	N (% at.) NRA-RBS / (EELS)	Composition (% at.) NRA-RBS
FeTaN	0	2.90	20	0	Fe <sub>96.5</sub> Ta <sub>3.5</sub>
	1	2.90	12	2.6	
	2	2.92	9	7.2	(Fe <sub>97.1</sub> Ta <sub>2.9</sub> ) <sub>93</sub> N <sub>7</sub>
	3	2.94	7	9.6	
	4	2.98	7	16.1	
	5	3.03	nd	18.0	(Fe <sub>97.2</sub> Ta <sub>2.8</sub> ) <sub>82</sub> N <sub>18</sub>
	6	3.03	nd	20.9	
	7	3.05	nd	24.6	(Fe <sub>97.1</sub> Ta <sub>2.9</sub> ) <sub>75</sub> N <sub>25</sub>
FeHfN	0	2.91 / (2.91)	20 / (17)	0	Fe <sub>96.8</sub> Hf <sub>3.2</sub>
	1	2.92	17	2.8	
	2	2.93 / (2.93)	13 / (15)	6.0	(Fe <sub>97.6</sub> Hf <sub>2.4</sub> ) <sub>94</sub> N <sub>6</sub>
	3	2.94	11	6.5	
	4	2.94 / (2.94)	10 / (< 5)	11.0 / (12.7)	(Fe <sub>97.6</sub> Hf <sub>2.4</sub> ) <sub>89</sub> N <sub>11</sub>
	5	2.95 / (2.97)	9 / (0.5 – 1)	14.1	
	6	2.96	nd	14.9	(Fe <sub>97.5</sub> Hf <sub>2.5</sub> ) <sub>85</sub> N <sub>15</sub>
	7	nd / (2.99)	nd / (0.5 – 1)	15.8 / (19.5)	(Fe <sub>97.6</sub> Hf <sub>2.4</sub> ) <sub>84</sub> N <sub>16</sub>

Tableau II-1 : Microstructure et composition pour différents films de FeTaN et FeHfN de 100 nm d'épaisseur.

La synthèse de ces résultats nous amène aux conclusions suivantes : pour de faibles pourcentages volumiques d'azote, la microstructure consiste en une phase cristalline bcc de grains majoritairement texturés (110). Jusqu'à environ 15 % atomique d'azote (soit 5 % vol. N<sub>2</sub> pour le FeHfN et 4 % vol. N<sub>2</sub> pour le FeTaN), ces films sont donc bien constitués de nanograins répartis aléatoirement dans une phase amorphe riche en N et en Hf ou Ta conformément à l'état de l'art. Pour de plus fortes concentrations en N, les films semblent alors composés d'une microstructure quasi-amorphe avec des grains de la taille du nanomètre. Enfin, lorsque les films sont saturés en azote, la microstructure amorphe devient hétérogène et révèle des précipités coniques de TaN ou HfN de large diamètre en surface ~ 25 nm qui n'ont pu être mis en évidence que par TEM (voir paragraphe 5.1.5).

La teneur en atomes de N incorporés sous forme de solution solide dans l'alliage atteint donc environ 25 % atomique au maximum (pour les films de FeTaN). Ceci confirme une limite de solubilité de l'azote dans le fer beaucoup plus élevée sous forme de couches minces que dans la métallurgie classique du fer. Pour ces valeurs, aucune phase de précipités de nitrure de fer n'a été détectée comme Fe<sub>4</sub>N,  $\epsilon$ -FeN, ... ceci confirme l'idée [21] que la solubilité de N en phase « métastable » domine la formation de phase stœchiométrique de nitrure en raison d'une vitesse de solidification très élevée pour les couches minces. Nous pouvons constater que les conditions expérimentales choisies ici, nous permettent d'étendre plus encore la limite de solubilité en azote (~ 20 - 25 % at.) que dans l'état de l'art. La combinaison vitesse de dépôt modérée, thermalisation du substrat vers 100°C et application d'un champ magnétique relativement fort (100 Oe) s'avère donc effectivement avantageuse. Nous allons voir, par la suite, quels en sont les bénéfices sur l'ajustement des propriétés magnétiques. Cette très forte incorporation de N conduit également à une dilatation de la maille du fer plus importante que celle généralement obtenue avec ce type d'alliages [22][23].

### 2.2.2 Comparaison entre les deux alliages

Bien qu'il se dégage un comportement général commun aux deux matériaux, il existe cependant des différences dont les causes peuvent être directes ou indirectes. En effet, avec le Ta, les films affichent une plus grande dilatation de la maille cristalline (jusqu'à 5 %) et une teneur en azote plus élevée (jusqu'à 25 % atomique). La taille des grains est de l'ordre de 7 nm avant l'amorphisation complète (figure II-5). Avec l'Hf, les films absorbent moins d'azote (jusqu'à 16 % at. au maximum) ce qui conduit à une plus faible dilatation de la maille (2.8 % max) et à une taille de grain plus élevée ~ 9 nm (figure II-6). De plus, la transition entre les états nanocristallin et amorphe est plus abrupte pour le FeTaN comme on le voit sur les figures II-5 et II-6. Il semblerait qu'il y ait une cause indirecte à cet effet.

En fait, pour les films non nitrurés, la composition est respectivement de 10.5 % de Ta et 9.6 % d'Hf (en poids) alors que celle des cibles utilisées sont de 10 % en poids (tableau II-1). De plus, pour les films nitrurés, la différence entre la quantité en éléments d'addition (Hf, Ta) par rapport à la valeur nominale s'est encore accentuée (8.5 % pour le Ta et 7.1 % pour l'Hf). Ainsi, pendant le procédé de nitruration, il se produit une perte en éléments d'addition d'autant plus importante avec l'Hf que le Ta. Ce qui peut expliquer une nitruration plus importante de ces derniers et implique aussi une plus grande proportion d'atomes de Fe pour les films de FeHfN. Ces observations suggèrent donc que les cibles subissent des modifications chimiques et électriques pendant la phase de dépôt affectant les rendements. Ce phénomène est bien connu en pulvérisation réactive et est appelé « empoisonnement de la cible ».

Les films de FeTaN possèdent donc, d'une part, une plus forte teneur en élément d'addition et, d'autre part, une solubilité intrinsèque plus grande de l'azote, ce qui contribue à une amorphisation plus rapide comparée aux films de FeHfN. Une conséquence importante pour la suite de cette étude est que la formation subite de cette phase amorphe rend les films de FeTaN beaucoup plus difficiles à stabiliser et à reproduire. Les couches minces de FeHfN, bien qu'elles incorporent moins d'atomes d'azote pour un même rapport de gaz injecté, seront préférentiellement retenues au regard des applications visées du fait d'une meilleure reproductibilité et d'une plus grande latitude sur les conditions expérimentales permettant l'obtention d'une phase nanocristalline aux caractéristiques bien contrôlées.

## 2.3 Etude des propriétés magnétiques et électriques

Les effets de la nitruration sur les propriétés magnétiques et électriques sont illustrés sur les figures II-7, II-8, II-9 et la figure II-11 respectivement. Nous allons décrire ces résultats en nous appuyant sur les analyses microstructurales précédentes. Précisons que les propriétés ont été mesurées sur des films bruts de dépôt, c'est-à-dire sans recuit intermédiaire et de 100 nm d'épaisseur environ.

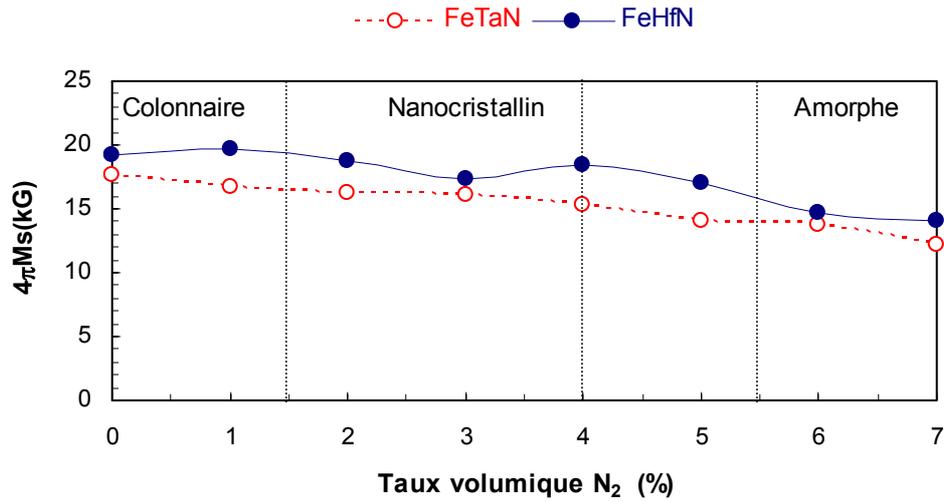


Figure II-7 : Evolutions respectives de l'aimantation à saturation ( $4\pi M_s$ ) avec le pourcentage volumique injecté d'azote pour des films de FeHfN (Hf 10 % pds) et des films de FeTaN (Ta 10 % pds), d'épaisseur 100 nm.

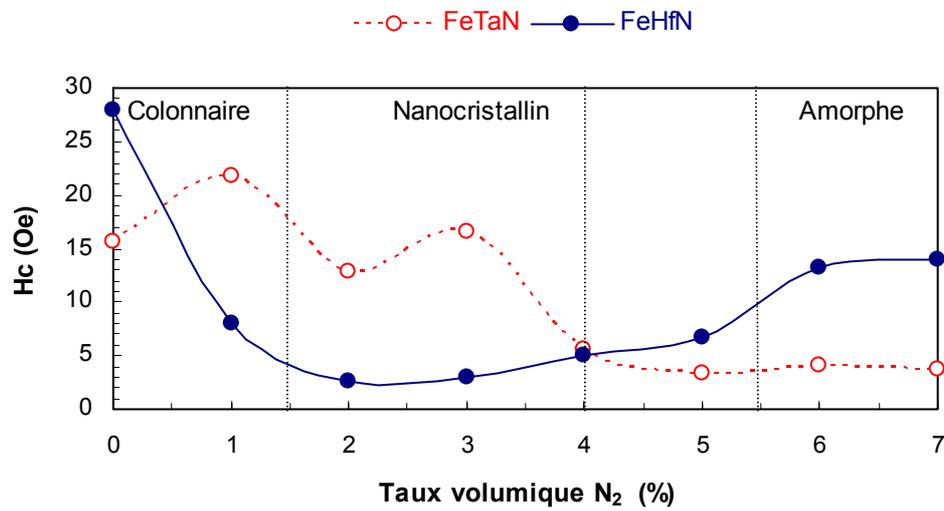


Figure II-8 : Variations respectives du champ coercitif selon l'axe facile ( $H_c$ ) en fonction du pourcentage volumique injecté d'azote pour des films de FeHfN (Hf 10 % pds) et FeTaN (Ta 10 % pds), d'épaisseur 100 nm.

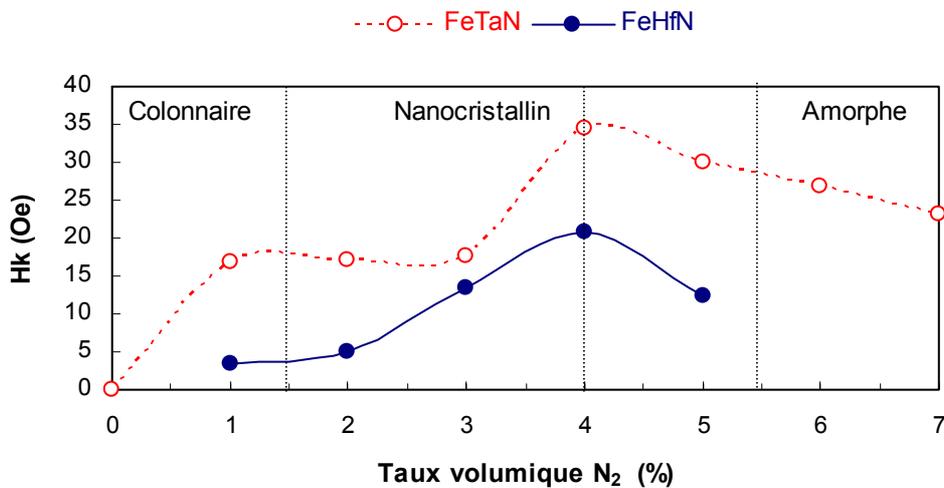


Figure II-9 : Variations respectives du champ d'anisotropie ( $H_k$ ) en fonction du pourcentage volumique injecté d'azote pour des films de FeHfN (Hf 10 % pds) et de FeTaN (Ta 10 % pds), d'épaisseur 100 nm.

### 2.3.1 Aimantation à saturation

Conformément à l'état de l'art, le premier constat important que nous pouvons faire est que les films de FeTaN et FeHfN retiennent une aimantation élevée avec l'incorporation d'azote. Ceci confirme l'avantage à utiliser une solution solide d'insertion à base de N (ou de C) qui ne contribue pas à une dilution du moment magnétique orbital des atomes de Fe. L'aimantation à saturation décroît cependant linéairement avec le pourcentage volumique d'azote comme présenté à la figure II-7. Cette diminution est principalement d'origine microstructurale et associée à l'augmentation volumique de la phase inter-granulaire qui accompagne la réduction de la taille des grains. Cette phase, considérée comme amorphe et probablement plus riche en élément d'addition et en azote que la phase cristalline, posséderait une aimantation à saturation nettement plus faible que celle de la phase cristalline. Cette hypothèse est souvent avancée dans la littérature et permet effectivement d'expliquer d'autres comportements comme nous le verrons par la suite [1]. Les deux types de matériaux conservent une forte aimantation pendant la nitruration ( $> 15$  kG) et leur comportement est le même. Cependant l'aimantation est légèrement plus faible pour les films de FeTaN à cause de leur plus forte incorporation d'azote et donc d'amorphisation. De plus, la réduction de l'aimantation pour le FeHfN est compensée par une augmentation significative de la concentration en Fe pendant le dépôt.

### 2.3.2 Champ coercitif selon l'axe facile

L'évolution du champ coercitif en axe facile est décrite sur la figure II-8 en fonction du taux volumique en N<sub>2</sub>. Comme observé dans l'état de l'art, les films de FeTa et FeHf sans azote ne sont pas doux et ne possèdent pas d'anisotropie naturelle. Les propriétés magnétiques douces apparaissent dès l'incorporation d'une faible quantité d'azote en lien avec la formation de la microstructure nanocristalline fine (figure II-8). En effet, il est admis que l'origine des propriétés magnétiques douces des films FeXN résulte de la diminution de la taille des grains associée à l'incorporation d'azote en solution interstitielle. Le champ coercitif pour les films de FeHfN atteint une valeur minimale  $\sim 3$  Oe pour 2 % volumique en N<sub>2</sub> soit pour une concentration atomique de 5 %. Pour les films de FeTaN, une valeur minimale comparable est atteinte pour des taux volumiques plus élevés (4 % vol.) soit pour des teneurs en N entre 16 % et 25 % atomique.

Le champ coercitif reste minimal tant que la structure est majoritairement nanocristalline. A des pourcentages d'azote élevés ( $> 4\%$  vol. N<sub>2</sub>), les films deviennent de plus en plus amorphes et hétérogènes (avec formation de nitrure de Ta ou Hf), ce qui conduit à une détérioration brutale des propriétés magnétiques douces. L'augmentation du champ coercitif est donc liée à la transition de microstructures nanocristalline à amorphe et peut être essentiellement attribuée à un effet de découplage ferromagnétique d'abord partiel puis total des grains. En effet, avec l'augmentation de la phase amorphe principalement intergranulaire, l'interaction d'échange entre les nanograins magnétiques diminue jusqu'à un comportement paramagnétique. Ce mécanisme suppose que l'aimantation à saturation de la phase amorphe est nettement plus faible que celle de la phase nanocristalline, hypothèse sur laquelle nous reviendrons plus tard. Nous verrons, par la suite, que les films dans l'état quasi-amorphe présentent un certain nombre d'anomalies parmi lesquelles la formation de « *stripe domain* » ou configuration d'aimantation en rubans associée à un comportement anormal en fonction de la température. L'origine de cette limitation fait l'objet d'une explication au paragraphe 3.1.

La décroissance du champ coercitif avec la diminution de la taille des grains dans la structure nanocristalline est généralement expliquée par le modèle d'anisotropie aléatoire « Random-Anisotropy Model » (RAM) [24]. En effet, pour une longueur d'échange ferromagnétique typique dans le fer ( $L_{ex}$ ) comprise entre 15 nm et 25 nm [25][26] et pour des grains ayant un diamètre inférieur à  $L_{ex}$ , le champ coercitif décroît en  $D^6$  selon la loi :

$$H_C = \frac{\langle K \rangle}{4\pi M_s} \approx \frac{K_1^4 A^{-3}}{4\pi M_s} D^6 \quad (II-2)$$

$K_1$  : constante d'anisotropie magnétocristalline des grains

A : constante d'échange

D : taille des grains

$4\pi M_s$  : aimantation à saturation

Nous avons essayé ici d'établir une corrélation entre  $H_C$  et D pour nos films à partir de l'évolution de la taille des grains évaluée par XRD et par TEM. Dans notre cas, l'estimation de la décroissance de  $H_C$  ne varie pas en  $D^6$  mais suit plutôt une dépendance en  $D^2$  ou  $D^3$  comme le montre la figure II-10. En effet, l'épaisseur des films étant mince ( $\sim 100$  nm), le volume de corrélation ferromagnétique serait plutôt proportionnel à  $L_{ex}^2$  à la place de  $L_{ex}^3$  qui est valable pour les matériaux massifs de forte épaisseur. Le nombre de grains contribuant à l'effet de moyenne de l'anisotropie au sein du volume couplé est donc réduit. Ceci conduit Hoffmann à établir la relation suivante [27], plus adaptée aux couches minces :

$$H_C \approx \frac{K_1^2}{4\pi M_s \cdot A} D^2 \quad (II-3)$$

Conformément à la figure II-10, cette description s'applique à nos résultats expérimentaux d'un point de vue qualitatif.

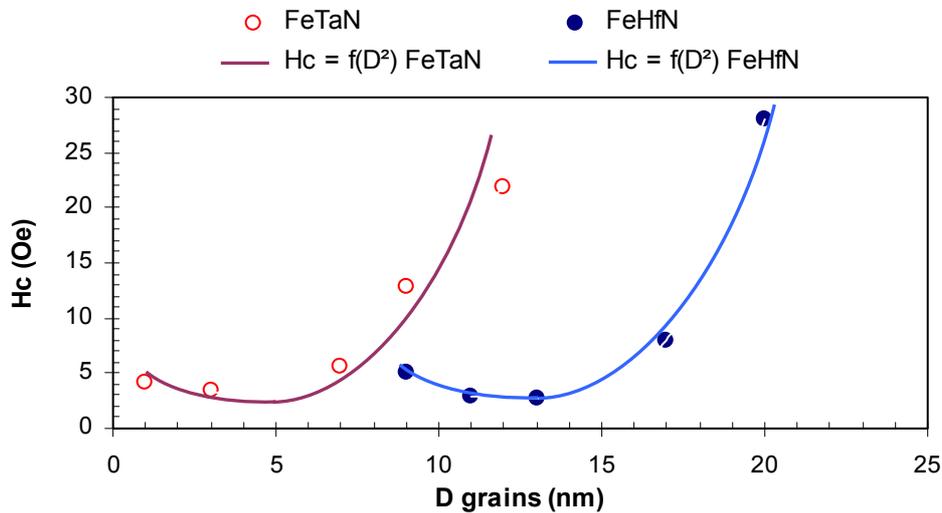


Figure II-10 : Evolution du champ coercitif  $H_c$  en fonction de la taille des grains  $D$  pour des films de FeTaN et FeHfN de 100 nm d'épaisseur.

Cela ne permet cependant pas d'expliquer la différence de comportement des deux films. En effet, les films de FeHfN sont plus doux que ceux de FeTaN alors qu'ils présentent des grains plus larges. Selon l'équation II-3, cette différence serait imputable à une valeur de  $K_1$  environ deux fois plus élevée avec le Ta que le Hf. Ceci est peu probable dans la mesure

ou ces éléments sont très proches voisins et dont l'effet d'addition dans le fer reste modéré vis-à-vis de  $K_1$  [28]. Ceci laisse supposer que d'autres contributions locales interviennent dans la réduction de  $K_1$ . Il existe des modèles [29][30] plus fins qui prennent en compte également les effets magnétostrictifs ( $\lambda_{100}$ ,  $\lambda_{111}$ ) au sein de chaque grain. Ces contributions peuvent ne pas être négligeables notamment avec le fer. Dans ces conditions, la constante d'anisotropie  $K_1$  peut être intrinsèquement réduite par une contribution magnétoélastique dans le cristal. Ces modèles mettent en jeu une contrainte ( $\sigma$ ) ou une déformation ( $\epsilon$ ) propre au cristal, ce qui se justifie d'autant mieux avec les films FeXN puisqu'ils possèdent effectivement une maille très contrainte (ou déformée) due à l'insertion d'azote. La différence de comportement observée sur la figure II-10 trouverait alors une explication à travers des constantes  $K_1$  plus faibles et  $\lambda_{100}$  plus élevées avec l'Hf que le Ta. Selon [30], la constante d'anisotropie effective peut s'écrire :

$$\langle K \rangle = \frac{1}{8\sqrt{2}} \sqrt{13 \left\{ K_1 + \frac{12}{13} (\lambda_{100} - \lambda_{111}) \sigma \right\}^2 + \frac{144}{13} \left\{ \frac{3}{2} (\lambda_{100} - \lambda_{111}) \sigma \right\}^2} \quad (\text{II-4})$$

### 2.3.3 Le champ d'anisotropie

L'observation de la figure II-9 confirme l'avantage connu de l'incorporation d'azote dans le fer résultant en une anisotropie induite uniaxiale inexistante à l'état naturel du fer. Le champ d'anisotropie  $H_k$  augmente quasi-linéairement avec l'incorporation graduelle d'azote. Puis, à cause de la transition entre les structures nanocristalline et amorphe, le champ d'anisotropie  $H_k$ , au contraire, décroît du fait de la tendance au comportement paramagnétique dans ces conditions (figure II-9). Notons que cette étude se résume dans des valeurs  $H_k$  très grandes en regard des valeurs de la littérature typiquement observées en dessous de 10 Oe. Pour le FeTaN,  $H_k$  atteint un maximum à 37 Oe et pour le FeHfN,  $H_k$  est de l'ordre de 21 Oe.

L'origine du  $H_k$  dans les matériaux nitrurés type FeN est connu et provient de la distorsion tétragonale de la maille bcc du Fe avec une incorporation préférentielle d'azote au niveau des sites octaédriques [31]. Des valeurs de  $H_k$  aussi élevées ne sont pas habituelles dans les films minces à base de FeN, comme on l'a dit. Elles sont clairement associées à des distorsions de maille plus importantes. Ceci pourrait être lié à l'utilisation d'un champ magnétique appliqué pendant le dépôt qui présente une amplitude particulièrement élevée (100 Oe) contre habituellement  $\sim 10$  Oe à 30 Oe, du fait de l'origine magnétostrictive du mécanisme conduisant à l'anisotropie. Ceci semble être confirmé par les observations de [32].

A l'issue de ces constats, deux compositions optimales ressortent  $(\text{FeTa})_{83}\text{N}_{17}$  et  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$ , correspondant à un  $H_k$  maximal dans les deux cas.

### 2.3.4 La résistivité

La dépendance de la résistivité des films avec le taux volumique d'azote est illustrée par la figure II-11. On constate que la résistivité électrique des deux films croît linéairement et de façon similaire avec le taux d'enrichissement en azote et tend vers des valeurs de l'ordre

de 150  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ . Notons que l'augmentation est plus rapide pour les films de FeTaN que pour les films de FeHfN et pourrait être associée à la tendance à la diminution plus forte de la taille des grains avec le Ta que le Hf.  $\rho$  n'est pas directement liée à l'incorporation d'azote en solution solide puisque N n'a presque aucune affinité avec les électrons contrairement aux métaux. L'augmentation de  $\rho$  est donc principalement due à la dispersion des électrons de conduction avec les imperfections de la microstructure (joints de grains amorphes) et du réseau (déformation de la maille).

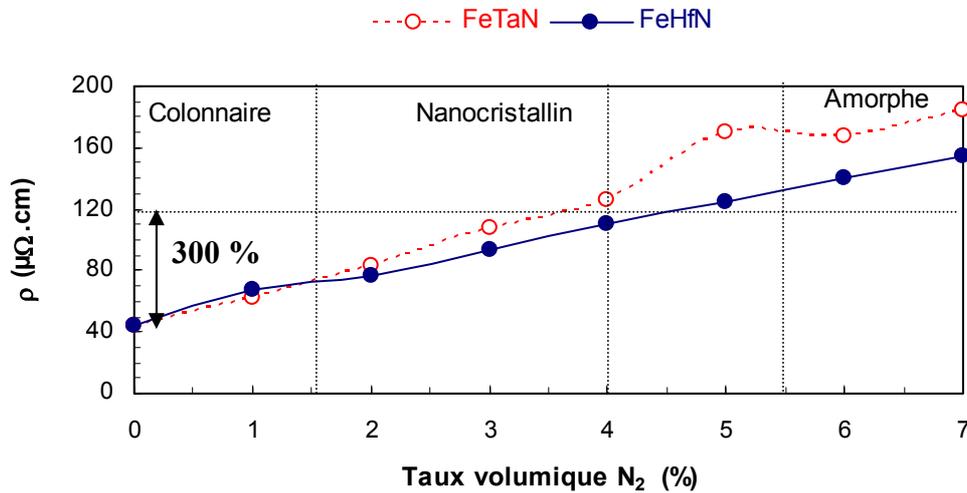


Figure II-11 : Variations respectives de la résistivité ( $\rho$ ) en fonction du pourcentage volumique injecté d'azote pour des films de FeHfN (Hf 10% pds) et FeTaN (Ta 10% pds), d'épaisseur 100 nm.

Le procédé de nitruration des films de FeXN est, en ce sens, doublement avantageux car il permet, comme on l'a vu, l'établissement du caractère doux du matériau et également une augmentation spécifique de la résistivité ( $\sim 300\%$ ) qui positionne ces films en concurrence directe avec les alliages amorphes notamment le CoNbZr, avec comme avantage une aimantation à saturation nettement plus élevée ici.

## 2.4 Etude à basse température sur l'alliage fortement nitruré (FeHf)<sub>84</sub>N<sub>16</sub> (7 % vol. N<sub>2</sub>)

Nous allons maintenant regarder un cas particulier dans l'étude des propriétés magnétiques de ces films. Nous nous sommes intéressés aux films minces surnitrurés contenant 16 % atomique de N. Ces couches sont quasi-amorphes ou plus exactement constituées de cristallites de très faibles dimensions ( $< 5$  nm) et finement dispersés dans une matrice amorphe avec une absence de propriétés magnétiques douces. On peut supposer que ces grains ferromagnétiques sont partiellement découplés et que l'aimantation dans chacun d'eux n'est plus vraiment alignée avec celle des grains voisins et s'oriente en moyenne aléatoirement (figure II-14 (a)). Il existe cependant un couplage partiel des grains sinon le matériau serait totalement paramagnétique. De plus, ces films sont souvent le siège de « stripe domains » ou domaines d'aimantation en rubans dont l'origine est en général difficilement imputable aux seuls effets magnétoélastiques [1][33][34]. Par contre, la contribution d'une croissance colonnaire résiduelle à anisotropie perpendiculaire au plan de la couche semble l'explication la plus plausible. En effet, dans des conditions de découplage partiel des grains,

le facteur de forme spécifique de chaque grain devient prédominant du point de vue magnétostatique comme démontré par Fujiwara [35]. Par contre, il semble qu'ici ce caractère soit réversible en fonction de la température de mesure comme suggéré dans [1] et [36]. Les films minces ont donc été mesurés en fonction de la température et en particulier à basses températures de 25°C à -100°C. En effet, lorsque la température décroît, nous observons une restauration progressive des propriétés magnétiques douces et une restauration complète à -100°C (figure II-12). De plus, l'aimantation à saturation augmente d'environ 30 % entre 25°C et -100°C, suggérant que le volume de phase ferromagnétique augmente dans les mêmes proportions à basse température (figure II-13).

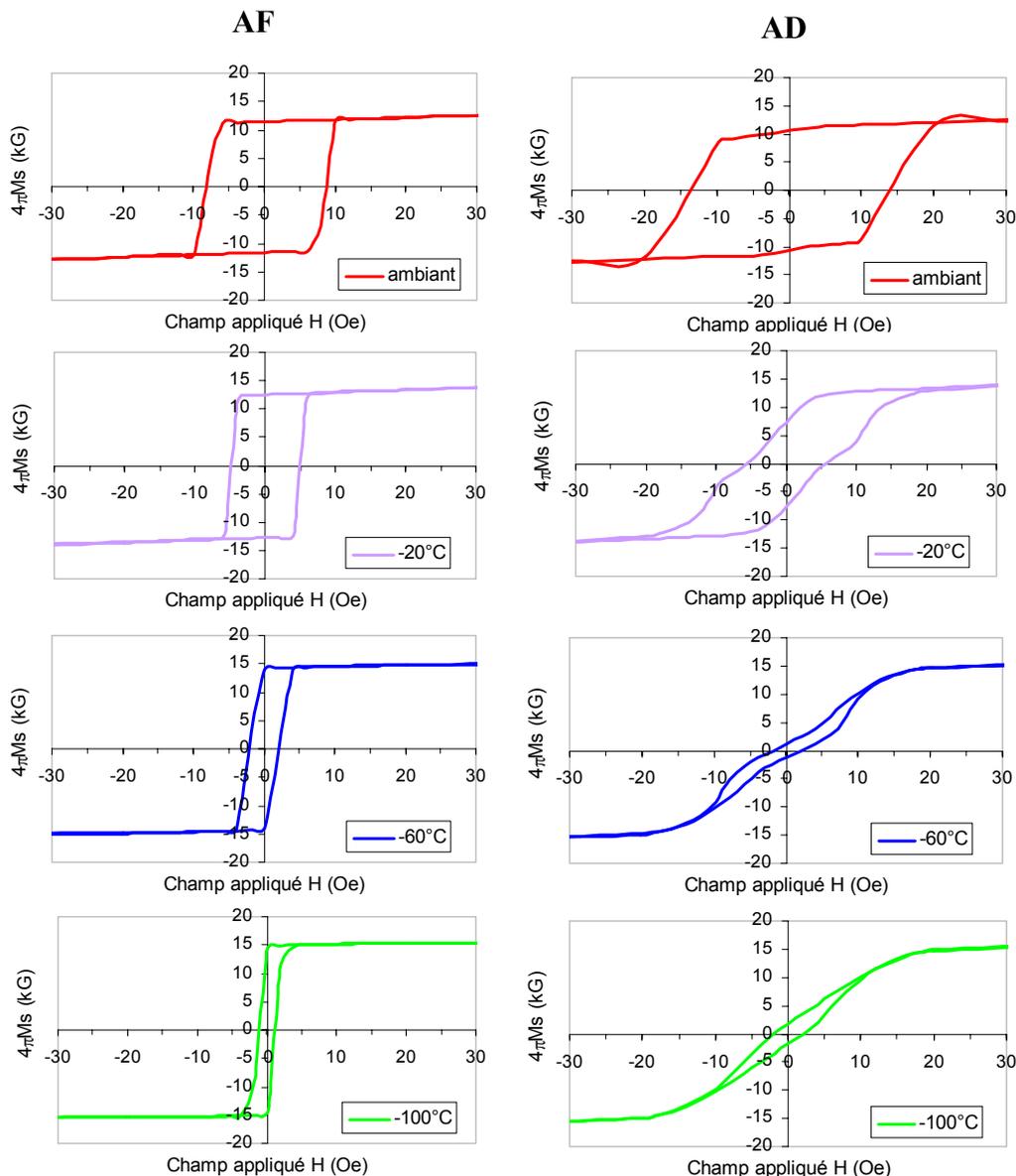


Figure II-12 : Cycles d'hystérésis du  $(FeHf)_{84}N_{16}$  100 nm d'épaisseur selon l'axe facile (AF) et l'axe difficile (AD) pour différentes températures.

Il est peu probable que l'amélioration des propriétés magnétiques douces (y compris l'aimantation à saturation) soit liée à des effets d'origine magnétoélastique (inversion de la tendance tensile-compressive à  $T < 0^\circ C$ ) ou magnétocristalline (augmentation de  $K_1$  à basse température). Par contre, le comportement observé est à rapprocher de celui d'un matériau ferromagnétique ayant une température de Curie négative, matériau qui pourrait alors

constituer majoritairement la phase intergranulaire dans le cas présent. En effet, il est connu que les alliages amorphes à base de Fe contenant une forte teneur (de 10 % à 40 % atomique) en élément de transition comme l'Hf ou le Ta sont amorphes par nature et exhibent une faible  $T_c$  [37][38]. Malgré les études microstructurales fines que nous avons réalisées, la composition chimique de cette phase amorphe intergranulaire n'a pu être déterminée précisément. Il est observé qu'à ces taux de nitruration (16 % at. de N), le degré de solubilité des grains est dépassé (plus d'observations de dilatation de la maille) et il se forme des précipités de HfN qui suggèrent un appauvrissement des grains en Hf au bénéfice de la matrice environnante. Par conséquent, nous supposons que cette phase amorphe est composée essentiellement de Hf, de N et de quelques atomes de Fe. Elle s'approche donc de la composition typique des matériaux amorphes de l'état de l'art caractérisés par une  $T_c$  inférieure à la température ambiante. La phase intergranulaire initialement paramagnétique à température ambiante devient ferromagnétique lorsque la température est inférieure à  $T_c \sim -100^\circ\text{C}$ . Les nanograins sont alors couplés, le matériau retrouve des propriétés magnétiques douces et la fraction volumique de phase à forte aimantation augmente également.

Ces composés sur-enrichis en N possèdent donc une phase intergranulaire amorphe avec un comportement atypique en température caractérisé par une température de Curie négative. Nous verrons par la suite d'autres spécificités intéressantes de ce composé comme l'effet d'un recuit sous champ à haute température.

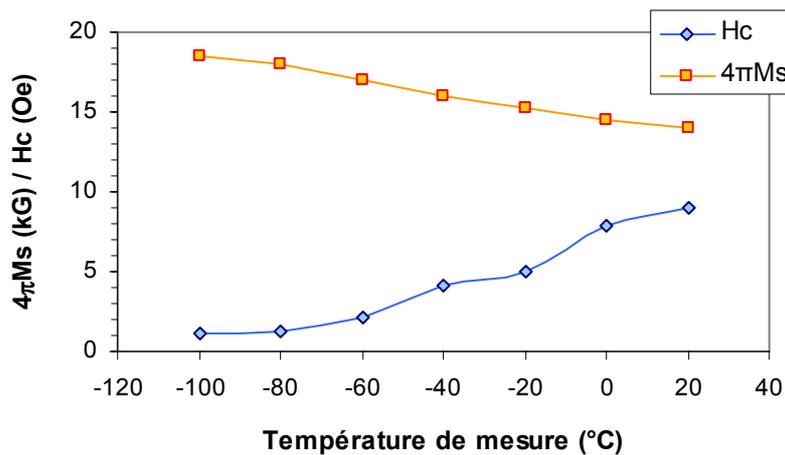


Figure II-13 : Aimantation à saturation  $4\pi M_s$  et champ coercitif  $H_c$  en fonction de la température de mesure.

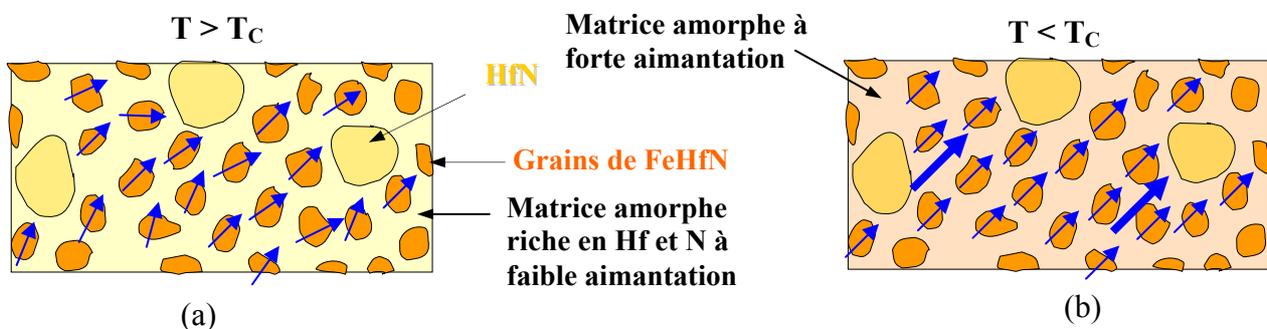


Figure II-14 : Schémas illustrant le principe de découplage partiel des grains ferromagnétiques pour un matériau quasi-amorphe fortement nitruré pour  $T > T_c$  (a) et pour  $T < T_c$  (b).

## 2.5 La magnétostriction

La magnétostriction en particulier « inverse » est un phénomène naturel dans les alliages ferromagnétiques mais que l'on cherchera en général à minimiser. En effet, ce phénomène traduit la sensibilité du matériau et donc du dispositif associé, aux états de contraintes dont les origines sont bien souvent liées aux procédés de fabrication, en particulier en technologie microsysteme. La magnétostriction dans les couches minces est liée à la déformation du réseau cristallin. Or, dans les films de FeXN, l'incorporation d'azote dilate la maille cristalline du fer, on s'attend donc à voir des effets marqués sur l'évolution de la magnétostriction du film en fonction de la concentration en azote, ce qui peut être pénalisant pour les applications visées.

### 2.5.1 Mesures de $\lambda_s$

Les mesures de magnétostriction à saturation  $\lambda_s$  sur les échantillons de FeHfN ont été obtenues au département de Métallurgie et d'Ingénierie des Matériaux de l'Université d'Alabama (Etats-Unis) sur un banc de mesure à détection optique (dont le principe de fonctionnement est décrit en annexe 3) après saturation de l'échantillon dans la direction de l'axe difficile d'aimantation. Les résultats, en fonction du taux volumique en azote, sont décrits par la figure II-15. La magnétostriction à saturation des films sans azote est d'abord négative et faible  $-2 \cdot 10^{-6}$ , puis change de signe en augmentant linéairement lorsque le taux volumique en  $N_2$  croît et enfin reste stable à environ  $20 \cdot 10^{-6}$  lorsque le film devient quasi-amorphe (figure II-15). Notons que cette valeur est un ordre de grandeur plus élevé que celle des films amorphes à base de Co (CoNbZr) ce qui constitue, à priori, un désavantage notable.

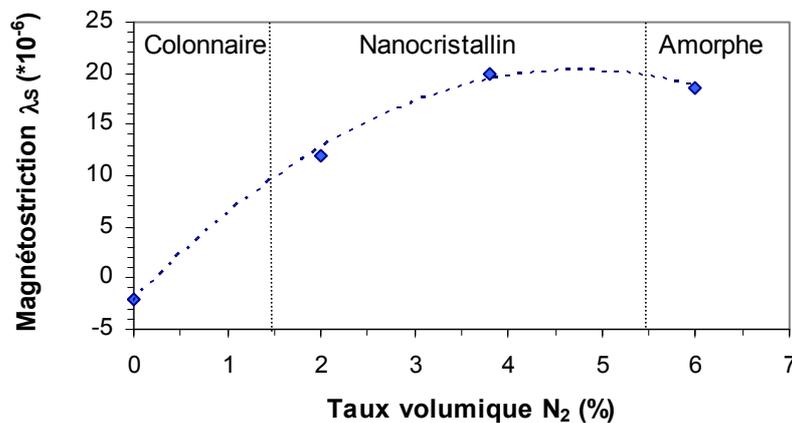


Figure II-15 : Magnétostriction à saturation  $\lambda_s$  en fonction du taux volumique de  $N_2$  pour les films de FeHfN d'épaisseur 100 nm.

De manière à mieux comprendre ce caractère particulier, nous avons résumé la dépendance de  $\lambda_s$  en fonction de la concentration atomique d'azote interstitiel afin de confronter nos résultats aux modèles théoriques établis pour les alliages FeN. Les résultats sont illustrés sur la figure II-16 avec les points expérimentaux repris de la littérature [21]. Ces derniers confirment la dépendance linéaire que l'on a observé jusqu'à environ 6 % atomique. Nous pouvons conclure que les comportements de  $\lambda_s$  en fonction de la concentration en azote

pour nos films de FeHfN et de FeTaN sont quasiment identiques, ce qui nous permet de résonner sur un modèle théorique essentiellement validé pour le FeTaN de l'état de l'art.

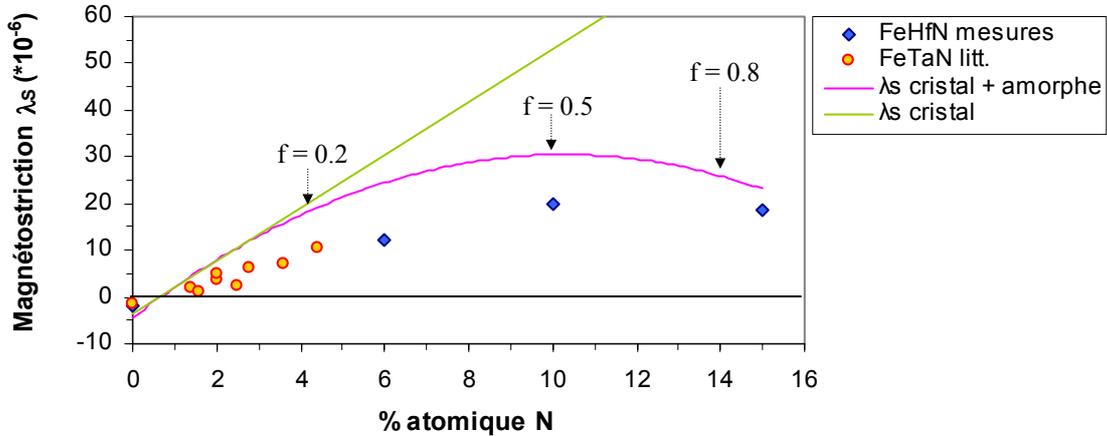


Figure II-16 : Valeurs de magnétostriction en fonction de la teneur atomique en N pour le FeHfN (Hf 10 % pds) et comparaison avec les valeurs de la littérature pour le FeTaN (Ta 10 % pds) [21]. Les modèles théoriques sont appliqués en ne considérant que la phase cristalline ( $\lambda_s$  cristal) ou en considérant les deux phases amorphe et cristalline ( $\lambda_s$  cristal + amorphe).

### 2.5.2 Modèle théorique

On se réfère aux modèles théoriques qui permettent de calculer les constantes de magnétostriction selon les directions [100] et [111] du cristal.  $\lambda_{111}$ , négative pour du fer pur, ne dépend pas de la quantité d'azote. Par contre  $\lambda_{100}$ , positive pour du fer pur, augmente avec le taux d'azote dans le matériau par la relation [39] :

$$\lambda_{100}^{(N)} = \lambda_{100}^{Fe} \left[ 1 - \frac{\varepsilon^2 V C_0 (1 - C_0)}{(c_{11} - c_{12}) RT} \right] - \frac{2}{3} \left[ \frac{\varepsilon D V C_0 (1 - C_0)}{(c_{11} - c_{12}) RT} \right] \quad (\text{II-5})$$

$\varepsilon$  : constante de couplage interstitiel magnéto-élastique :  $\varepsilon = -9.2 \cdot 10^{11} \text{ erg.cm}^{-3}$

$V$  : volume molaire du Fe :  $V = 7.096 \text{ cm}^3.\text{mol}^{-1}$

$R$  : constante des gaz parfaits :  $R = 8.3144 \cdot 10^7 \text{ erg.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$

$T$  : température ambiante :  $T = 300 \text{ K}$

$c_{11}$  et  $c_{12}$  : constantes du module élastique du Fe :  $c_{11} = 2.41 \cdot 10^{12} \text{ dyne.cm}^{-2}$  et  $c_{12} = 1.46 \cdot 10^{12} \text{ dyne.cm}^{-2}$

$D$  : coefficient d'interaction interstitielle magnéto-élastique :  $D = 4.7 \cdot 10^7 \text{ erg.cm}^{-3}$

$3C_0$  : concentration atomique d'azote dans le film

Les valeurs de  $\lambda_{100}$  et de  $\lambda_{111}$  du Fe sont données par la littérature [39]. Cependant, des valeurs plus proches de nos conditions expérimentales, c'est-à-dire tenant compte de la quantité d'élément d'addition dans le film, ont été estimées par Varga et al. [40] pour des films de FeTa avec 5 % en poids de Ta. Toutes les données sont résumées dans le tableau suivant. Pour le modèle théorique, nous utiliserons les valeurs données pour le FeTa même si nos films sont constitués de Hf à 10 % en poids.

	$\lambda_{100}$	$\lambda_{111}$
Fe (littérature [39])	$20 \cdot 10^{-6}$	$-21 \cdot 10^{-6}$
FeTa (5% pds [40])	<b><math>14.0 \cdot 10^{-6}</math></b>	<b><math>-13.7 \cdot 10^{-6}</math></b>

Tableau II-2 : Valeurs de  $\lambda_{100}$  et de  $\lambda_{111}$  extraites de la littérature pour le Fe et pour le FeTa (5 % poids).

Il est cependant nécessaire de rappeler que la magnétostriction à saturation  $\lambda_S$  d'un film résulte des constantes de magnétostriction d'origine cristalline et est donc dépendante de la texture du film. Selon une texture (110) ou une texture aléatoire,  $\lambda_S$  s'écrit :

$$\lambda_S^{(110)Oriented} = \frac{11}{32} \lambda_{100}^{Fe} + \frac{21}{32} \lambda_{111}^{Fe} \quad (II-6)$$

$$\lambda_S^{Random} = \frac{2}{5} \lambda_{100}^{Fe} + \frac{3}{5} \lambda_{111}^{Fe} \quad (II-7)$$

Si on pose l'hypothèse classique selon laquelle la phase cristalline est texturée (110) à 90%, les formules précédentes nous permettent d'écrire :

$$\lambda_S = 0.9(\lambda_S^{(110)Oriented}) + 0.1(\lambda_S^{Random}) = 0.9 \left[ \frac{11}{32} \lambda_{100}^{(N)} + \frac{21}{32} \lambda_{111} \right] + 0.1 \left[ \frac{2}{5} \lambda_{100}^{(N)} + \frac{3}{5} \lambda_{111} \right] \quad (II-8)$$

avec  $\lambda_{110}^{(N)}$  correspondant à l'équation II-5.

### 2.5.3 Interprétation

Nous avons comparé les résultats de ce modèle théorique aux résultats de mesures de  $\lambda_S$  sur les films de FeHfN comme illustré par la figure II-16. Pour les films sans azote,  $\lambda_S$  est effectivement négative à cause de la plus forte influence de  $\lambda_{111}^{Fe}$ , elle même négative par rapport à  $\lambda_{100}^{Fe}$  qui est positive. Lorsque l'azote est incorporé, la tendance s'inverse et la dépendance théorique linéaire avec N est bien observée jusqu'à environ 6 % atomique. Au-delà, l'écart significatif est dû au fait que l'on ne tient pas compte de l'apparition de la phase amorphe intergranulaire qui est généralement considérée comme faiblement magnétostrictive [33] ( $\lambda_S^{Amorphous} = 8,0 \cdot 10^{-6}$ ). Si l'on rajoute la contribution de la fraction volumique de cette phase amorphe [41], on obtient une description plus satisfaisante (figure II-16) :

$$\lambda_S = f \lambda_S^{Cristalline} + (1-f) \lambda_S^{Amorphous} \quad (II-9)$$

f : fraction volumique de la phase amorphe

La tendance de la courbe théorique avec celle décrivant les points expérimentaux est, dans ce cas là, la même d'où l'importance de prendre en compte les changements de microstructure qui ont un impact majeur sur la magnétostriction. Si on se base sur l'interprétation classique du modèle de Cates [39] en tenant compte de l'influence de la phase amorphe la description est correcte. Cependant, sur la base des données de la littérature [42] [43], quelques tentatives de mesure des grandeurs monocristallines  $\lambda_{100}$  et  $\lambda_{111}$  en fonction de

la teneur spécifique en azote montrent une controverse avec le modèle théorique précédent. En effet, contrairement au modèle,  $\lambda_{100}$  ne varie pas avec la teneur atomique en azote tandis que  $\lambda_{111}$  est fortement influencée par l'incorporation d'azote dans le film (figure II-17). Nous avons extrapolé les valeurs de  $\lambda_{100}$  et  $\lambda_{111}$  pour le FeHfN et le FeTaN de composition en azote optimisée, c'est-à-dire 10 % et 17 % atomique respectivement, à partir des mesures réalisées sur le FeAN par Zou et al. [42] (tableau II-3).

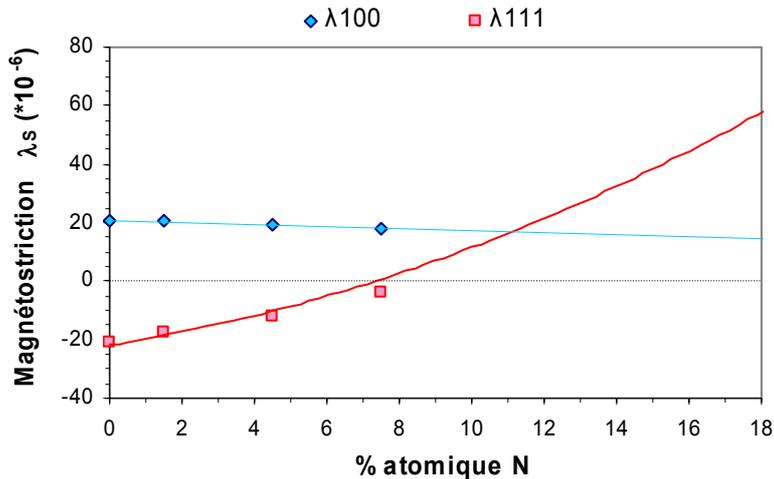


Figure II-17 : Extrapolation des valeurs de constantes de magnétostriction  $\lambda_{100}$  et  $\lambda_{111}$  en fonction de la teneur en N à partir des données sur le FeAN [42].

	$\lambda_{100}$	$\lambda_{111}$
(FeHf) <sub>90</sub> N <sub>10</sub>	18 $10^{-6}$	15 $10^{-6}$
(FeTa) <sub>83</sub> N <sub>17</sub>	16 $10^{-6}$	50 $10^{-6}$

Tableau II-3 : Valeurs de  $\lambda_{100}$  et de  $\lambda_{111}$  pour le (FeHf)<sub>90</sub>N<sub>10</sub> et pour le (FeTa)<sub>83</sub>N<sub>17</sub>.

En utilisant ces grandeurs, l'équation II.8 donne un résultat probant à la vue des résultats expérimentaux, ce qui ne lève pas pour autant la controverse précédente. Par la suite, nous utiliserons ces valeurs de  $\lambda_{100}$  et  $\lambda_{111}$  dans les formules faisant intervenir ces grandeurs pour les films de FeHfN et FeTaN de composition optimale, car elles nous semblent plus proches de la réalité.

Dans l'absolu, on tendra à rechercher des matériaux non magnétostrictifs afin de s'affranchir totalement des effets des contraintes provenant par exemple des procédés de fabrication et qui peuvent, souvent de façon non contrôlable, dégrader les performances attendues des dispositifs magnétiques. Dans notre cas,  $\lambda_s$  nul peut être obtenu, mais pour une très faible quantité atomique de N (2 % at.) qui ne permet pas d'obtenir un compromis satisfaisant avec des propriétés magnétiques douces. Le film de FeHfN avec des propriétés magnétiques optimisées contient 10 % atomique de N et présente par contre une magnétostriction de  $2 \times 10^{-5}$ . Cette valeur est élevée par rapport à celle des matériaux doux traditionnellement utilisés ( $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20} \sim 10^{-6}$ ,  $\text{CoNbZr} < 10^{-6}$  ...). Il sera nécessaire de voir si cela est pénalisant ou non dans la suite, ce qui nous amène maintenant à nous intéresser naturellement à la nature et à l'amplitude des contraintes dans ces couches.

## 2.6 Caractérisation des contraintes

Etant donné que les films de FeHfN sont particulièrement magnétostrictifs, il est important maintenant de mesurer les contraintes isotropes  $\sigma$  que subissent le film puisque ces deux grandeurs contrôlent l'énergie magnétoélastique  $E_\sigma$ .

$$E_\sigma = -\frac{3}{2}\lambda_s\sigma \quad (\text{II-10})$$

En effet, si le produit  $\lambda_s \times \sigma$  est positif, l'énergie magnétoélastique négative reste minimale dans le plan du film et l'aimantation reste très majoritairement confinée dans le plan de la couche. Par contre, si le signe du produit est négatif, cet excédent d'énergie dans le plan peut contribuer au renversement de l'axe de facile d'aimantation au profit de la direction perpendiculaire au plan de la couche. Dans ces conditions, les propriétés magnétiques ne sont plus du tout exploitables. Il est donc nécessaire de connaître le signe et la valeur de cette énergie pour évaluer son impact dans l'énergie totale du film notamment par rapport aux énergies d'anisotropie induite et magnétocristalline.

Les différentes origines des contraintes ainsi que la méthode de mesure de ces contraintes sont présentées en annexe 3. Précisons qu'il s'agit de la contrainte isotrope résiduelle que subit le film « pleine tranche » en présence du substrat. Elle est évaluée à partir de la mesure de « flèche » du substrat. La contrainte locale ou résiduelle  $\sigma_{\text{rés}}$  résulte généralement de deux contributions : la contrainte thermique  $\sigma_{\text{Th}}$  due à l'échauffement du substrat pendant le dépôt et à la différence entre les coefficients de dilatation thermique du substrat et du dépôt et la contrainte intrinsèque  $\sigma_i$  liée à la microstructure du dépôt. Pour une épaisseur de 100 nm et un taux volumique en N<sub>2</sub> croissant, la température du substrat reste constante sensiblement de l'ordre de 105°C pour tous les dépôts. La valeur de la contrainte thermique ( $\sigma_{\text{th}}$ ) est donnée par l'équation suivante :

$$\sigma_{\text{Th}} = \frac{E_d}{1 - \nu_d} \cdot (\alpha_s - \alpha_d) \cdot (T - T_0) \quad (\text{II-11})$$

Les données suivantes ont été extraites de la référence [1]

$E_d$  : module d'Young :  $E_d = 2 \cdot 10^{12}$  dyne/cm<sup>2</sup> pour le FeTaN

$\nu_d$  : coefficient de Poisson :  $\nu_d = 0.3$  pour le FeTaN

$\alpha_s$  : coefficient de dilatation du substrat :  $\alpha_s = 7.6 \cdot 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$  à 100°C pour le Si

$\alpha_d$  : coefficient de dilatation du dépôt :  $\alpha_d = 11.2 \cdot 10^{-6} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$  à 100°C pour le FeTaN

$T_0$  : température de mesure :  $T_0 = 25^\circ\text{C}$

La contrainte résiduelle a été évaluée à partir des mesures de flèche, la contrainte thermique calculée à partir de l'expression (II-11) et la contrainte intrinsèque déduite de ces deux valeurs par la relation  $\sigma_{\text{intrinsèque}} = \sigma_{\text{résiduelle}} - \sigma_{\text{thermique}}$ . La contrainte résiduelle  $\sigma_{\text{rés}}$  a été mesurée en fonction de la teneur en azote pour les films de FeHfN, d'épaisseur 100 nm. Les résultats, en fonction du taux volumique en N<sub>2</sub>, sont présentés sur la figure II-18. Les contributions respectives d'origines thermiques et intrinsèques y sont également représentées.

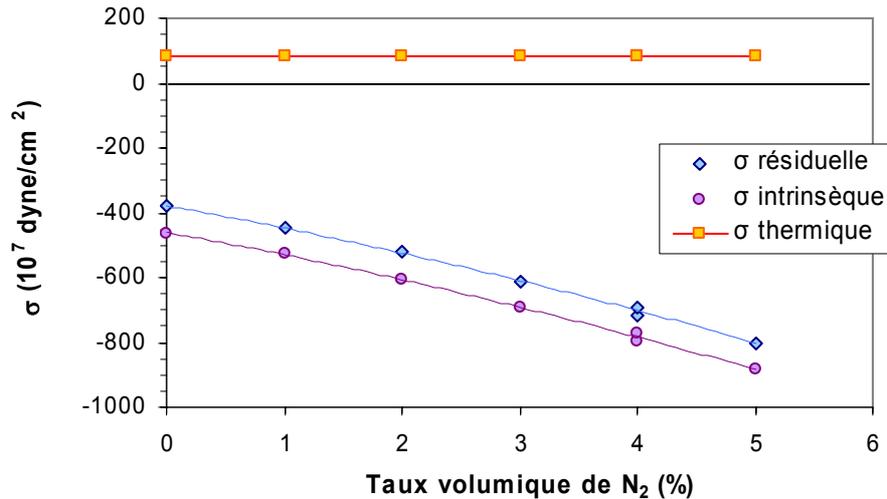


Figure II-18 : Evolution des contraintes résiduelle, thermique et intrinsèque en fonction du taux volumique de  $N_2$  pour des films de FeHfN, d'épaisseur 100 nm.

De façon générale, la contrainte résiduelle est de nature compressive  $\sigma_{\text{rés}} < 0$  ( $\Delta F > 0$ ) et elle augmente linéairement en amplitude avec le taux volumique en  $N_2$ . Les films ne contenant pas d'azote sont déjà en compression. La contrainte thermique est constante en fonction du taux volumique de  $N_2$  puisque la température de dépôt ne varie pas. Elle est tensile et ne représente que 15 % de la contrainte du film. Les 85 % résultent de la contrainte intrinsèque compressive qui est due à tous les effets de contraintes cumulés que subit le réseau que ce soit les défauts cristallographiques ou la déformation de la maille. Dans notre cas, nous pouvons noter deux effets majeurs qui agissent de façon similaire sur la contrainte intrinsèque. L'Hf est un atome plus volumineux que le Fe ( $\sim 15\%$ ) et sa substitution dans la maille du Fe provoque une dilatation de la maille donc du film. L'azote, incorporé en position interstitielle, dilate la maille ce qui vient augmenter la compression des films [44].

La contrainte pour le film de FeHfN de composition optimisée (10 % atomique de N soit 3.8 % volumique en  $N_2$ ) est de l'ordre de  $-700 \cdot 10^7$  dyne/cm<sup>2</sup>. Avec une magnétostriction de  $20 \cdot 10^{-6}$ , l'énergie magnétoélastique résultante est donc de  $2.1 \cdot 10^5$  erg/cm<sup>3</sup>. Cette énergie est positive, elle augmente donc l'énergie du système et peut contribuer à renverser l'aimantation hors du plan. Cependant, elle reste suffisamment modérée devant l'énergie magnétostatique perpendiculaire  $2\pi M_S^2 \sim 1.4 \cdot 10^7$  erg/cm<sup>3</sup> pour être sans effet néfaste.

## 2.7 Etude des propriétés magnétiques dynamiques

Nous venons d'analyser systématiquement l'effet de l'incorporation d'azote dans les films de FeTaN et de FeHfN sur les propriétés microstructurales, électriques et magnétiques statiques. Nous nous focalisons ici sur les mesures dynamiques de films minces de FeHfN principalement en raison de leur plus grande reproductibilité pour différents teneurs en azote. Les spectres de perméabilité dynamiques ont été mesurés au CEA Le Ripault pour des échantillons de 100 nm d'épaisseur. Une comparaison avec les comportements respectifs des films de FeTaN et FeHfN sera effectuée plus loin mais seulement pour les films de composition optimale (maximum de Hk).

### 2.7.1 Comportements dynamiques en fonction du degré de nitruration pour les films de FeHfN

Comme on l'a vu précédemment, l'aimantation à saturation décroît pendant la nitruration tandis que le champ d'anisotropie  $H_k$  croît jusqu'à 10 % atomique d'azote puis finit par décroître. Si nous faisons une analogie avec ces caractéristiques magnétiques, on s'attend donc à voir la perméabilité  $\mu_{DC}$  diminuer et la fréquence de résonance ferromagnétique (FMR) augmenter avec l'incorporation d'azote puis la tendance s'inverser au-delà de 10 % at. d'azote. A première vue, les résultats expérimentaux des mesures dynamiques reportés sur la figure II-19 et II-20 confirment ces tendances.

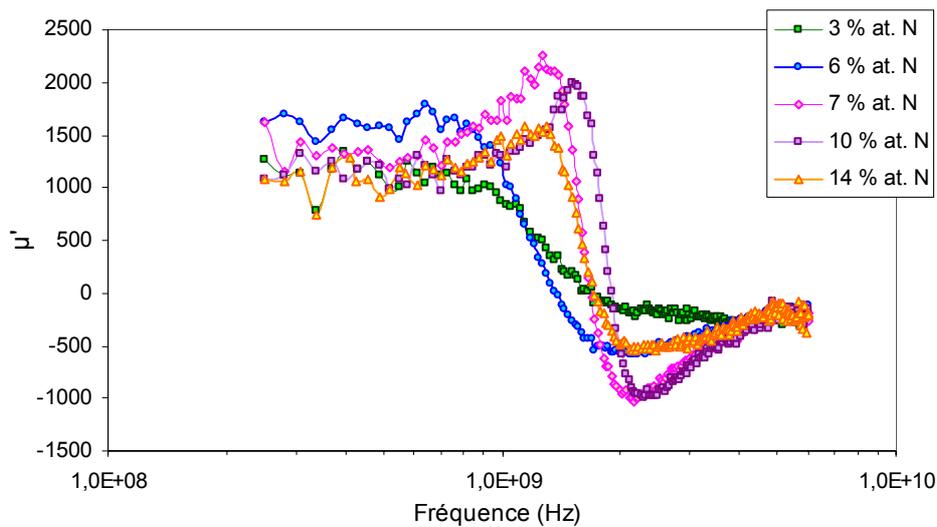


Figure II-19 : Spectres en fréquence de la partie réelle de la perméabilité  $\mu'$  pour des films de FeHfN à différents pourcentages atomique d'azote (100 nm d'épaisseur).

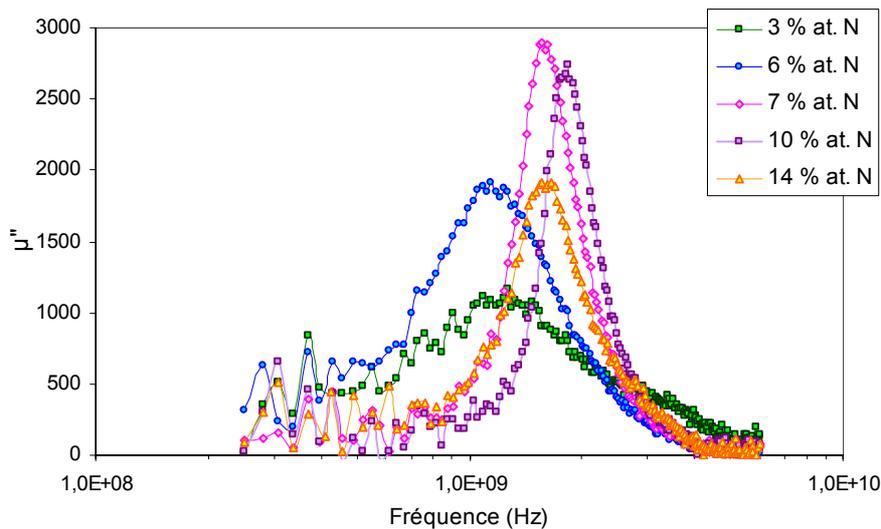


Figure II-20 : Spectres en fréquence de la partie imaginaire de la perméabilité  $\mu''$  (pertes) pour des films de FeHfN à différents pourcentages atomique d'azote (100 nm d'épaisseur).

Dans le détail, nous pouvons établir plusieurs constats. Le premier est que la perméabilité quasi statique  $\mu_{DC}$  est en parfait accord avec la théorie rotationnelle simple ( $\mu_{DC} = 4\pi M_s/H_k$ ) pour tous les films à l'exception du film fortement nitruré (14 % at. N), comme

on peut le voir sur le tableau II-4. Ces premiers résultats sont extrêmement prometteurs dans la mesure où ils décrivent un comportement dynamique sans fluctuations d'aimantation (ripple). Ce constat est à relever car, en général, les films équivalents dans la littérature souffrent de perméabilités  $\mu_{DC}$  plus faibles que prévues à cause de la contribution additionnelle au champ d'anisotropie (Hk) du champ de ripple (Hr) qui reflète les importantes fluctuations locales d'anisotropie [1] subies par ces films. On retrouve sensiblement la même limitation avec le film enrichi à 14 % atomique en azote avec un champ de ripple Hr estimée à 4 Oe afin de satisfaire au calcul de  $\mu_{DC}$ . Une exception cependant concerne le film ne contenant qu'une faible quantité de N (3 % atomique) dont le comportement gyromagnétique est clairement observable alors que ce film ne possède pas de propriétés magnétiques douces. Une explication sera donnée par la suite.

Le deuxième constat concerne l'observation d'un phénomène de résonance à haute fréquence très marqué pour tous les échantillons. Celui-ci correspond à la résonance ferromagnétique dont la fréquence pour tous les films est en très bon accord avec la valeur théorique calculée à partir de la formulation classique de Landau-Lifschitz-Gilbert (LLG). Ceci constitue un second résultat important confirmant ici, du point de vue dynamique, le potentiel de ces films dans le domaine du GHz, ce qui restait fortement mitigé dans la littérature du fait d'un écrantage majoritaire des effets gyromagnétiques par ceux liés aux fluctuations locales d'aimantation.

Enfin, la troisième constatation est que si l'on applique le modèle LLG à partir des grandeurs expérimentales préalablement mesurées, on obtient une description quasi parfaite des courbes en adaptant le coefficient d'amortissement  $\alpha$  qui est le seul paramètre phénoménologique de l'équation.  $\alpha$  correspond à l'élargissement du pic de résonance et traduit tous les facteurs cumulés à l'amortissement de la précession de spin. Les valeurs pour chaque cas sont reportées dans le tableau II-4 et illustrées sur la figure II-21. Comme on peut le constater, les valeurs de  $\alpha$  sont relativement modérées comprises typiquement entre 0.01 et 0.02, traduisant un comportement résonant peu amorti (équivalent au Permalloy). Dans le détail, on peut remarquer que  $\alpha$  est minimal lorsque le matériau concilie à la fois une valeur maximale pour le champ d'anisotropie (Hk) (figure II-21 (a)) et une microstructure nanocristalline optimale (grains très fins avant découplage intergranulaire) (figure II-21 (b)). A l'inverse, lorsque le matériau est, soit de nature plus fortement colonnaire (3 % atomique N), soit de tendance amorphe (découplage intergranulaire), l'amortissement est plus marqué en lien avec une anisotropie uniaxiale mal définie (cycles ouverts et peu linéaires) et éventuellement associé à des fluctuations d'aimantation. Ces conditions contribuent à une augmentation significative du facteur d'amortissement et affectent la perméabilité basse fréquence comme on l'a vu et la fréquence de résonance (FMR) du fait d'un champ de ripple (Hr) non négligeable [45][46].-

% at. N	$4\pi M_s$ (kG)	Hk (Oe)	$\mu'_{DC}$	Hr (Oe)	FMR (GHz)	$\alpha$
3	20	~ 4 à 8	1330	~ 11 à 7	1.66	(0.040)
6	20	9	2220		1.28	0.018
7	19	16	1190		1.67	0.012
10	19	20	950		1.86	0.011
14	17.5	13	1030	4	1.44	0.017

Tableau II-4 : Caractéristiques magnétiques statiques et dynamiques pour des films minces de FeHfN avec différentes teneurs en azote. Les valeurs de  $4\pi M_s$  et de Hk sont mesurées à partir des cycles d'hystérésis,  $\mu_{DC}$ , Hr, FMR et  $\alpha$  sont extraits du modèle LLG appliqué à chaque spectre de perméabilité.

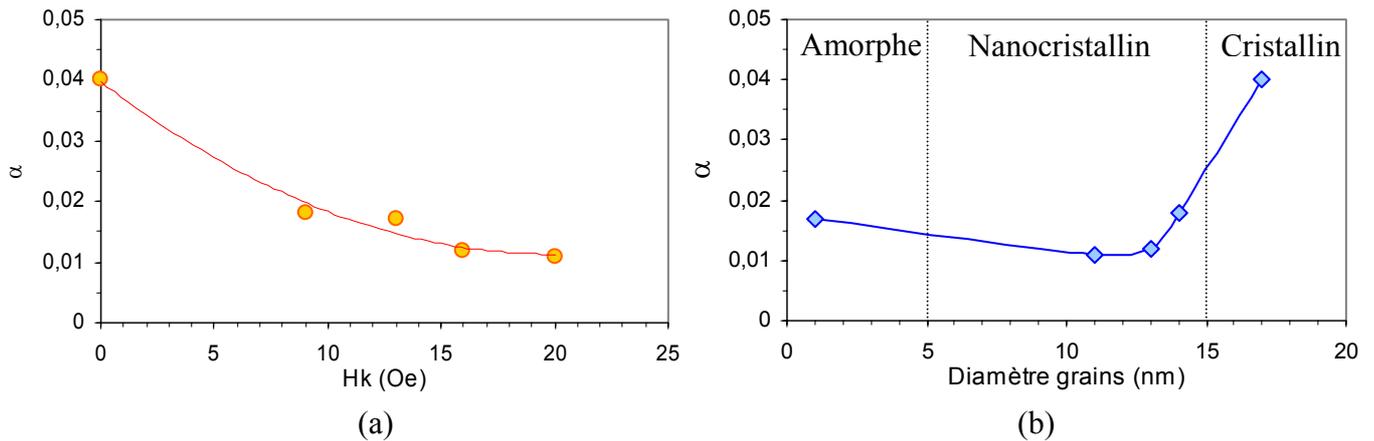


Figure II-21 : Variation du coefficient d'amortissement en fonction du champ d'anisotropie  $H_k$  (a) et du diamètre des grains corrélé aux changements de microstructure (b) pour les films de FeHfN.

### 2.7.2 Comparaison des comportements des composés optimisés : $(FeTa)_{83}N_{17}$ et $(FeHf)_{90}N_{10}$

Nous venons d'étudier l'influence de l'azote sur les propriétés magnétiques dynamiques. Nous allons maintenant regarder plus en détails les propriétés dynamiques de films de FeTaN et FeHfN avec une composition particulière, pour laquelle, les propriétés statiques étaient optimales au sens d'un champ d'anisotropie maximal et d'un champ coercitif minimal. Pour mémoire, ces films sont respectivement de composition atomique  $(FeTa)_{83}N_{17}$  et  $(FeHf)_{90}N_{10}$  et combinent un  $4\pi M_S$  de 15 kG et un  $H_k$  de 37 Oe pour le premier et un  $4\pi M_S$  de 19 kG et un  $H_k$  de 20 Oe pour le second. La comparaison est illustrée par la figure II-22 pour une épaisseur commune à 100 nm.

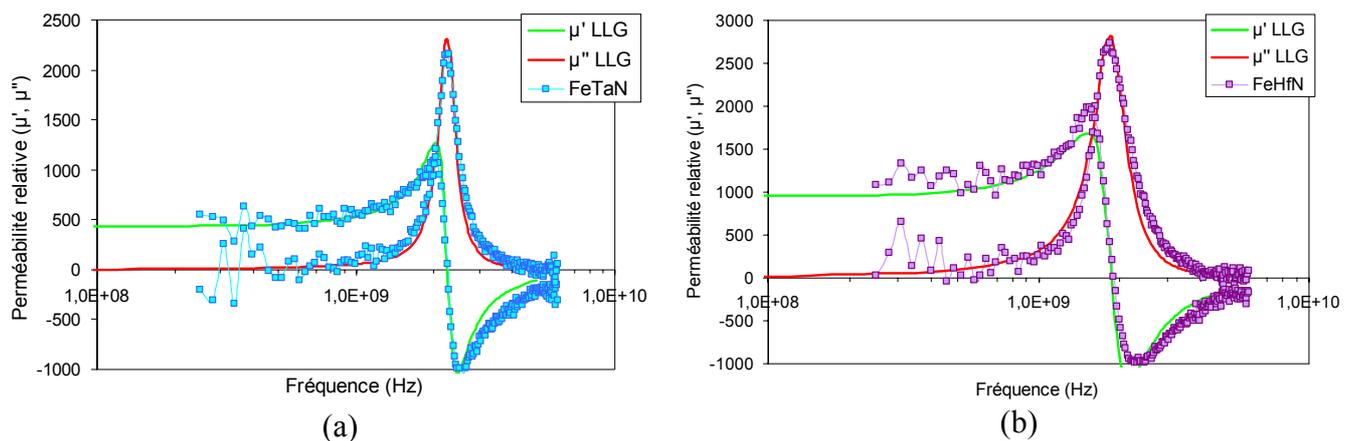


Figure II-22 : Spectres de perméabilité mesurés et modèles théorique LLG correspondant pour des films minces de FeTaN et FeHfN optimisés de 100 nm d'épaisseur :  $(FeTa)_{83}N_{17}$  (a) et  $(FeHf)_{90}N_{10}$  (b).

Les valeurs de la perméabilité quasi statique  $\mu_{DC}$  de 400 et 950 pour le FeTaN et le FeHfN respectivement (figure II-22 et tableau II-5) reflètent un caractère purement rotationnel ( $\mu_{DC} = 4\pi M_S / H_k$ ), les différences n'étant imputables qu'aux valeurs respectives de  $4\pi M_S$  et de  $H_k$ . Aucune des deux compositions ne présentent de limitations liées aux fluctuations locales d'aimantation. Les fréquences de résonance ferromagnétiques (FMR) sont mesurées pour les

films de FeTaN et FeHfN à 2.3 GHz et à 1.84 GHz, respectivement. Ces valeurs sont également en accord avec celles issues du modèle LLG. Enfin, les spectres mesurés sont très bien décrits par ce modèle. Ceci nous amène à conclure que le paramètre  $\alpha$  de l'ordre de 0.01 pour les deux films confirmant un comportement gyromagnétique très faiblement amorti. Le coefficient d'amortissement  $\alpha$  est très faible comparé aux rares résultats de la littérature qui se sont intéressés aux comportements RF des films de FeXN [47] (généralement  $\sim 0.03$ ).

Matériau	$4\pi M_s$ (kG)	Hk (Oe)	$\mu'_{DC}$	FMR int (GHz)	$\alpha$
(FeTa) <sub>83</sub> N <sub>17</sub>	15.5	36	430	2.26	0.009
(FeHf) <sub>90</sub> N <sub>10</sub>	19.0	20	950	1.86	0.011

Tableau II-5 : Caractéristiques magnétiques et fréquentielles du FeTaN et FeHfN optimisés d'épaisseur 100 nm. Les valeurs de  $4\pi M_s$  et de Hk sont mesurées à partir des cycles d'hystérésis. Les valeurs de  $\mu_{DC}$ , Hr, FMR et  $\alpha$  sont extraites du modèle LLG appliqué à chaque spectre de perméabilité.

### 2.7.3 Conclusion

Cette étude préliminaire a permis de montrer que les conditions de dépôt et les compositions des alliages que nous avons choisies conduisent à la possibilité d'avoir des films magnétiques doux très performants avec une anisotropie uniaxiale marquée, les désignant immédiatement comme de très bons candidats pour les applications RF visées. De plus, les conditions optimales de dépôt ne mettent pas en jeu des phénomènes de fluctuations locales d'aimantation qui pourraient dégrader les propriétés dynamiques, souvent considérées comme le principal handicap à l'usage des ces matériaux à haute fréquence. Le FeTaN présente intrinsèquement la plus haute fréquence de résonance et le comportement le moins amorti ( $\alpha$  plus faible). Cependant, sa structure devenant rapidement amorphe, la composition optimale est difficile à reproduire. Les films de FeHfN, quant à eux, sont préférentiellement retenus pour l'intégration qui va suivre, du fait d'une meilleure reproductibilité de leur phase nanocristalline douce (pas de transition brutale vers la phase amorphe) et de leur plus forte aimantation. L'aimantation sera en effet, dans notre cas, la caractéristique déterminante au sens où elle permettra le contrôle à la fois de la FMR à très haute fréquence par le biais du champ démagnétisant et de la perméabilité qui sont tous les deux proportionnels à  $4\pi M_s$ . L'étude se poursuivra donc avec le FeHfN avec la composition atomique optimale de (FeHf)<sub>90</sub>N<sub>10</sub> caractérisée par  $4\pi M_s = 19$  kG, Hk = 20 Oe,  $\alpha = 0.011$ ,  $\rho = 110$   $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ . L'épaisseur est aussi un paramètre important puisque les films magnétiques ayant vocation à être intégrés devront être assez épais ( $\geq 0.5$   $\mu\text{m}$ ) du point de vue de la fonctionnalité des inductances. Nous avons donc étudié les propriétés magnétiques de ce composé en fonction de l'épaisseur puisque nous nous étions limités pour l'instant à 100 nm, pour des raisons pratiques (rapidité de fabrication pour cette étude).

### 3 Conditions particulières d'élaboration des films FeTaN et FeHfN et propriétés

Le fort potentiel des films de FeTaN et FeHfN pour un usage radiofréquence, a été confirmé dans la partie précédente, mais sur des épaisseurs relativement faibles (~ 100 nm). Comme les performances des systèmes intégrant les films magnétiques dépendent grandement de la notion de perméance, c'est à dire du produit de la perméabilité et de l'épaisseur, il est donc important de regarder maintenant le comportement de ces films face à des variations importantes d'épaisseur et cela pour la composition optimale établie précédemment. De plus, nous allons nous intéresser à d'autres conditions particulières d'élaboration visant spécifiquement l'augmentation du champ d'anisotropie afin d'augmenter plus encore le potentiel intrinsèque de ces films à très hautes fréquences (> 2 GHz).

#### 3.1 Effet de l'épaisseur

##### *3.1.1 Température de dépôt*

Dans un premier temps, nous avons évalué la température à laquelle est soumis le substrat (donc le film) en fonction de l'épaisseur à atteindre puisque la température peut affecter les propriétés magnétiques et microstructurales de ces films (figure II-23). Ainsi, nous avons montré que la température atteint typiquement 100°C pour un dépôt de l'ordre de 100 nm et augmente jusqu'à ~ 150°C pour 500 nm.

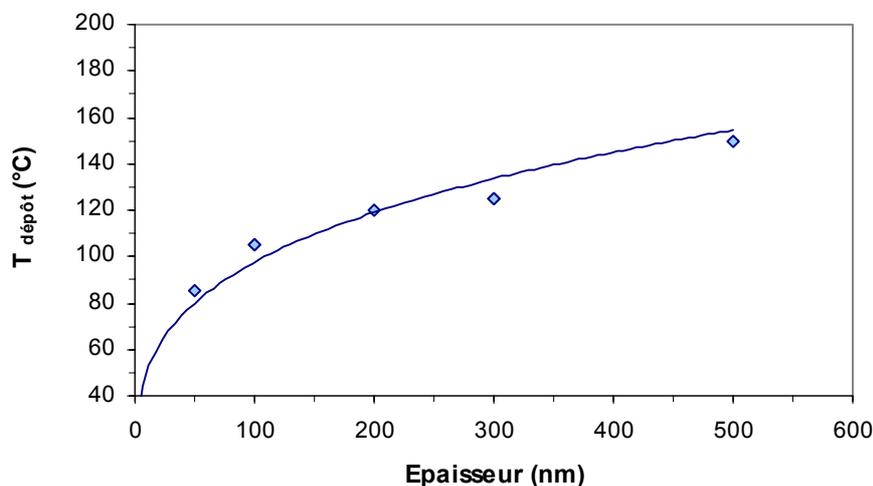


Figure II-23 : Evaluation de la température du substrat lors de la croissance des films de FeHfN pour différentes épaisseurs.

Dans la plage d'épaisseur regardée, l'élévation maximale de température de 80°C à 160°C n'est, à priori, pas suffisante pour modifier significativement les conditions de nitruration et donc la concentration en azote des films. Par contre, elle peut avoir des répercussions importantes sur les contraintes et la microstructure.

### 3.1.2 Contrainte

La figure II-24 suivante illustre l'évolution des contraintes mises en jeu en fonction de l'épaisseur du film déposé. Comme on pouvait s'y attendre, la contrainte thermique augmente linéairement en fonction de l'épaisseur à cause de l'augmentation quasi-linéaire de la température de dépôt avec la durée. Elle est de nature tensile et ne représente que 15 % de la contrainte totale du film. Les 85 % restant résultent donc de contraintes intrinsèques dont la tendance, compressive, va diminuant avec les épaisseurs croissantes et donc l'élévation de température. Ceci laisse penser que les défauts structuraux (lacunes, déformation de la maille cristalline...) vont diminuant et que les films bénéficient d'une microstructure plus dense (y compris avec des grains plus gros) et plus relaxée à épaisseur plus grande du fait des températures plus élevées associées.

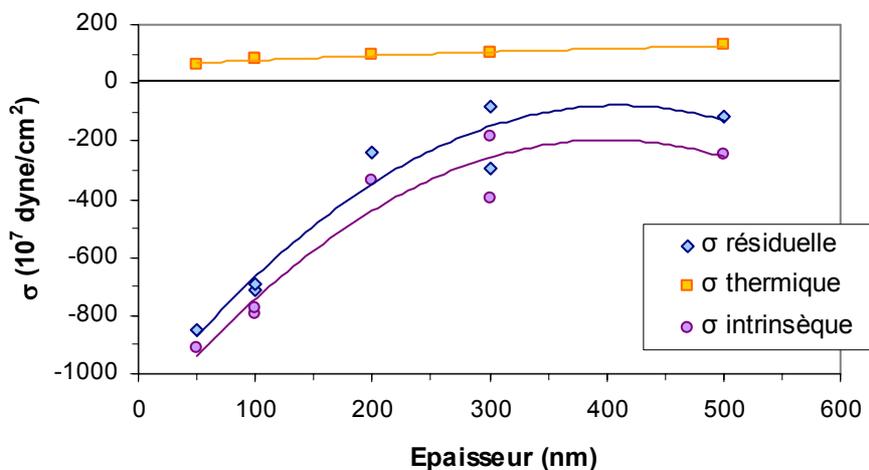


Figure II-24 : Contraintes résiduelle, thermique et intrinsèque en fonction de l'épaisseur du dépôt de films de composition optimale (FeHf) $_{90}$ N $_{10}$ .

### 3.1.3 Propriétés magnétiques

L'évolution du champ coercitif selon l'axe facile avec l'épaisseur a été étudiée pour les films (FeTa) $_{83}$ N $_{17}$  et (FeHf) $_{90}$ N $_{10}$  (figure II-25). Les propriétés magnétiques sont extrêmement douces pour une épaisseur comprise entre 100 et 200 nm pour le FeTaN et entre 100 nm et 250 nm pour le FeHfN. On peut distinguer trois régions sur la courbe selon la configuration d'aimantation dans le film. Pour une épaisseur inférieure à 50 nm, Hc est de l'ordre de 10 Oe, le renversement de l'aimantation entre deux domaines à 180° se fait dans le plan : paroi de Néel. De ~ 100 nm à 180 nm pour le FeTaN et jusqu'à 250 nm pour le FeHfN, l'épaisseur est suffisante pour que les parois de Block soient privilégiées. De par leur plus grande mobilité naturelle que les parois de Néel, elles conduisent au minimum de Hc. Au-delà de 180 nm pour le FeTaN et de 250 nm pour le FeHfN, les cycles d'hystérésis s'ouvrent significativement et le comportement dans le plan devient isotrope avec un début de tendance à former des « stripe domains » ce qui est confirmé par l'observation MOKE sur la figure II-27. Le champ d'anisotropie reste inchangé dans la plage correspondant à Hc minimal (figure II-26).

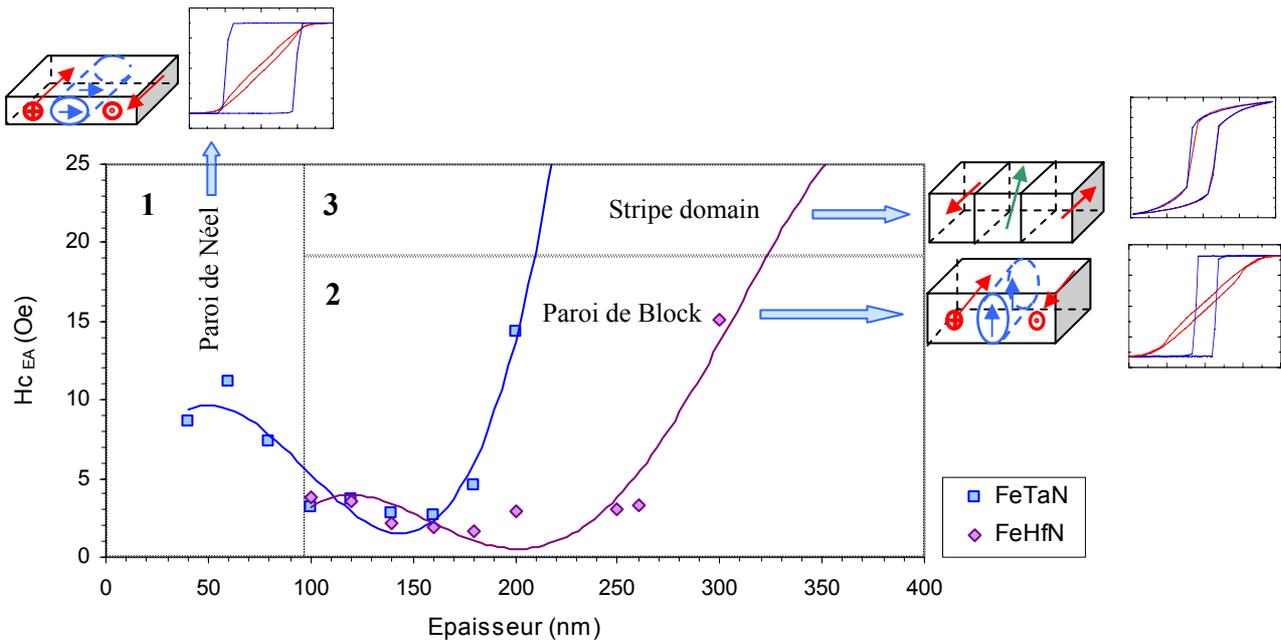


Figure II-25 : Champ coercitif selon l'axe facile en fonction de l'épaisseur pour les films de  $(FeTa)_{83}N_{17}$  et de  $(FeHf)_{90}N_{10}$ .

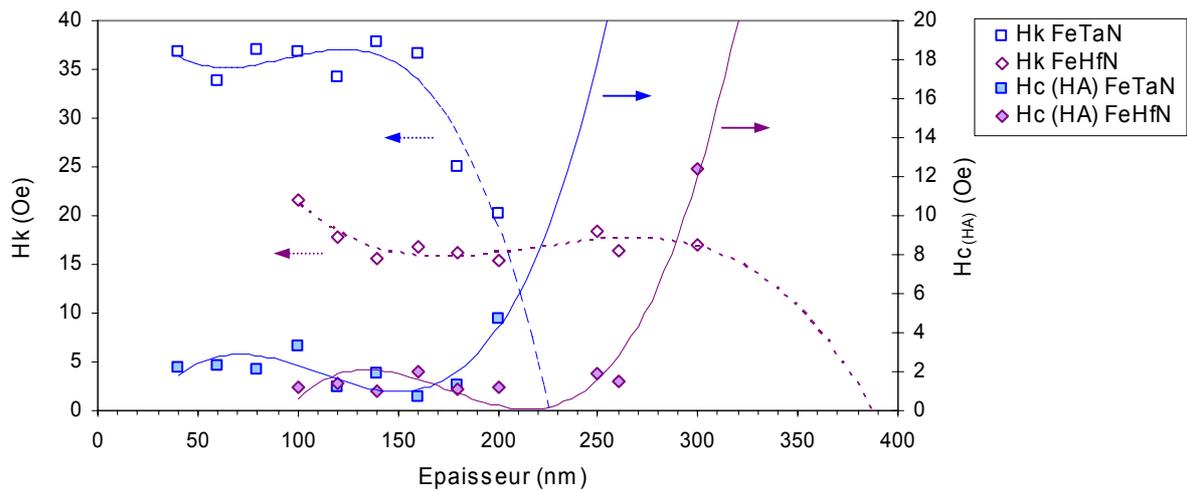


Figure II-26 : Champ d'anisotropie  $H_k$  et champ coercitif selon l'axe difficile  $H_{c_{(HA)}}$  en fonction de l'épaisseur pour les films de  $(FeTa)_{83}N_{17}$  et de  $(FeHf)_{90}N_{10}$ .

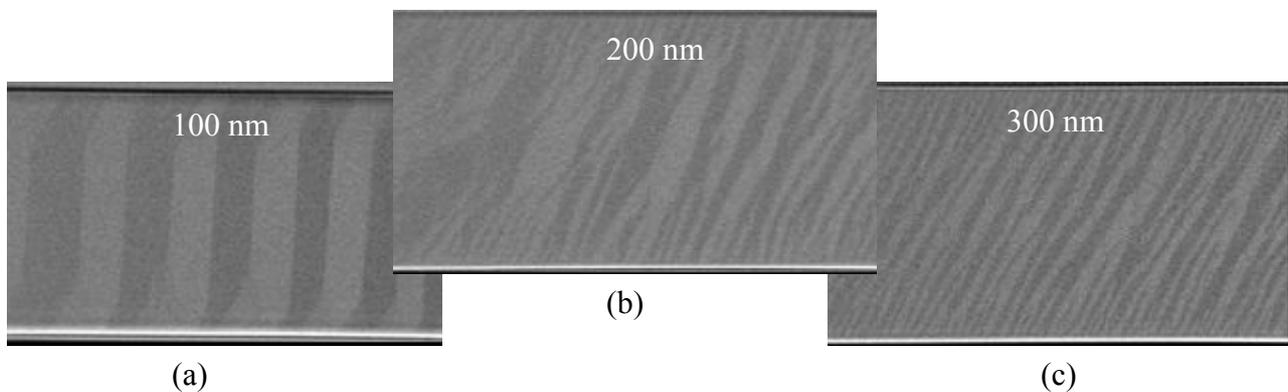


Figure II-27 : Observations MOKE (Magnetometer Optic Kerr Effect) de couches de FeTaN de 100 nm (a), 200 nm (b) et 300 nm (c) d'épaisseur. Les domaines magnétiques sont caractéristiques des configurations en rubans (stripe domains). La largeur des motifs est de 100  $\mu m$ .

### 3.1.4 Considérations énergétiques : épaisseur critique

La configuration d'aimantation en rubans ou domaines en bandes est caractérisée par une composante d'aimantation hors plan. Ce type de configuration a été étudiée par Murayama [48]. Il a prouvé l'existence d'une anisotropie magnétique perpendiculaire et stable résultant de charges qui apparaissent à la surface du film entraînant l'existence d'une épaisseur critique en dessous de laquelle l'énergie magnétostatique est trop importante pour que les domaines en bandes existent. Murayama a calculé cette épaisseur ( $t_c$ ) en tenant compte de l'énergie d'échange et des contributions intrinsèques à l'énergie d'anisotropie perpendiculaire ( $K_{perp}$ ) :

$$t_c = 2\pi \sqrt{\frac{A}{K_{perp}}} \quad (\text{II-12})$$

A : constante d'échange :  $A = 1,0 \cdot 10^{-6}$  erg/cm

$K_{perp}$  est déterminée ici à partir des contributions monocristallines ( $K_1$ ,  $K_2$ ,  $\lambda_{100}$ ,  $\lambda_{111}$ ) et de la contrainte ( $\sigma$ ) (déformation) que subit la maille. Pour une texture (110), elle s'écrit :

$$K_{perp}^{(110)} = \frac{3}{16} K_1 + \frac{7}{64} K_2 - \left( \frac{3}{8} \lambda_{100} + \frac{9}{8} \lambda_{111} \right) \sigma \quad (\text{II-13})$$

$K_1$  et  $K_2$  : constantes d'anisotropie magnétocristalline

$\lambda_{100}$ ,  $\lambda_{111}$  : constantes de magnétostriction selon les directions [100] et [111] respectivement

Pour que la description soit réaliste, il est nécessaire de tenir compte de la dépendance des constantes  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $\lambda_{100}$ ,  $\lambda_{111}$  avec la teneur en azote. En s'appuyant sur les données de la littérature [42][28], il est possible d'extrapoler la valeur de ces grandeurs pour la composition optimale de chaque film. Pour les films de FeXN,  $K_2$  vaut 0 et  $K_1$  dépend de la teneur en azote; sa valeur est extrapolée (figure II-28) à partir des valeurs de  $K_1$  données pour le FeAlN par Zou [42]. Pour le  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$ ,  $K_1$  vaut  $\sim 1,20 \cdot 10^5$  erg/cm<sup>3</sup> et pour le  $(\text{FeTa})_{83}\text{N}_{17}$ ,  $K_1 \sim 0,50 \cdot 10^5$  erg/cm<sup>3</sup>. Les constantes de magnétostriction selon [100] selon [111] dépendent aussi de la teneur en N et les valeurs sont extrapolées à partir des données de Zou [42] : pour le  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$ ,  $\lambda_{100} = 18 \cdot 10^{-6}$  et  $\lambda_{111} = 15 \cdot 10^{-6}$  et pour le  $(\text{FeTa})_{83}\text{N}_{17}$ ,  $\lambda_{100} = 16 \cdot 10^{-6}$  et  $\lambda_{111} = 50 \cdot 10^{-6}$ .

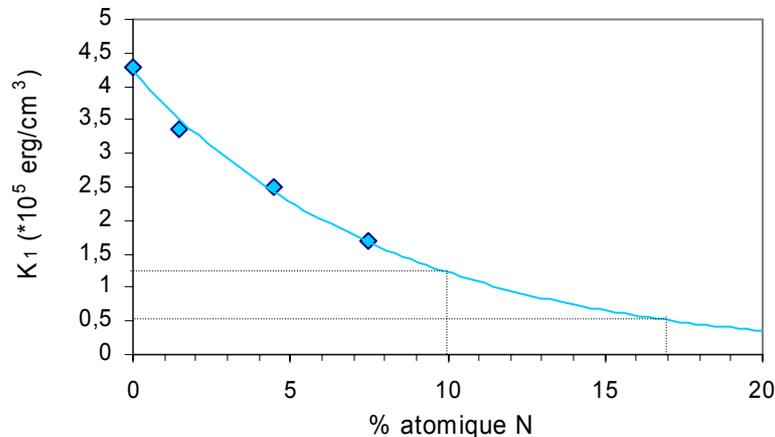


Figure II-28 : Extrapolation de la constante d'anisotropie magnétocristalline  $K_1$  en fonction de la teneur en N pour le FeHfN ou le FeTaN.

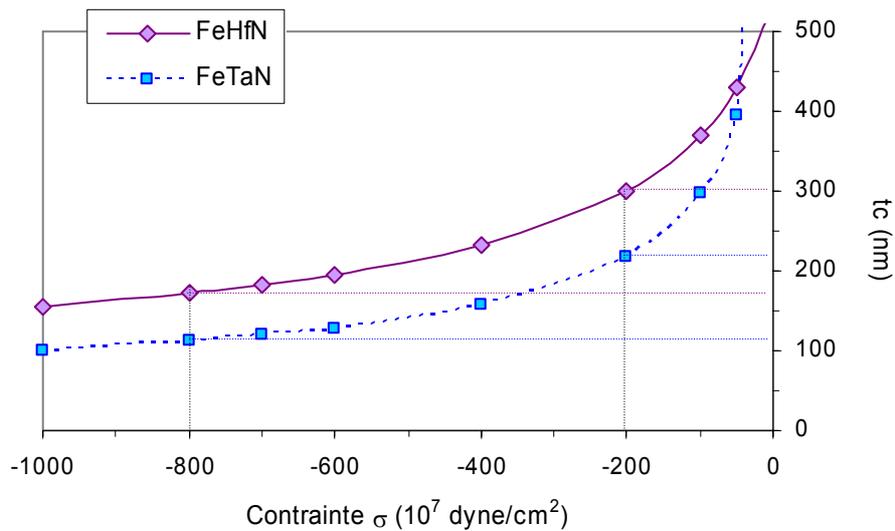


Figure II-29 : Estimation de la valeur de l'épaisseur critique  $t_c$  en fonction de la contrainte  $\sigma$  pour les films de  $(\text{FeTa})_{83}\text{N}_{17}$  et  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$ .

En supposant que la contrainte qui s'exerce au niveau de la maille cristalline corresponde à celle subit par le film (typiquement  $-200$  à  $-800$   $10^7$  dyne/cm $^2$ ), on constate que les épaisseurs critiques théoriques sont bien réalistes avec des valeurs moyennes de l'ordre de 250 nm pour le FeHfN et de 175 nm pour le FeTaN (figure II-29). Ce résultat montre que c'est la contribution magnétostrictive qui est principalement en jeu et qui conduit à une limite fortement pénalisante en terme d'épaisseur exploitable. Cet effet est principalement associé à l'évolution marquée de  $\lambda_{111}$  avec l'incorporation d'azote vers des valeurs positives qui s'ajoutent alors à celles de  $\lambda_{100}$  (déjà positives). En ce sens, le FeTaN est plus défavorable étant donné que sa limite de solubilité en azote est supérieure à celle du FeHfN.

### 3.1.5 Spectres dynamique du $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$ en fonction de l'épaisseur

Les spectres de perméabilité dynamique ont été mesurés en fonction de l'épaisseur pour les films de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  de composition optimisée (figures II-30 et II-31). Comme on l'a constaté précédemment, une couche de 100 nm présente un caractère gyromagnétique faiblement amorti conforme au modèle LLG. Quand on augmente graduellement l'épaisseur jusqu'à 200 nm, ce comportement faiblement amorti se maintient avec une diminution progressive de la FMR qui semble être associée à une légère diminution du champ d'anisotropie ( $H_k$ ). Ce caractère général est conservé avec néanmoins une légère augmentation du coefficient d'amortissement.

On peut toutefois remarquer qu'à partir de 160 nm, une résonance parasite commence à apparaître à plus haute fréquence que la FMR avec une amplitude qui augmente significativement pour les épaisseurs plus élevées. Vers 250 nm, cette résonance parasite devient dominante devant la première et l'écrante (voir pic de pertes  $\mu''$ ). Des mesures de perméabilité de ce film (de 250 nm d'épaisseur) sous champ magnétique constant (bias DC) appliqué parallèlement à l'axe facile et d'intensité croissante ont montré une disparition progressive du premier pic et un décalage du second pic de résonance vers des fréquences plus élevées. Le premier pic semble donc relever des fluctuations locales d'aimantation qui

ont tendance à s'estomper en s'approchant de la saturation sur l'axe facile avec l'augmentation de l'amplitude du champ DC. La décalage en fréquence sous l'action du champ DC n'est observé que sur le deuxième pic, ce qui prouve qu'il est associé à la FMR.

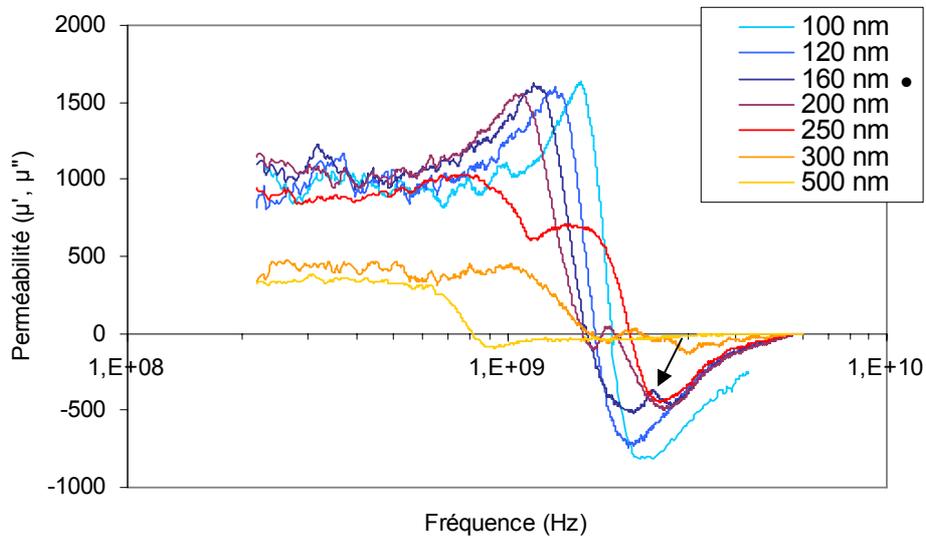


Figure II-30 : Dépendance en fréquence de la partie réelle de la perméabilité  $\mu'$  en fonction de l'épaisseur de films de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  avec une composition optimale.

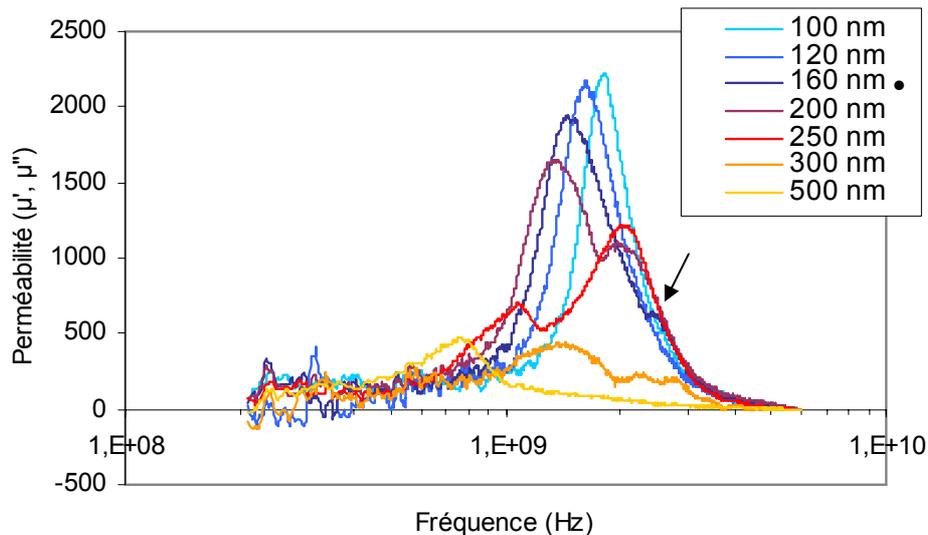


Figure II-31 : Dépendance en fréquence de la partie imaginaire de la perméabilité  $\mu''$  (pertes) en fonction de l'épaisseur de films de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  avec une composition optimale.

De tels effets ont été peu regardés dans la littérature. Seul Kim et al. [49] se sont intéressés aux variations de composition, de microstructure et de propriétés magnétiques de films minces de FeHfN en fonction de l'épaisseur. La seule différence avec notre étude repose sur la composition du matériau très riche en Hf ( $\sim 8-9\%$  at.) ce qui rend la structure complètement amorphe pour un film de 100 nm d'épaisseur brut de dépôt. Ils ont observé un caractère fortement hétérogène de la microstructure du film en augmentant l'épaisseur. Une autre caractéristique intéressante réside sur l'apparition d'une double fréquence de résonance entre 120 nm et 320 nm d'épaisseur. Ils ont corrélé cet effet au caractère fortement hétérogène de la couche constituée de deux phases de microstructures différentes avec des fréquences de résonance différentes. Ceci nous amène à penser qu'il peut exister une phase de composition

et de structure différente à forte épaisseur présentant des caractéristiques magnétiques particulières. Cette hypothèse sera confirmée lors de l'analyse TEM d'une couche de 300 nm d'épaisseur (voir paragraphe 5.3). Une autre interprétation à cette double fréquence de résonance est attribué à des « weak stripe domains » dans [50].

Au-delà de 250 nm, le comportement dynamique s'écarte nettement du modèle LLG au sens d'une perméabilité à basse fréquence et d'une fréquence de résonance dégradée. Par exemple, le film de 500 nm ne présente plus que 50 % de perméabilité d'origine purement rotationnelle. On retrouve ici le comportement dynamique souvent observé dans la littérature où le matériau est le siège d'importantes fluctuations locales d'aimantation. La réduction du  $\mu_{DC}$  s'explique alors par la contribution du champ de « ripple », ici de l'ordre de  $\sim 35$  Oe. De plus, ces fluctuations semblent suffisamment importantes pour écranter ici totalement les autres effets à plus hautes fréquences y compris l'effet de peau comme illustré sur la figure II-32. Nous pouvons noter également que du point de vue dynamique, il n'y a pas de signature typique de « stripe domains » jusqu'à 500 nm. L'estimation de l'épaisseur critique est donc du point de vue statique plus pessimiste qu'en dynamique. Il est difficile d'aller au delà de cette interprétation dans la mesure où le cas théorique du comportement dynamique avec de fortes fluctuations locales d'aimantation et contribution partielle d'une anisotropie perpendiculaire n'a jamais été traité à notre connaissance. Seul le cas extrême d'une anisotropie perpendiculaire dominante, c'est-à-dire le cas avec « stripe domains », a été résolu numériquement [51]. Soulignons aussi que ces comportements anormaux associés à l'augmentation de l'épaisseur des films peuvent avoir comme origine le caractère très hétérogène de ces films qui apparaît soit dans le cas d'épaisseur importante ici ou bien dans le cas de concentration en azote élevée (comme nous l'avons vu précédemment). Ces constats sont directement reliés à l'observation d'une évolution significative de la microstructure comme révélée sur les clichés TEM (voir paragraphe 5.3).

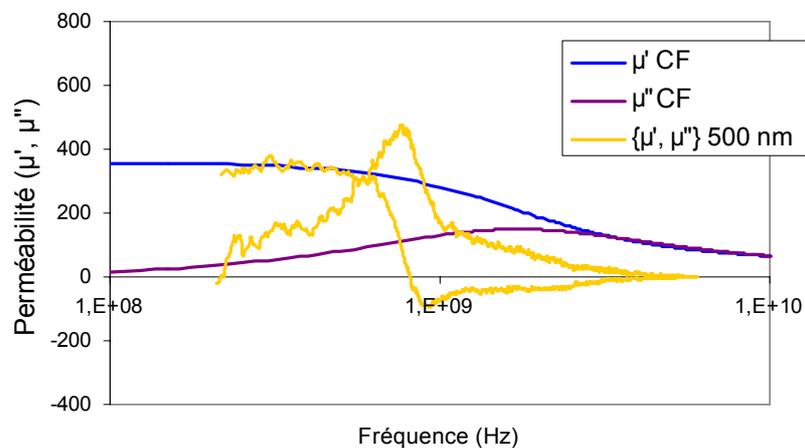


Figure II-32 : Dépendance en fréquence de la perméabilité pour un film de  $(FeHf)_{90}N_{10}$  d'épaisseur 500 nm et comparaison avec le modèle des courants de Foucault correspondant (CF).

En somme, l'épaisseur optimale pour les films FeHfN ou FeTaN est limitée à environ 200 nm du point de vue des performances RF. Ceci est pénalisant du point de vue de l'application et va nous obliger à utiliser ces films sous forme de "laminations" comme nous le verrons au chapitre 4. Par contre, dans ces conditions, ces films sont parmi les meilleurs candidats pour l'application visée.

## 3.2 Effet de l'angle d'inclinaison du dépôt

Jusqu'à présent le choix des alliages et de la technique de dépôt ont montré des résultats satisfaisants du point de vue des applications RF, avec une forte aimantation et un comportement gyromagnétique très faiblement amorti. Nous cherchons à explorer maintenant une voie d'amélioration originale du matériau avec un dépôt sous incidence différente de la normale. Le candidat reste le film FeHfN de composition optimale et limité à l'épaisseur de 100 nm. L'objectif est l'augmentation du champ d'anisotropie induite pour élargir le spectre d'utilisation intrinsèque du film à plus haute fréquence ( $\geq 3$  GHz). Cette étude est motivée par l'idée d'utiliser des systèmes très confinés comme une structure sandwich pour les spirales par exemple avec des plans magnétiques dessus et dessous. La conséquence directe d'une fermeture du flux magnétique est une réduction de la valeur du champ démagnétisant  $H_d$ , que l'on doit compenser par une augmentation de  $H_k$  si l'on souhaite conserver les mêmes effets à haute fréquence.

### 3.2.1 Concept

Nous avons donc cherché à exploiter ici une autre contribution à l'anisotropie induite, elle aussi d'origine intrinsèque, mais plutôt perçue comme un désavantage dans l'état de l'art du Data Storage. En effet, les têtes de lecture sont généralement constituées de portions de circuits magnétiques inclinés par rapport au substrat horizontal qui servent à refermer le circuit principal constitué de deux pièces polaires horizontales (figure II-33). Or, il a été fréquemment observé que la croissance inclinée des grains dans ces portions de fermeture génère une anisotropie induite parasite pénalisant très fortement la perméabilité, et donc le rendement de la tête, dans ces parties non planes. De part la conception des têtes, les effets liés à l'anisotropie induite due à la croissance inclinée du film et ceux propres à l'anisotropie induite générée par l'application du champ magnétique pendant le dépôt sont antagonistes (figure II-33). L'interprétation de ces effets cumulés est restée assez partielle à cause du caractère opposé des contributions [52]. A l'inverse, ici, nous nous sommes intéressés à la possibilité de superposer ces effets de façon additive, au lieu de les opposer, afin de permettre de renforcer l'anisotropie totale résultante. Il faut juste bien choisir la direction d'inclinaison par rapport à celle du champ magnétique appliqué de manière à bénéficier d'un effet additif comme illustré sur la figure II-34.

La validation du concept n'est cependant pas naturelle en PVD car il est impossible d'incliner le porte-substrat supportant un wafer entier sans tomber dans des problèmes de dépôt très peu uniformes. Ceci est lié aux différences de vitesse de dépôt engendrées par les différences de distances anode - cathode sur l'intégralité du substrat. Nous avons donc fait cette investigation avec un porte-substrat spécifique possédant des fentes permettant de loger des échantillons de petites tailles ( $4 \times 4$  mm<sup>2</sup>) faisant un angle d'inclinaison par rapport à la cible de  $10^\circ$  à  $80^\circ$ . Cette méthode de dépôt n'est donc pas industrialisable telle quelle. Elle vise juste à démontrer l'idée. Par contre, une réalisation à grande échelle peut être envisagée avec la technique de dépôt par IBS (Ion Beam Sputtering) qui offre des degrés de liberté supplémentaires par rapport à la PVD dont le réglage indépendant de l'angle entre la direction du flux de matière et la normale au substrat, le tout étant compatible avec des wafers de grande dimension (jusqu'à 300 mm). Ceci a fait l'objet d'un dépôt de brevet (03-GR3-490; B03/4517FR).

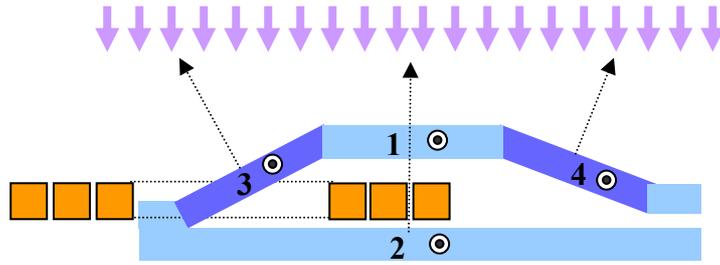


Figure II-33 : Principe d'une tête d'enregistrement conventionnelle. A noter que la direction projetée dans le plan de la normale au film dans les portions 3 et 4 est orthogonale à celle du champ magnétique appliqué. ⊙

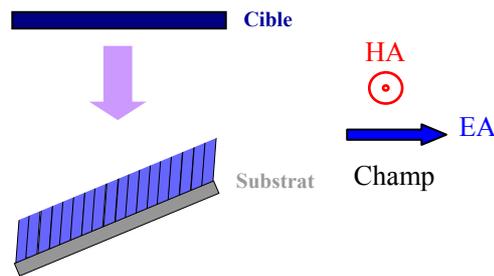


Figure II-34 : Schéma illustrant le principe de renforcement de l'anisotropie induite par le champ appliqué grâce à l'effet d'inclinaison du porte-substrat.

### 3.2.2 Propriétés magnétiques en fonction de l'inclinaison

Les dépôts sont réalisés selon les conditions expérimentales optimales précédentes avec un angle d'incidence compris entre  $0^\circ$  et  $80^\circ$  selon le schéma de la figure II-34. Les épaisseurs restent inférieures à l'épaisseur critique. Les résultats concernant le champ d'anisotropie global ( $H_k$ ) sont présentés sur la figure II-35.

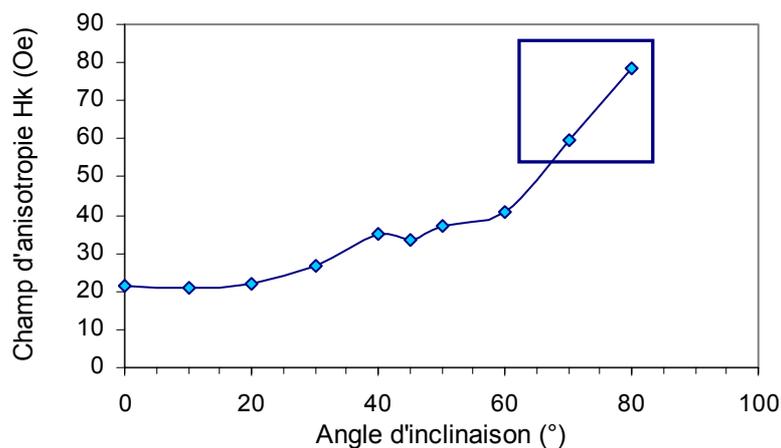


Figure II-35 : Champ d'anisotropie en fonction de l'angle d'inclinaison du porte-substrat.

On constate d'abord une croissance modérée du champ d'anisotropie  $H_k$  jusqu'à  $45^\circ$  d'inclinaison puis une augmentation beaucoup plus marquée vers des conditions s'approchant de plus en plus de dépôt en incidence rasante ( $80^\circ$ ). Même dans ces conditions extrêmes,

l'anisotropie induite reste très bien définie, parallèle à la direction du champ appliqué. D'excellentes propriétés magnétiques douces sont conservées.  $H_k$  est alors de l'ordre de 78 Oe pour  $80^\circ$  d'inclinaison. La fréquence de FMR intrinsèque théorique correspondante devrait donc atteindre 3.5 GHz (contre 1.85 GHz en incidence normale).

### 3.2.3 Spectres en fréquence pour les différentes inclinaisons

Les spectres de perméabilité correspondants ont été mesurés (figures II-36 et II-37). Le premier constat est que, quelque soit le degré d'inclinaison, les films présentent un comportement gyromagnétique très faiblement amorti et sans fluctuations locales d'aimantation y compris pour les plus forts angles. Comme attendu, le pic de résonance gyromagnétique se décale vers les hautes fréquences (jusqu'à 3,2 GHz) et la perméabilité  $\mu'$  chute de 900 à 250 conformément à l'augmentation du champ d'anisotropie. Du point de vue de l'amortissement (figure I-38), on ne note pas d'augmentation significative même pour les conditions les plus extrêmes.

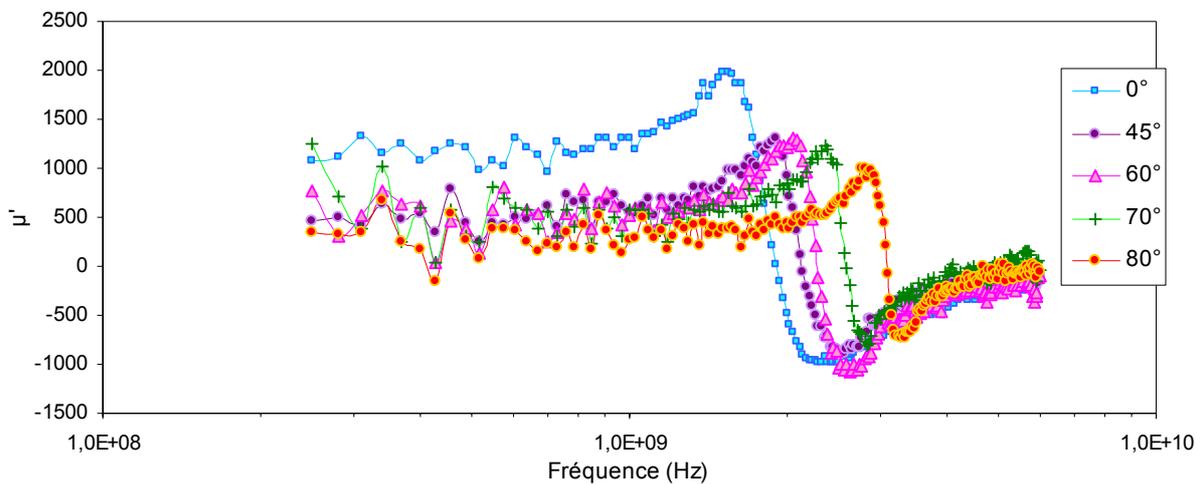


Figure II-36 : Evolution de la partie réelle de la perméabilité  $\mu'$  en fonction de la fréquence et de l'angle d'inclinaison du dépôt (de  $0^\circ$  à  $80^\circ$ ) pour des couches minces de  $(FeHf)_{90}N_{10}$ .

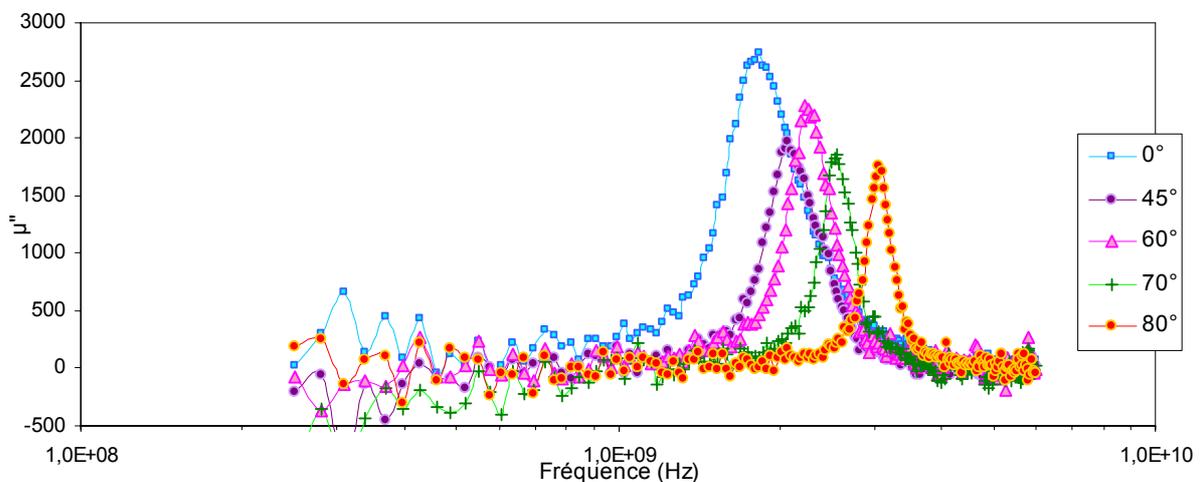


Figure II-37 : Evolution de la partie imaginaire de la perméabilité  $\mu''$  (pertes) en fonction de la fréquence et de l'angle d'inclinaison du dépôt (de  $0^\circ$  à  $80^\circ$ ) pour des couches minces de  $(FeHf)_{90}N_{10}$ .

A ce stade, l'origine de l'anisotropie induite par le dépôt sous angle d'incidence n'est pas clairement établie (croissance inclinée des grains, texture fibreuse, différences de densité, de composition, ... ?). Nous la compléterons par la suite avec des analyses microstructurales et l'étude en fonction de la température. Pour le moment, nous pouvons simplement émettre quelques hypothèses issues de la littérature. En effet, il semblerait que le dépôt avec un angle d'incidence différent de la normale produise des imperfections microstructurales variées touchant à la croissance des films, avec un effet d'ombrage par exemple, lesquelles sont interprétées en terme d'anisotropie de forme (des grains) ou de surface aussi bien en terme d'effets magnétostrictifs. Le caractère anisotrope dans la répartition de ces imperfections a été mis en évidence par une différence des valeurs de résistance mesurées parallèlement et perpendiculairement à la direction définie par l'inclinaison du dépôt [53].

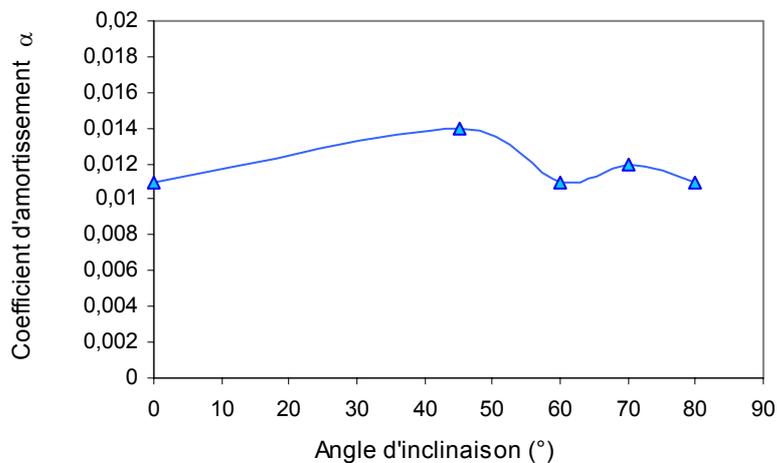


Figure II-38 : Coefficient d'amortissement  $\alpha$  pour des films de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  déposés avec différents angles d'inclinaison.

Cette voie exploratoire s'avère donc très prometteuse. Elle permet, en effet, tout en conservant des propriétés magnétiques extrêmement douces, de concilier une forte aimantation ( $\sim 19$  kG) avec une anisotropie élevée ( $H_k \sim 80$  Oe) ce qui permet d'étendre la plage de fréquence de FMR intrinsèque à plus de 3 GHz en conservant un comportement faiblement amorti.

## **4 Etude de la stabilité thermique des films FeHfN**

Les performances des dispositifs qui nous intéressent doivent présenter un faible degré de sensibilité aux conditions environnementales, associées aussi bien à la fabrication, au fonctionnement ou au stockage et qui dépendent principalement de la température. On distingue deux types de dégradations : celles irréversibles, qui endommagent structurellement le dispositif, et celles réversibles, qui affectent les performances en cours d'utilisation. Dans le cas des dispositifs intégrant des matériaux magnétiques, il existe un certain nombre de facteurs extérieurs (champ magnétique, contraintes ...) qui associés à la température influent directement sur les propriétés magnétiques. Ceci nous a donc amenés à étudier en détail le comportement des films de FeHfN pour différentes teneurs en azote face à des variations de température.

La première partie concerne la réversibilité ou l'irréversibilité des modifications en fonction de la température de mesure. En effet, l'élargissement des gammes de fréquences d'utilisation et donc de la température de fonctionnement des dispositifs nécessite la connaissance des effets thermiques sur les caractéristiques des matériaux mis en jeu. C'est pourquoi nous nous sommes intéressés principalement à la dépendance des propriétés magnétiques dynamiques en fonction de la température de mesure. Ensuite, la seconde partie est motivée par les aspects de compatibilité avec les étapes de fabrication et de fiabilité. Cette étude de la stabilité thermique fait appel à des recuits thermomagnétiques.

### **4.1 Effet de la température de mesure**

Pour être le plus représentatif du comportement réel en fonctionnement, nous nous sommes focalisés sur les mesures en température des spectres de perméabilité. Ceci a été rendu possible grâce à un banc de caractérisations unique mis au point au CEA Le Ripault [18]. Les mesures des spectres de perméabilité des films magnétiques de 20°C à 300°C ont été réalisées sur une gamme de fréquences de 200 MHz à 6 GHz.

#### ***4.1.1 Film (FeHf)<sub>90</sub>N<sub>10</sub> optimisé***

A titre d'illustration, les spectres expérimentaux de perméabilité du film (FeHf)<sub>90</sub>N<sub>10</sub> de composition optimisée en fonction de la température de mesure sont montrés sur les figures II-39 et II-40. Lorsque la température de mesure augmente dans la limite de 250°C, les effets sont ici totalement réversibles. La fréquence de résonance ferromagnétique décroît vers les basses fréquences et par corrélation la perméabilité  $\mu_{DC}$  augmente. On peut noter qu'il n'y a pas de variation notable de  $\alpha$ . A partir de 300°C, on ne mesure plus de perméabilité significative. De plus, la mesure de la perméabilité à température ambiante, après la mesure à 300°C, montre que la dégradation des propriétés magnétiques est irréversible. La description des spectres par le modèle LLG est parfaite tant que le comportement est réversible.

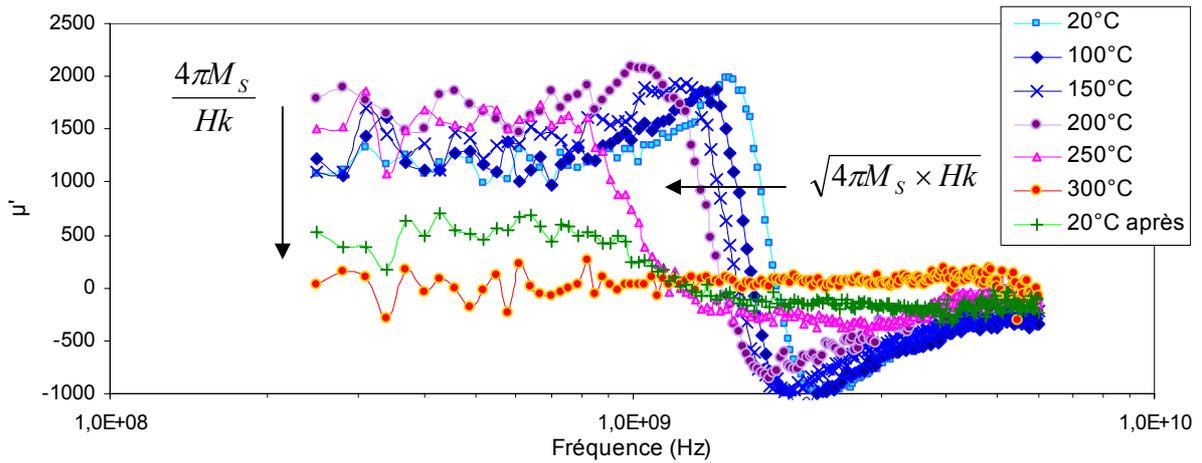


Figure II-39 : Evolution du spectre dynamique de la perméabilité ( $\mu'$ ) en fonction de la température de mesure (20°C à 300°C) pour des couches minces de  $(FeHf)_{90}N_{10}$  d'épaisseur 100 nm.

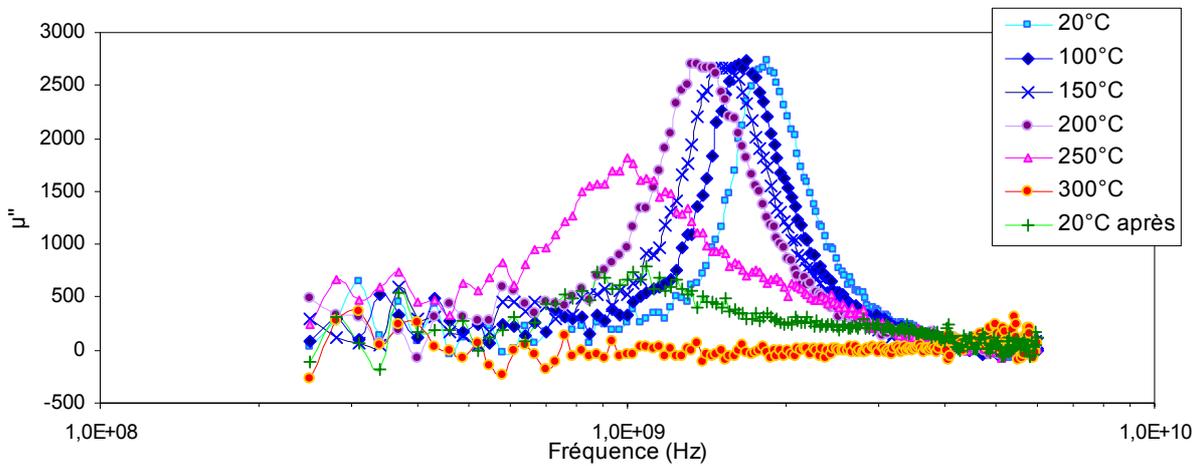


Figure II-40 : Evolution du spectre dynamique des pertes magnétiques ( $\mu''$ ) en fonction de la fréquence et de la température de mesure (20°C à 300°C) pour des couches minces de  $(FeHf)_{90}N_{10}$  d'épaisseur 100 nm.

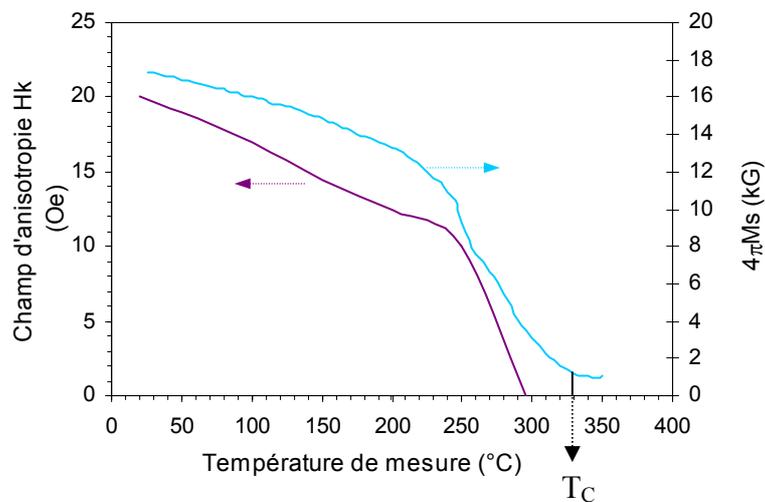


Figure II-41 : Evolution de l'aimantation à saturation ( $4\pi M_s$ ) et du champ d'anisotropie ( $H_k$ ) en fonction de la température de mesure (20°C à 350°C) pour des couches minces de  $(FeHf)_{90}N_{10}$  d'épaisseur 100 nm.

Les effets réversibles observés jusqu'à 250°C en mesure dynamique sont principalement attribuables à la diminution de l'aimantation à saturation en lien avec une température de Curie, estimée à 330°C par mesure VSM (voir figure II-41). Cela laisse cependant supposer que le champ d'anisotropie reste constant dans ces conditions. Or, la mesure directe de  $H_k$  au VSM en fonction de la température (voir figure II-41) indique clairement une diminution significative dès 100°C dont les conséquences devraient être irréversibles à l'inverse de ce que l'on vient d'observer. Cela tend à montrer que la sensibilité du champ d'anisotropie à la température de mesure dépend également de l'amplitude du champ de mesure (et probablement aussi de la durée) qui reste a priori suffisamment faible en mesure dynamique pour ne pas entraîner de modifications structurales importantes liées à la diffusion de l'azote. Les effets irréversibles à plus de 250°C sont quant à eux plus directement reliés à la perte graduelle du caractère anisotrope par détérioration de l'ordre chimique à courte distance propre à l'azote.

#### 4.1.2 Films de FeHfN avec différentes teneurs en azote

Les mêmes caractérisations ont été menées systématiquement sur les échantillons pour différentes teneurs en azote. Afin de ne pas alourdir la lecture de cette partie, les spectres expérimentaux sont donnés en annexe 5. Les résultats expérimentaux sont résumés en fonction de la dépendance en température de la perméabilité  $\mu_{DC}$  (à 250 MHz), de la FMR comme illustrés sur la figure II-42 (a) et (b) respectivement. De plus, par extraction à partir du modèle LLG théorique appliqué aux différents spectres, nous en avons déduit les variations de l'aimantation à saturation  $4\pi M_s$ , du champ d'anisotropie  $H_k$  et du coefficient d'amortissement  $\alpha$  (figures II-43 et II-44).

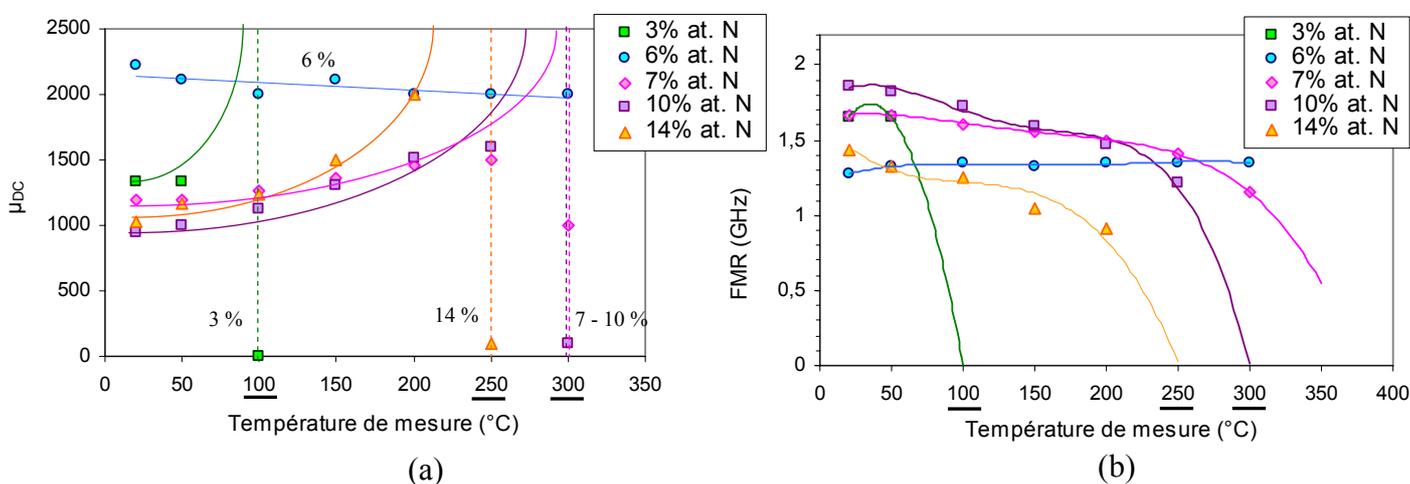


Figure II-42 : Perméabilité quasi statique  $\mu_{DC}$  (a) et fréquence de FMR (b) extraits du modèle LLG pour les alliages de FeHfN en fonction de la température de mesure.

La tendance à une perte du caractère anisotrope des films se confirme pour une température critique qui se traduit par la brusque divergence de  $\mu_{DC}$ . Cependant, la valeur de cette température critique est différente selon la teneur en azote du film. La tendance est à la diminution pour la FMR. Comme on peut le voir sur les figures II-43 (a) et (b), ces effets résultent d'une variation significative du champ d'anisotropie  $H_k$  avec la température alors que l'aimantation à saturation varie peu dans la limite de la température critique comprise entre 300°C et 350°C.

Pour les films à très faible teneur en azote ( $\sim 3$  % at.), dès  $100^\circ\text{C}$ , on constate une disparition du comportement dynamique ( $\mu' \sim 1$ ), mais avec un caractère réversible. A l'inverse, pour les films contenant  $\sim 6$  % at., les propriétés dynamiques sont très peu sensibles à la température et ce jusqu'à  $300^\circ\text{C}$ . Pour les teneurs plus élevées de 7% à 14% at., la dépendance avec la température redevient plus marquée avec une augmentation de la perméabilité corrélée à une diminution de la fréquence de résonance jusqu'à  $250^\circ\text{C}$ . Cette tendance semble d'autant plus forte que la teneur en azote est grande et conserve un caractère réversible. Au-delà ( $\geq 300^\circ\text{C}$ ), le matériau ne présente plus de comportement dynamique et subi des dégradations irréversibles.

Ces constats se corrént avec les variations de  $4\pi M_s$  et de  $H_k$  illustrées sur les figures II-43. On confirme que la contribution réversible est principalement attribuée à la température de Curie et que la contribution irréversible est associée à une diminution du champ d'anisotropie qui suggère une diffusion significative de N. Il est intéressant de constater que le film contenant 6 % at. d'azote présente un comportement extraordinaire par opposition aux autres films avec une stabilité parfaite en température. Cette remarque le désignerait comme le meilleur candidat face au critère de la tenue à la température, ce qui aurait pu nous amener à reconsidérer le choix du film optimal préalablement établi (N = 10 % at.) mais qui n'a pas été possible en raison de la chronologie réelle de l'étude.

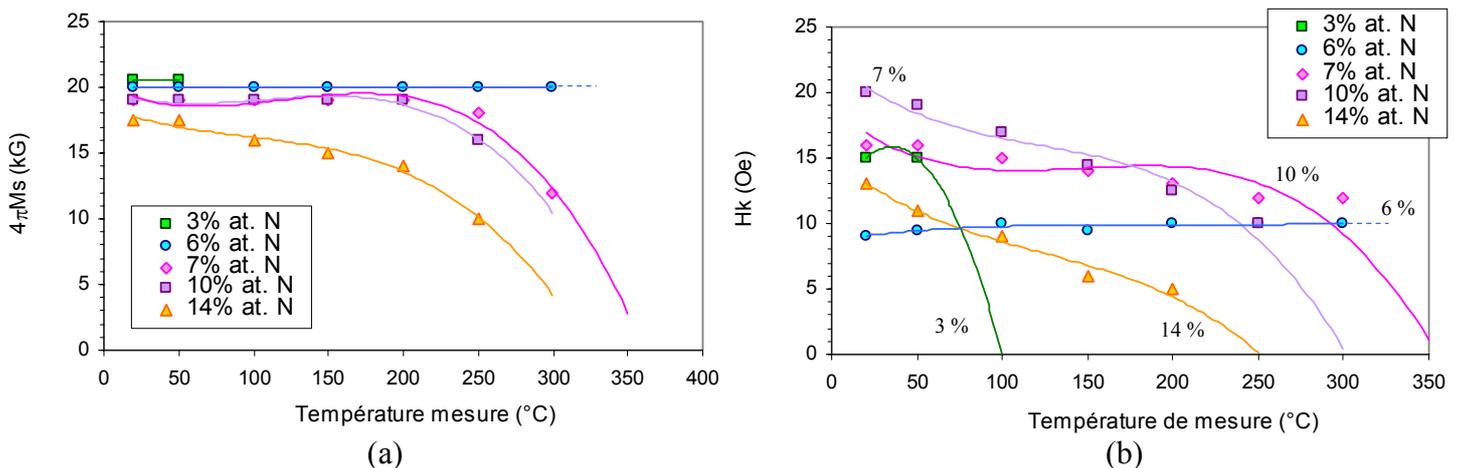


Figure II-43 : Aimantation à saturation  $4\pi M_s$  (a) et champ d'anisotropie  $H_k$  (b) extraits du modèle LLG pour différents alliages de FeHfN en fonction de la température de mesure.

La dépendance en température du facteur d'amortissement est également révélatrice (figure II-44). Elle montre que  $\alpha$  est relativement stable jusqu'à  $200^\circ\text{C} - 250^\circ\text{C}$  puis augmente. On peut attribuer cette augmentation à la modification structurale en lien avec la diminution du champ d'anisotropie. L'augmentation de  $\alpha$  se produit à des températures d'autant plus basses que le film contient beaucoup de N, ce qui semble directement relié à la chute également plus importante de  $H_k$ . Il se pourrait que la diffusion des atomes d'azote contribue à affecter non seulement l'amplitude de l'anisotropie mais aussi la qualité de sa répartition angulaire, contribuant à une dispersion spatiale plus grande et à des fluctuations d'aimantation plus importantes. Ces phénomènes sont en général associés à des caractères plus amortis comme il a été également observé en [45]. Notons enfin, qu'en augmentant la température, d'autres phénomènes peuvent être mis en jeu et affecter directement ou indirectement  $\alpha$  : plus grande mobilité des électrons, diffusion d'autres espèces, début de recristallisation et autres modifications structurales ... [54].

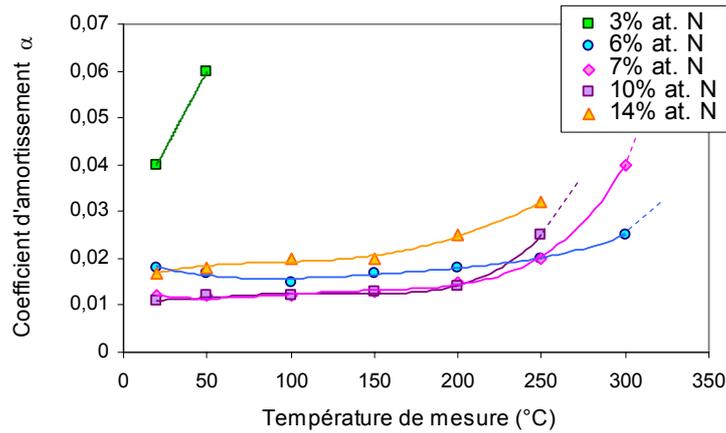


Figure II-44 : Coefficient d'amortissement ( $\alpha$ ) extrait du modèle LLG pour différents alliages de FeHfN en fonction de la température de mesure.

### 4.1.3 Comparaison $(\text{FeTa})_{83}\text{N}_{17}$ et $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$ optimisés

Comme on l'a vu, le FeTaN optimisé présente l'avantage d'un plus fort Hk et donc d'une fréquence de FMR plus élevée que le FeHfN due à une incorporation d'azote plus élevée (17 % at. contre 10 % at.). Par contre, il perd ce bénéfice rapidement avec la température au profit du FeHfN dès 200°C. Dans ces conditions, les températures critiques pour lesquelles  $\mu_{\text{DC}}$  diverge et la FMR disparaît est de  $\sim 250^\circ\text{C}$  pour le FeTaN contre  $\sim 300^\circ\text{C}$  pour le FeHfN (figure II-45). Le FeTaN contenant plus d'azote, diffusant facilement, va être plus affecté par les variations de température. Ceci est confirmé sur la FMR du FeTaN dont la fréquence chute plus rapidement avec la température en lien avec la perte d'anisotropie. Entre 50°C et 200°C, Hk chute, en effet, de 35 à 0 Oe quasi-linéairement avec la température (figure II-46). Le coefficient d'amortissement est lui aussi plus sensible à la température que pour le FeHfN (figure II-47). Rappelons enfin que le FeTaN possède une microstructure quasi-amorphe peu stable et subit un début de recristallisation dès 250°C. Les spectres de perméabilité en fonction de la température de mesure sont disponibles en annexe 5.1.

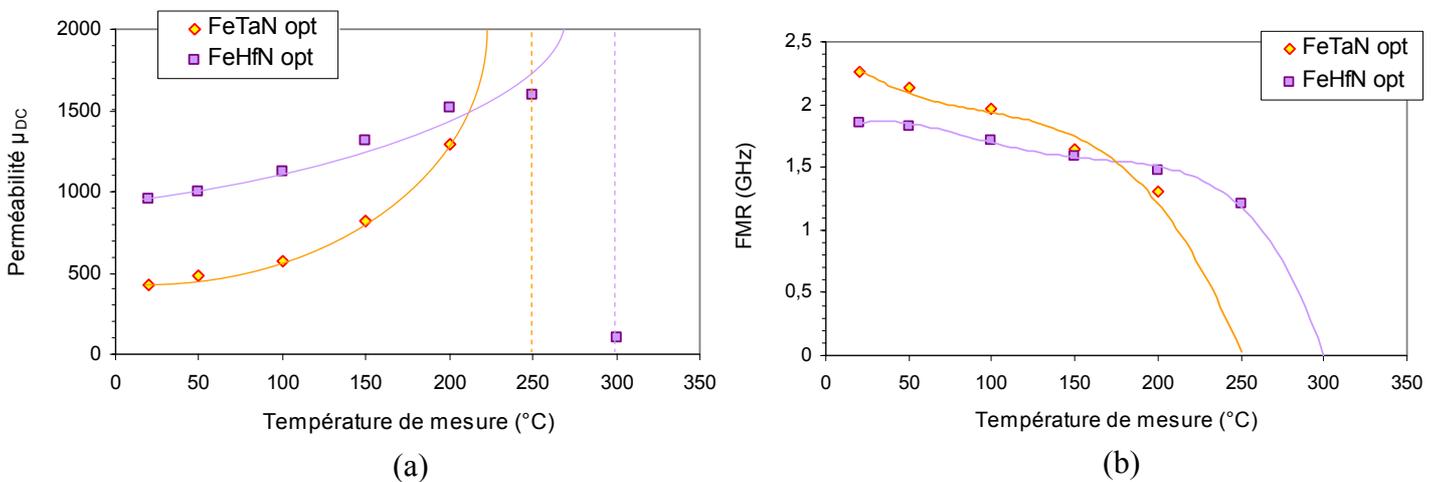


Figure II-45 :  $\mu_{\text{DC}}$  (a) et FMR (b) extraits du modèle LLG pour les films optimisés de  $(\text{FeTa})_{83}\text{N}_{17}$  et  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  en fonction de la température de mesure.

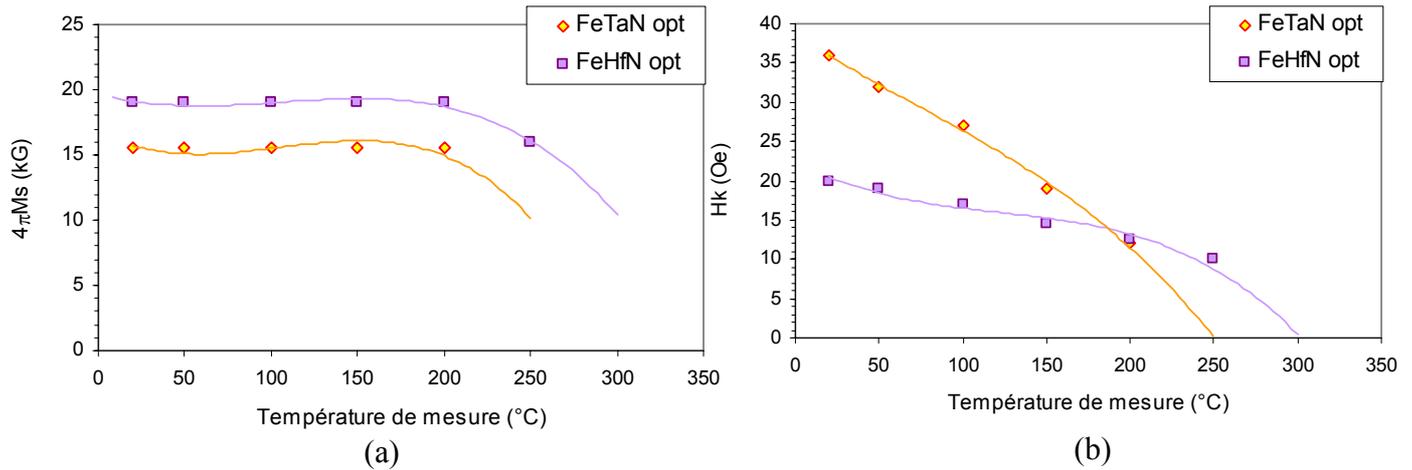


Figure II-46 : Aimantation à saturation  $4\pi M_s$  (a) et champ d'anisotropie  $H_k$  (b) extraits du modèle LLG pour les films optimisés  $(FeTa)_{83}N_{17}$  et  $(FeHf)_{90}N_{10}$  en fonction de la température de mesure.

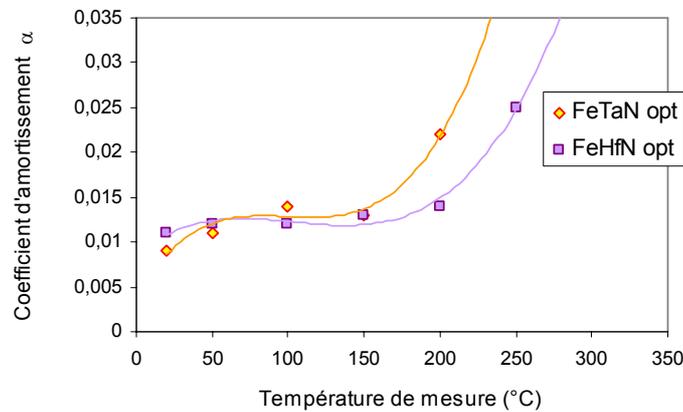


Figure II-47 : Coefficient d'amortissement ( $\alpha$ ) extrait du modèle LLG pour les films optimisés  $(FeTa)_{83}N_{17}$  et  $(FeHf)_{90}N_{10}$  en fonction de la température de mesure.

#### 4.1.4 Cas particulier du $(FeHf)_{90}N_{10}$ déposé avec $80^\circ$ d'inclinaison

A température ambiante, ce matériau présente l'avantage d'une anisotropie renforcée, conséquence du dépôt sous incidence oblique, tout en conservant ses autres avantages. L'origine de cet effet n'étant pas établie, il est intéressant d'en étudier le comportement en fonction de la température. Les résultats présentés sur les figures II-48, 49 et 50 montrent que ce film est en fait beaucoup plus sujet à l'influence de la température que le film déposé en incidence normale. En particulier,  $H_k$  décroît linéairement avec la température dès 50°C. La température critique, pour laquelle le comportement dynamique disparaît, est également plus pénalisante (250°C contre 300°C). Ainsi, la relative instabilité de l'anisotropie induite par effet de l'inclinaison et les températures modérées mises en jeu laissent penser que son origine relève plus d'un caractère métastable propre à une microstructure peu dense (porosités, différences de densité, de composition ...), que d'une contribution d'origine véritablement granulaire (effet de forme des grains). L'avantage que l'on voyait en ce matériau reste véritablement significatif jusqu'à environ  $\sim 100^\circ\text{C}$ . Les spectres de

perméabilité en fonction de la température de mesure pour le film de  $(FeHf)_{90}N_{10}$  déposé à  $80^\circ$  d'inclinaison sont disponibles en annexe 6.

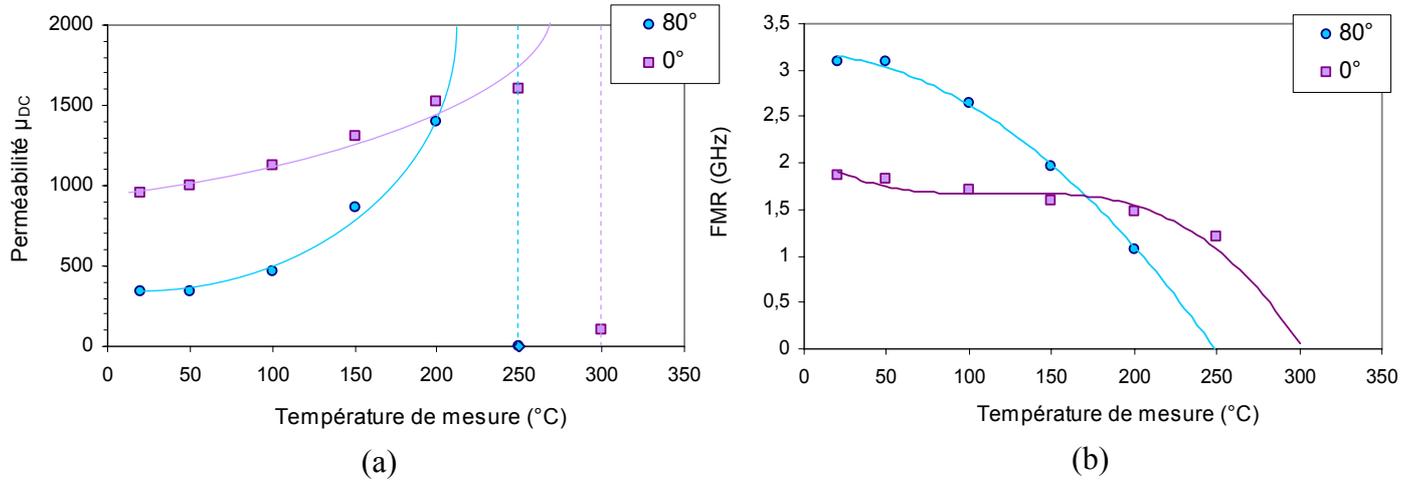


Figure II-48 :  $\mu_{DC}$  (a) et FMR (b) extraits du modèle LLG pour les films de  $(FeHf)_{90}N_{10}$  élaborés respectivement avec  $80^\circ$  et  $0^\circ$  d'angle d'inclinaison, en fonction de la température de mesure.

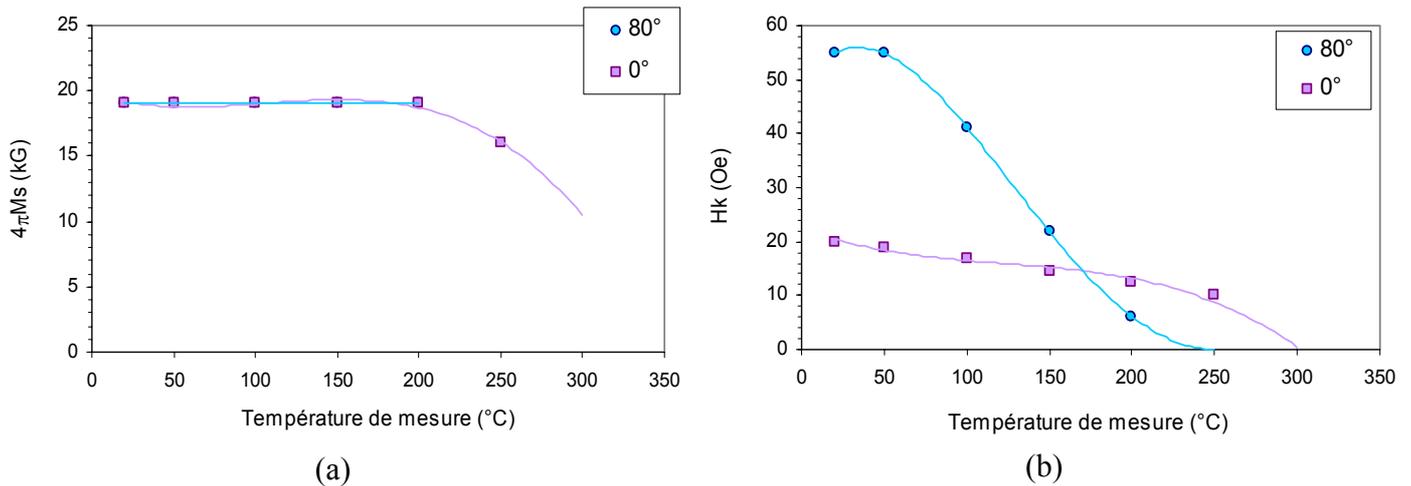


Figure II-49 :  $4\pi M_s$  (a) et  $H_k$  (b) extraits du modèle LLG pour les films de  $(FeHf)_{90}N_{10}$  élaborés respectivement avec  $80^\circ$  et  $0^\circ$  d'angle d'inclinaison, en fonction de la température de mesure.

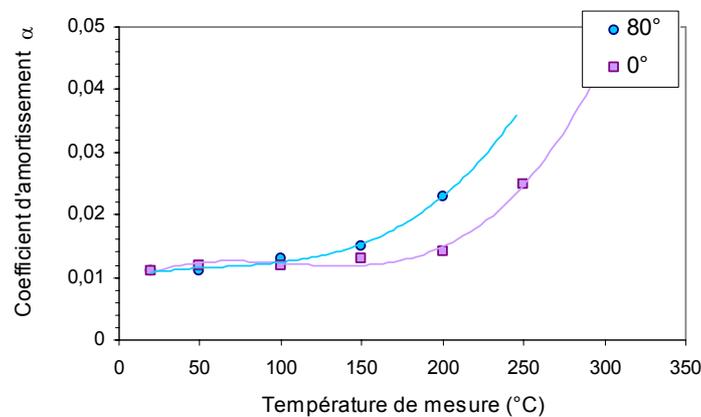


Figure II-50 : Coefficient d'amortissement ( $\alpha$ ) extraits du modèle LLG pour les films de  $(FeHf)_{90}N_{10}$  élaborés respectivement avec  $80^\circ$  et  $0^\circ$  d'angle d'inclinaison, en fonction de la température de mesure.

## 4.2 Effet de la température de recuit

En complément à la partie précédente, nous nous intéressons ici à l'influence de la température de recuit sur les propriétés magnétiques de ce matériau, ce qui nous permettra de confirmer certaines hypothèses sur les causes d'irréversibilité observées précédemment. L'étude s'est focalisée sur deux compositions représentatives :

- $(FeHf)_{90}N_{10}$  (3.8 % vol. en  $N_2$ ), d'épaisseur 100 nm : composé dit « optimisé »
- $(FeHf)_{84}N_{16}$  (7 % vol. en  $N_2$ ), d'épaisseur 100 nm : composé dit « surnitruré »

Les recuits sont effectués sous vide secondaire ( $\sim 10^{-7}$  mbar) dans un four avec un champ magnétique constant de l'ordre de 500 G appliqué pendant tout le cycle de recuit. La plage de température étudiée s'étend de 100°C à 450°C. Le cycle thermique consiste en une montée en température, d'une durée d'une heure, un palier de deux heures, puis une descente de deux heures. Un système de rotation du porte-substrat à l'intérieur du four permet de positionner le champ magnétique appliqué soit perpendiculairement soit parallèlement à l'axe de facile aimantation de l'échantillon, ce que nous noterons respectivement ( $//EA$ ) et ( $\perp EA$ ).

### 4.2.1 Film $(FeHf)_{90}N_{10}$ « optimisé »

#### a) Recuit avec champ selon l'axe facile

Commençons par l'effet de recuit sur l'aimantation à saturation du film. Comme le montre la figure II-51,  $4\pi Ms$  est relativement stable jusqu'à 250°C, puis chute brutalement à partir de 400°C. Le seul phénomène pouvant expliquer cette diminution d'abord progressive puis brutale est une oxydation de surface se transformant en oxydation massive du film.

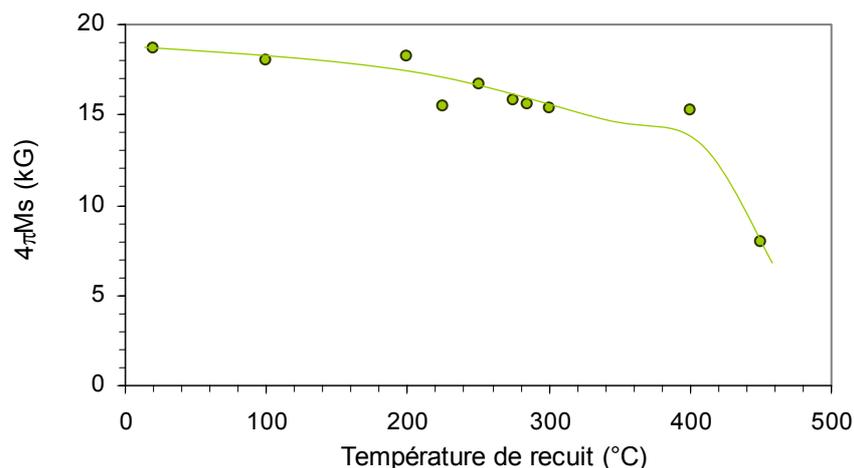


Figure II-51 : Aimantation à saturation ( $4\pi Ms$ ) pour le  $(FeHf)_{90}N_{10}$  optimisé en fonction de la température de recuit avec champ magnétique parallèle à l'axe facile ( $//EA$ ).

Continuons par le champ coercitif ( $H_c$ ) et le champ d'anisotropie ( $H_k$ ). En présence d'un champ magnétique appliqué parallèlement à l'axe naturel de facile aimantation ( $//EA$ ),

$H_c$  ne subit pas de dégradations importantes jusqu'à  $320^\circ C$ . Seule une augmentation modérée vers  $220^\circ C$  pourrait être le signe d'un début de diffusion de l'azote ou de la formation d'un oxyde superficiel. A l'inverse, au-delà de  $350^\circ C$ , le matériau perd toutes propriétés magnétiques douces. Ceci pourrait s'expliquer par un début de recristallisation du matériau avec une augmentation significative de la taille des grains, à laquelle peuvent s'ajouter une diminution excessive de la teneur en azote interstitiel et une oxydation massive du film. L'examen de l'évolution du champ d'anisotropie  $H_k$  semble privilégier la seconde hypothèse avec une disparition complète du caractère anisotrope vers  $280^\circ C$ . Ce résultat confirme le caractère irréversible observé précédemment lorsque la température de mesure dépasse  $300^\circ C$ .

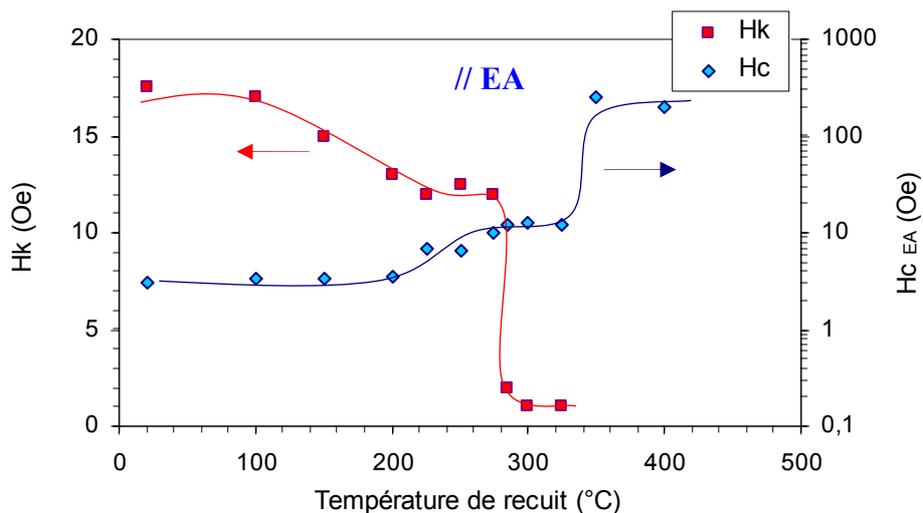


Figure II-52 : Evolution du champ coercitif  $H_c$  et du champ d'anisotropie  $H_k$  pour le  $(FeHf)_{90}N_{10}$  optimisé en fonction de la température de recuit avec champ magnétique parallèle à l'axe facile ( $//EA$ ).

### b) Recuit avec champ selon l'axe difficile (perpendiculaire à l'axe facile)

Pour comparaison, une autre série d'échantillons a été recuite sous champ magnétique appliqué perpendiculairement à l'axe facile dans les mêmes conditions que précédemment.

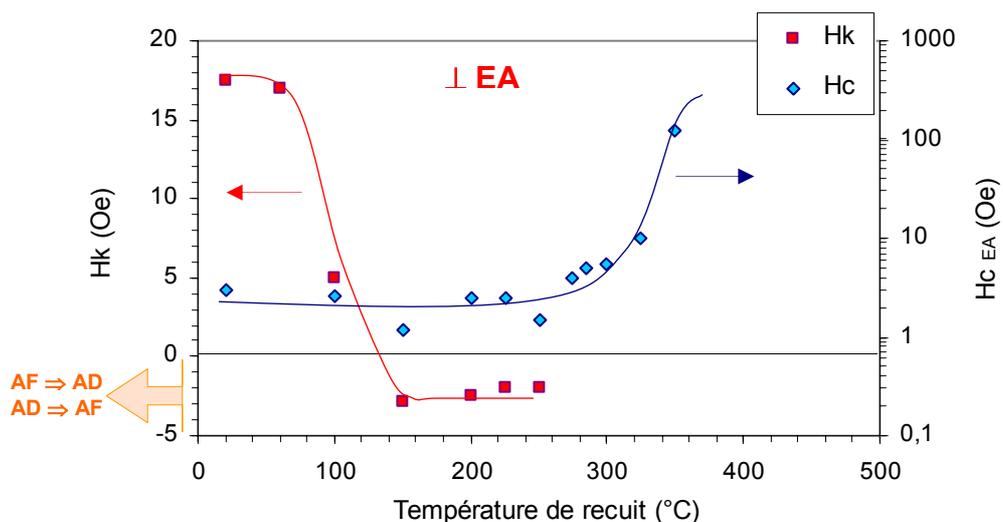


Figure II-53 : Evolution du champ coercitif  $H_c$  et du champ d'anisotropie  $H_k$  pour le  $(FeHf)_{90}N_{10}$  optimisé en fonction de la température de recuit avec champ magnétique perpendiculaire à l'axe facile ( $\perp EA$ ).

Les profils de l'aimantation et du champ coercitif restent inchangés par rapport au cas précédent, seul celui du champ d'anisotropie est fondamentalement différent (figure II-53). En effet,  $H_k$  décroît rapidement des 60°C - 80°C et passe par zéro. Il devient ensuite négatif, ce qui traduit un renversement de la nature des axes facile et difficile : l'axe d'origine difficile devient axe facile après recuit et vice versa. Dans ces conditions, le matériau conserve un comportement magnétique doux avec une anisotropie bien définie mais ayant subi une rotation de 90° et avec une valeur plus faible qu'initialement. Comme détaillé dans [7], la possibilité de faire varier l'amplitude, voire de retourner la direction de l'anisotropie dans ce matériau à des températures modérées et sous champ magnétique confirme son origine comme étant intrinsèquement associée à la mise en ordre de l'azote dans la maille du fer. Dans la gamme de températures étudiées, l'azote est très mobile contrairement aux autres espèces (Fe, Hf, ...). Les atomes d'azote ont donc tendance à diffuser facilement avec la température et à se redistribuer au sein de la maille du Fe sous l'influence de la déformation magnétostrictive de la maille. On peut trouver ici une justification quant à l'influence de l'amplitude du champ "parasite" (voir 4-1-1) sur les changements de l'anisotropie, ce qui suppose ici le passage par des états proches de la saturation du matériau.

Ce type de recuit peut offrir l'avantage d'une possibilité d'adapter la perméabilité  $\mu_{DC}$  dont l'effet recherché est le plus souvent son augmentation pour les applications inductives à basse fréquence, comme les têtes de lecture. A l'inverse, dans notre cas, il révèle un danger en terme de performances du dispositif à hautes fréquences, du fait d'un risque d'affecter la fréquence de FMR (qui contrôle  $\mu'$  et  $\mu''$ ) soit pendant la fabrication du dispositif, soit pendant son stockage, voire son utilisation. Dans ce dernier cas, on peut cependant penser que ce risque est minime car les champs générés par le fonctionnement du dispositif RF sont très faibles (< 1 Oe). On est assez proche du cas de la mesure dynamique qui a montré que les conséquences à température égale sont moindres que lors de la mesure au VSM qui conduit à la saturation du matériau. Dans l'optique d'une étude plus orientée sur la fiabilité, il pourrait être intéressant de regarder les phénomènes de diffusion à long terme (traînage magnétique) en présence d'une excitation faible dans ce type de matériaux.

Finalement, la stabilité thermique des films de FeHfN apparaît comme satisfaisante avec une limitation de l'ordre de 250°C, ce qui suppose cependant que les champs magnétiques parasites environnant soient de faible amplitude. L'intégration dans une filière de type « AIC » est donc envisageable puisque cela met rarement en jeu des procédés dont la température excède 200°C. Par contre, il n'est pas possible d'appliquer le recuit de passivation standard à 400°C pour le packaging du dispositif. Cette étape, issue des procédés propres aux semi-conducteurs, est donc à remettre en cause, ce qui est de plus en plus justifié par la co-intégration de fonctionnalités MEMS de complexités et de diversités croissantes.

#### 4.2.2 Composé « surnitruré » (FeHf)<sub>84</sub>N<sub>16</sub> (7% vol. N<sub>2</sub>)

Cette partie est consacrée au cas particulier de l'alliage sur-enrichi en azote et de microstructure quasi-amorphe. Rappelons qu'il ne possède pas de propriétés ferromagnétiques douces du fait du découplage magnétique des grains résiduels dans la matrice majoritairement amorphe et faiblement magnétique (température de Curie négative). Nous avons choisi d'étudier ce film car, de par sa structure quasi-amorphe, il se rapproche de l'état de l'art des matériaux amorphes à forte teneur en éléments d'addition (Ta, Hf, ...) très largement étudiés dans la littérature [14]. Le but de l'étude est de savoir si un recuit sous champ peut restaurer

les propriétés magnétiques douces par cristallisation partielle de la phase amorphe (habituellement vers  $400^{\circ}C$ ) comme dans l'état de l'art, ce qui pourrait offrir une alternative plus intéressante du point de vue de la tenue thermique absolue de ces films. Une première campagne de recuit sous champ magnétique appliqué parallèlement à l'axe de facile aimantation a été menée afin de définir la plage de température de cristallisation spécifique à ce composé.

Partant d'une aimantation plus faible (15 kG), du fait de la fraction volumique importante de phase paramagnétique,  $4\pi M_s$  augmente d'abord jusqu'à  $\sim 17$  kG avant de chuter brutalement vers  $250^{\circ}C$  à cause d'une oxydation probable du film (figure II-54). Le gain sur l'aimantation autour de  $100^{\circ}C - 150^{\circ}C$  semble imputable au changement de nature paramagnétique à ferromagnétique indiquant que la température correspondante à cette transition est nettement moins élevée que dans le cas de l'état de l'art où cela correspond au début de cristallisation ( $\sim 400^{\circ}C$ ). On peut penser que nous sommes ici face à une transformation de nature chimique de la phase intergranulaire qui redeviendrait magnétique à l'ambiante restaurant le caractère ferromagnétique du film plutôt qu'à une transformation de nature cristalline (germination des grains dans la phase amorphe) [12].

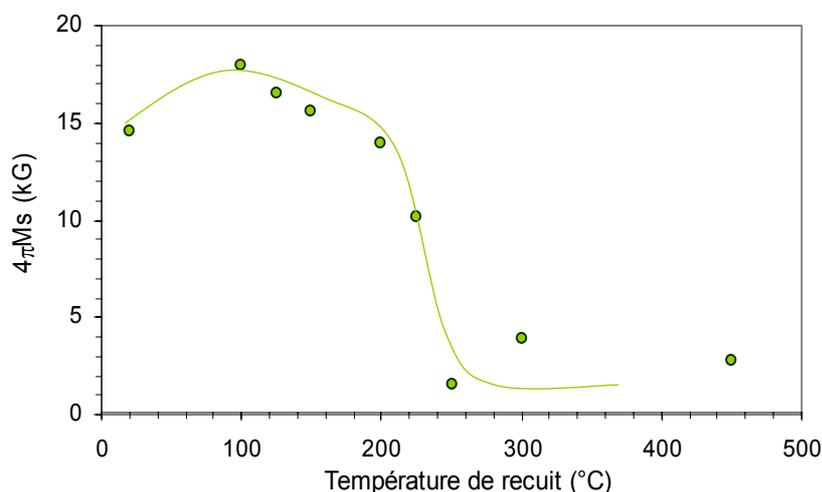


Figure II-54 : Aimantation à saturation  $4\pi M_s$  pour le  $(FeHf)_{84}N_{16}$  « surnitruré » en fonction de la température de recuit sous champ magnétique parallèle à l'axe facile ( $//EA$ )

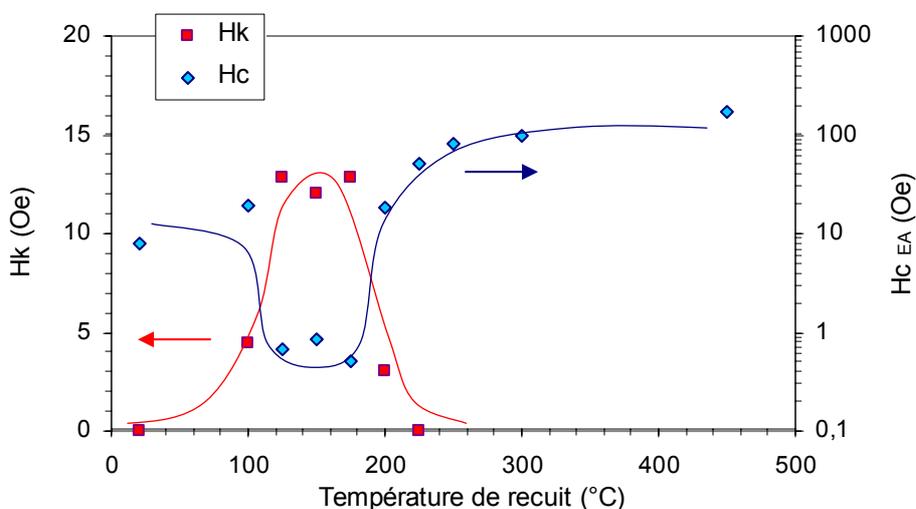


Figure II-55 : Evolution du champ coercitif  $H_c$  et du champ d'anisotropie  $H_k$  pour le  $(FeHf)_{84}N_{16}$  « surnitruré » en fonction de la température de recuit sous champ magnétique parallèle à l'axe facile ( $//EA$ ).

Cette hypothèse se confirme à l'examen de la figure II-55 qui montre une plage de température entre 120°C et 180°C dans laquelle les propriétés magnétiques douces sont restaurées avec apparition d'une anisotropie induite ( $H_k = 12$  Oe) qui n'existait pas initialement.  $H_k$  reste cependant plus faible que dans le cas du film standard ( $H_k = 20$  Oe) malgré la caractéristique sur-nitrurée de ce composé. Ce matériau après recuit préalable à 125°C devient donc un candidat potentiel. Par comparaison avec le film de référence, nous avons regardé l'impact d'un recuit en configuration parallèle et transverse.

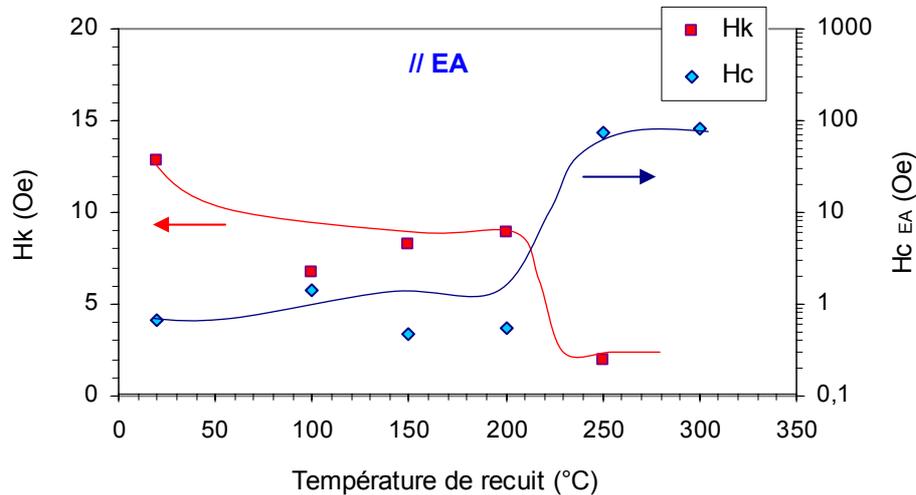


Figure II-56 : Evolution du champ coercitif  $H_c$  et du champ d'anisotropie  $H_k$  pour le  $(FeHf)_{84}N_{16}$  « surnitruré » préalablement recuit à 125°C, en fonction de la température du second recuit en configuration parallèle ( $//EA$ ).

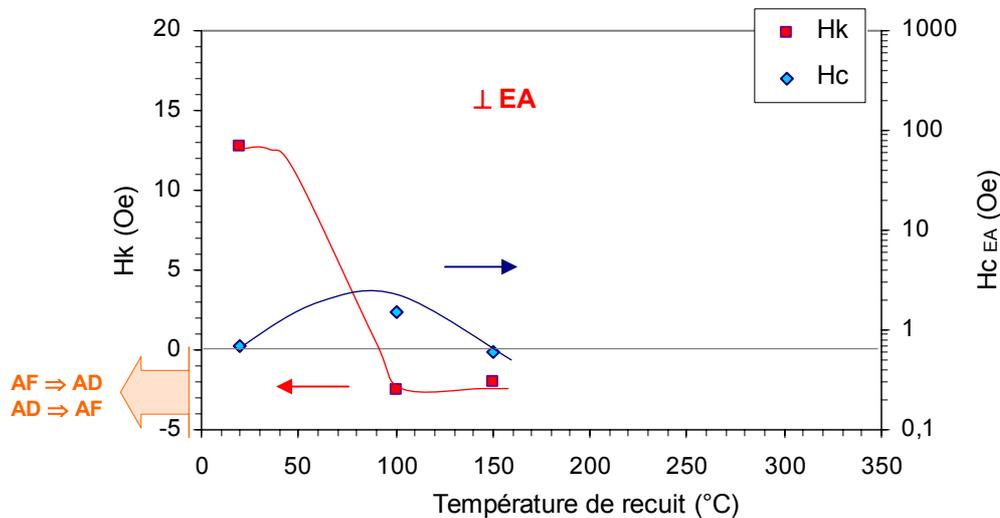


Figure II-57 : Evolution du champ coercitif  $H_c$  et du champ d'anisotropie  $H_k$  pour le  $(FeHf)_{84}N_{16}$  « surnitruré » préalablement recuit à 125°C en fonction de la température du second recuit en configuration transverse ( $\perp EA$ ).

Le recuit en configuration parallèle montre une tendance légèrement plus favorable que celle observée pour le film de  $(FeHf)_{90}N_{10}$  avec une diminution de  $H_k$  moins marquée (figure II-56). La température critique du matériau ( $\sim 200^\circ C$ ) est par contre moins favorable. Le recuit transverse montre que les axes de facile et de difficile aimantation s'inversent dès 80°C comme pour le film optimisé (figure II-57). En somme, malgré son caractère « surnitruré » et des propriétés magnétiques douces restaurées par recuit préalable à 125°C, ce film n'offre pas d'alternative au film optimisé du point de vue d'une meilleure stabilité thermique, notamment, en présence d'un champ magnétique "parasite" non parallèle à la direction d'anisotropie naturelle.

## 5 Analyse microstructurale détaillée par TEM

Cette étude a été sous-traitée au groupe de caractérisations structurales de STMicroelectronics à Crolles. Les résultats sont venus chronologiquement alimenter la discussion autour de la microstructure en dernier lieu.

### 5.1 Etude en fonction de la teneur en azote

#### 5.1.1 Films sans azote : $Fe_{96,8}Hf_{3,2}$

En absence d'azote, nous avons vu que l'alliage de composition  $Fe_{96,8}Hf_{3,2}$  ne possédait pas des propriétés magnétiques douces, ni d'anisotropie. Du point de vue de sa microstructure fine, il est effectivement constitué de grains colonnaires de large diamètre (entre 15 et 20 nm) qui s'étendent régulièrement de l'interface jusqu'à la surface (figure II-58). Par conséquent, les conditions d'équilibre avec les grains voisins sont définies dès les premières couches atomiques déposées. Sur les images en champ sombre, seuls les grains dont les plans atomiques vérifient les conditions de diffraction de Bragg, choisies lors de l'analyse TEM, apparaissent clairs. On note des variations d'intensité dans chaque grain donc les plans atomiques subissent de légères désorientations.

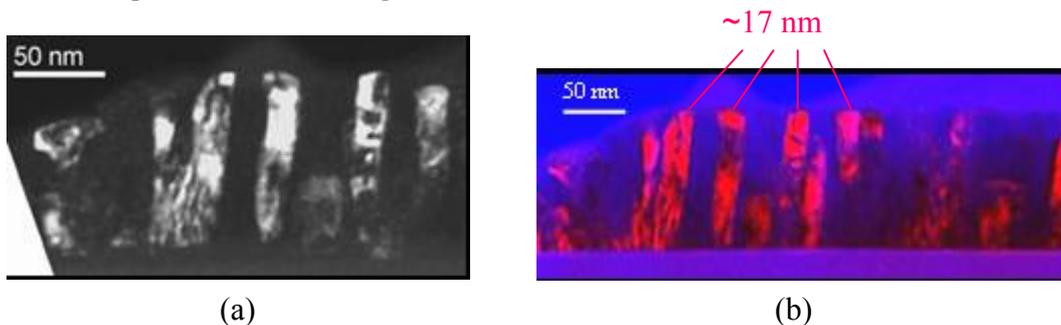


Figure II-58 : Images TEM en champ sombre (a) et image TEM en couleur (b) obtenue par superposition d'images en champ sombre et en champ clair d'une coupe verticale d'un film de  $Fe_{96,8}Hf_{3,2}$ .

Concernant l'étude de micro-diffraction TEM, le faisceau électronique de diffraction est circulaire d'environ 100 nm de diamètre et focalise à différents endroits de la section du film. La figure de diffraction de silicium qui sert de référence est obtenue en utilisant exactement les mêmes conditions pour la calibration absolue des angles de diffraction. Pour l'ensemble de cette étude, les plans horizontaux (200) du Si dans l'espace réel seront repérés par l'axe [002] dans l'espace réciproque sur toutes les figures de diffraction. Pour le film de FeHf, le faisceau intercepte un nombre limité de grains colonnaires lesquels sont traduits par des tâches arrangées le long d'un anneau (figure II-59). Les tâches suivent exactement les séquences du cristal cubique centré (bcc). Aucun halo de diffraction révélant la présence d'une phase amorphe ou contenant des nanograins n'est observé. Cet alliage est fortement texturé (110) (les plans (110) sont donc horizontaux) car les taches de diffraction sont sur le cercle (110) et les points les plus intenses sont alignés avec les plans (200) du substrat. Le matériau est donc polycristallin bcc majoritairement texturé (110) avec une symétrie d'ordre 6. La symétrie 6 est une conséquence secondaire de la texture (110) et provient de la diffraction des grains texturés (110) qui sont vus selon un axe de type [111] appelé axe de zone. L'élargissement de la tache matérialisant les plans (110) horizontaux montre que ces

plans ne sont pas tous bien alignés avec la surface. Le paramètre de maille est estimé entre 2,90 Å et 2,91 Å. Ces résultats sont en accord avec la partie 2.2.

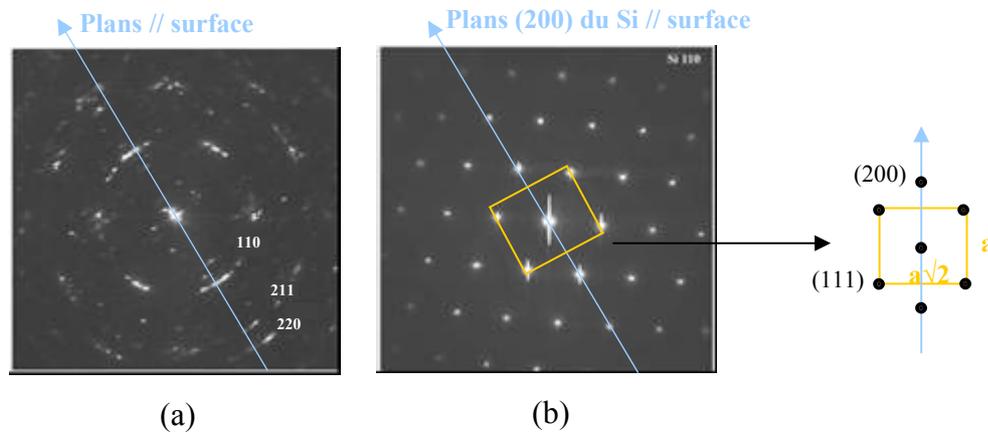


Figure II-59 : Figure de micro-diffraction TEM obtenue pour un film de  $Fe_{96,8}Hf_{3,2}$  en coupe verticale (a) et comparée à la figure de diffraction du Si servant de référence (b).

Les analyses de composition par STEM (sonde fine balayée ou scannée sur une ligne) EELS ont seulement été menées sur Fe et N car la raie d'énergie caractérisant Hf se situe au niveau du pic du plasmon (oscillation collective des électrons de la bande de valence) donc non observable. De plus, cette raie est extrêmement faible puisque Hf ne représente que 2 - 3% atomique de l'alliage donc non détectable. La précision de quantification par EELS est d'environ 1 %. Le profil de la composition en Fe est quasi-stable sur l'épaisseur du matériau (figure II-60). A noter que c'est le rapport des signaux Fe/N/O qui est significatif car la valeur absolue d'un pic varie selon l'épaisseur de l'échantillon (qui est taillé en biseau). Cependant, il s'est formé en surface, sur 5 - 10 nm, un oxyde de Fe. Au-delà, l'oxydation reste très faible mais s'étend encore sur 20 nm. Le matériau est d'autant plus sensible à l'oxydation qu'il ne contient pas d'azote.

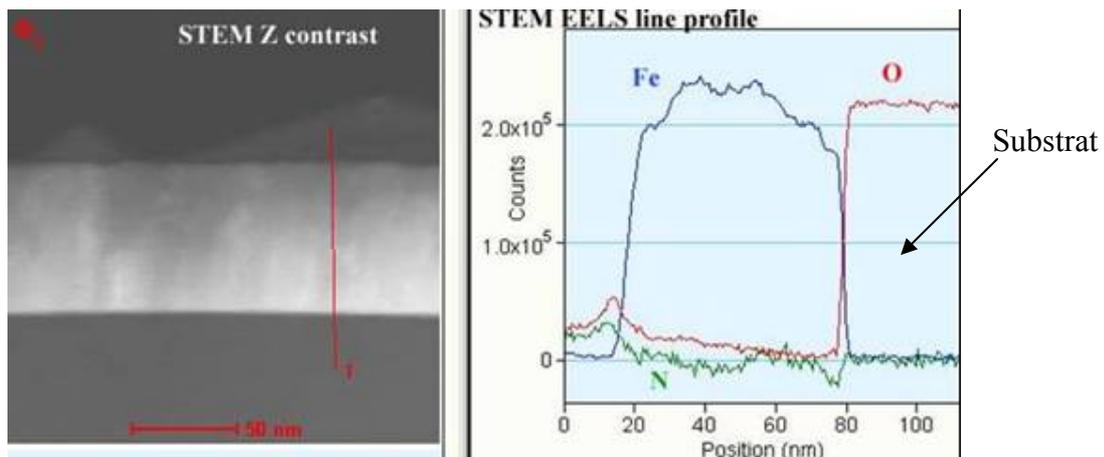


Figure II-60 : Analyse par spectroscopie STEM EELS de la composition en coupe verticale selon l'épaisseur d'un film de  $Fe_{96,8}Hf_{3,2}$ .

### 5.1.2 Alliages contenant peu d'azote (FeHf)<sub>94</sub>N<sub>6</sub> (2 % vol. N<sub>2</sub>)

C'est à partir de cette concentration en azote (6 % atomique) que le matériau présente des propriétés magnétiques douces ( $H_C (EA) \sim 3$  Oe) mais sans anisotropie marquée ( $H_k < 5$  Oe). Cependant, le film (FeHf)<sub>94</sub>N<sub>6</sub> ne semble pas présenter une différence notable au niveau de la forme et de la taille des grains qui puisse justifier l'apparition du caractère doux. L'origine est donc principalement intracristalline. Le film présente, en effet, une structure majoritairement polycristalline composée de larges grains colonnaires cylindriques ou coniques de 20 - 30 nm de diamètre s'étendant jusqu'à la surface (figure I-61 (a)). Quelques uns de ces grains ont nucléés à partir de l'interface SiO<sub>2</sub> mais la plupart apparaissent après la croissance d'une couche de microstructure différente sur les 10 - 15 premiers nanomètres déposés (figure I-61 (b)). Les observations haute résolution montrent bien une frontière nette entre les premières couches déposées et la croissance de grains colonnaires.

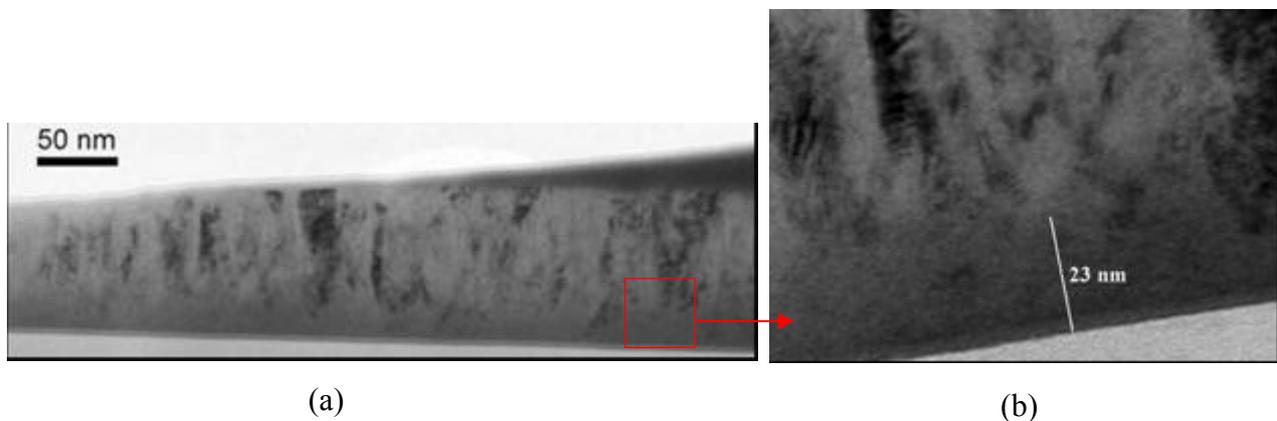


Figure II-61 : Image TEM en champ clair d'une coupe verticale d'un film de (FeHf)<sub>94</sub>N<sub>6</sub> (a) et image TEM en champ clair haute résolution (HRTEM) de cette même couche.

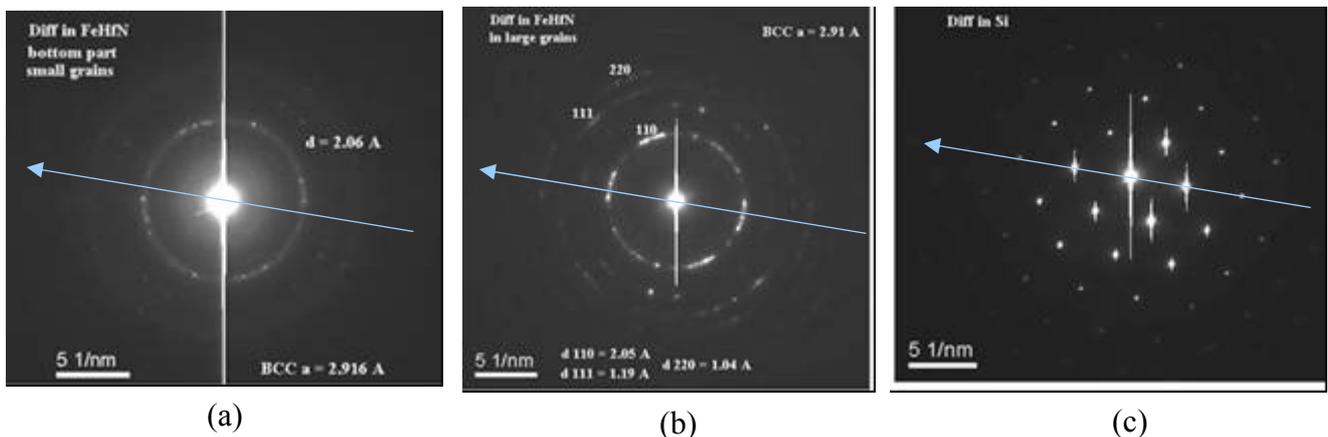


Figure II-62 : Figures de micro-diffraction TEM obtenues pour un film de (FeHf)<sub>94</sub>N<sub>6</sub> en coupe verticale dans la couche amorphe (a) et dans la couche cristallisée (b). Ces figures sont comparées à la figure de diffraction du Si servant de référence (c).

Les spectres de micro-diffraction montrent que les grains de la couche supérieure sont cristallins bcc fortement texturés (110) avec toujours une symétrie d'ordre 6. Le paramètre de maille est apprécié entre 2,90 Å et 2,93 Å (figure II-62 (b)). Un halo de très faible intensité entoure l'anneau de diffraction des plans (110), ceci prouve la présence d'une très fine phase intergranulaire amorphe. Concernant la couche inférieure, cet halo est beaucoup plus marqué, caractéristique d'une phase amorphe prédominante (figure II-62 (a)). Quelques taches

discrètes cristallines bcc faiblement texturées (110) sont observées avec une symétrie plus proche d'un ordre 4 que d'un ordre 6. Le paramètre de maille de ces grains est évalué à  $a_0 = 2.92 \text{ \AA}$ . Le paramètre de maille des quelques grains cristallins de la phase quasi-amorphe est à peu près du même ordre de grandeur que celui des grains colonnaires de la couche supérieure. Il se pourrait que les premières couches atomiques soient moins riches en éléments amorphisants (Hf) que le reste du film et par conséquent l'incorporation de la même quantité d'azote (ou d'une quantité plus importante) sature plus rapidement la maille conduisant aussitôt à une microstructure quasi-amorphe.

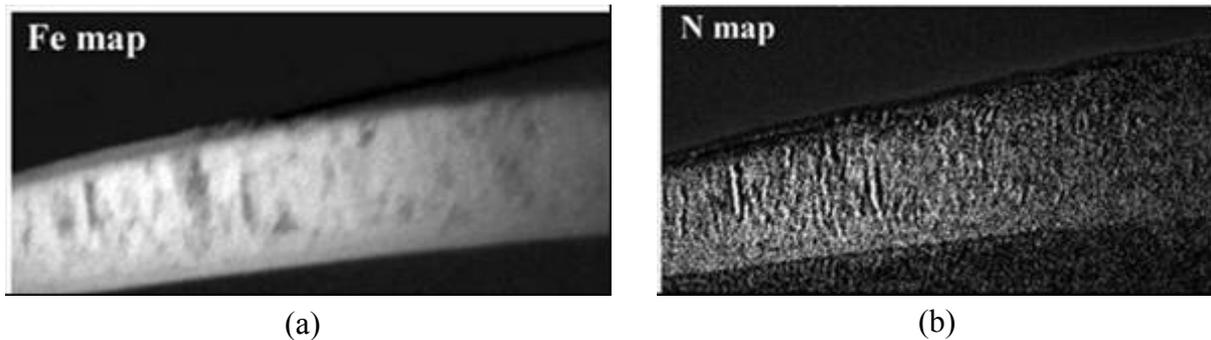


Figure II-63 : Cartographie de composition pour le fer (a) et l'azote (b) obtenue par EFTEM pour un film de  $(FeHf)_{94}N_6$  en coupe verticale.

La cartographie de composition obtenue par EFTEM montre une répartition assez homogène en Fe et en N dans la couche (figure II-63) dans la limite de sensibilité de la mesure.

### 5.1.3 Alliage optimisé : $(FeHf)_{90}N_{10}$ (3.8% vol. $N_2$ )

Comme on l'a vu, cette composition offre un compromis optimal entre forte aimantation, propriétés magnétiques extrêmement douces ( $H_c \sim 3 \text{ Oe}$ ) et anisotropie très marquée ( $H_k \sim 20 \text{ Oe}$ ). Les caractéristiques microstructurales correspondantes sont données par les figures suivantes. Les images TEM en champ sombre ou en couleur (figure II-64 (a) et (b)) du film montrent une microstructure polycristalline avec des grains à croissance toujours colonnaire, de texture (110) mais de diamètre nettement plus petit 10 - 15 nm. Comme pour le film précédent, les premières couches atomiques sont amorphes ou quasi-amorphe avec des grains de la taille du nanomètre. Néanmoins cette couche contenant des très petits grains est présente sur une épaisseur plus importante que précédemment (40 nm environ au lieu de 20 nm). L'image TEM à haute résolution confirme bien la croissance du film selon les plans (110) horizontaux (figure II-64 (c)).

La première couche déposée, comme précédemment, montre une phase quasi-amorphe contenant des petits grains bcc faiblement texturés (110) et avec les plans (110) parallèles au substrat (figure II-65 (a)). La deuxième couche déposée est polycristalline constituée de gains bcc fortement texturés (110) avec un paramètre de maille compris entre 2.96 et 3.02  $\text{\AA}$  (figure II-65 (b)). La présence d'un halo de faible intensité entourant les taches (110) montre qu'il existe une phase intergranulaire amorphe.

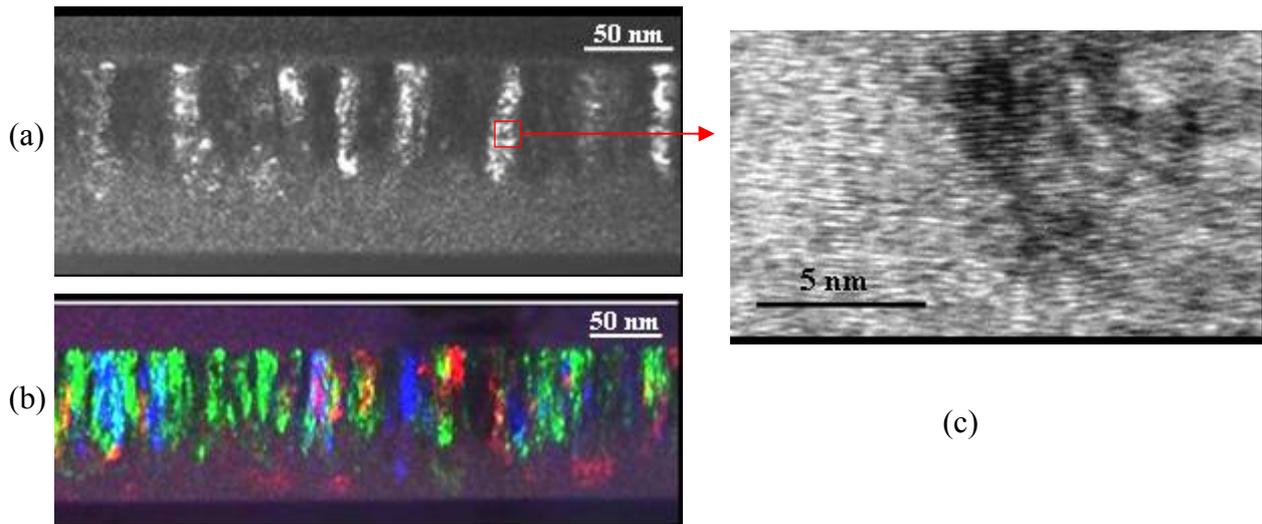


Figure II-64 : Image TEM en champ sombre (a), image TEM en couleur (b) obtenue par superposition de trois images différentes en champ sombre et image TEM en champ clair haute résolution (HRTEM) (c) d'une coupe verticale d'un film en coupe transverse d'une couche de 100 nm d'épaisseur de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$ .

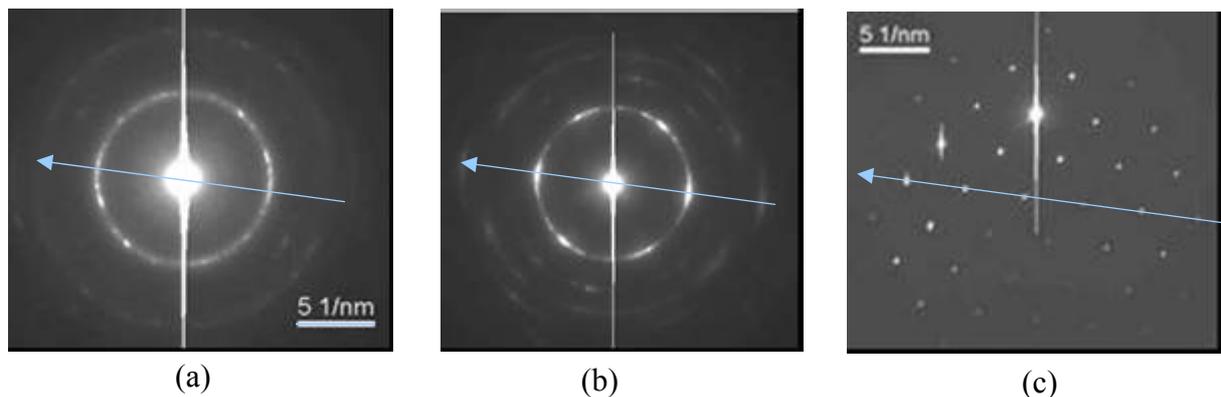


Figure II-65 : Figures de micro-diffraction TEM obtenues pour la couche inférieure amorphe (a) et pour la couche supérieure cristallisée (b) d'un film de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  en coupe verticale. Ces figures sont comparées à la figure de diffraction du Si servant de référence (c).

#### 5.1.4 Alliage à très forte teneur en azote : $(\text{FeHf})_{86}\text{N}_{14}$ (5 % vol. $\text{N}_2$ )

Ce film possède encore des propriétés douces anisotropes mais le champ coercitif est plus élevé ( $H_c \sim 7 - 8$  Oe) et le champ d'anisotropie plus faible que le composé étudié précédemment ( $H_k \sim 10$  Oe). Les images TEM en champ sombre montrent que les films de  $(\text{FeHf})_{86}\text{N}_{14}$  sont constitués uniquement de grains équiaxes, non colonnaires et de dimension nanométrique (figure II-66). Sur cette image, seuls les grains dont les plans sont dans les conditions de Bragg choisies lors de l'acquisition en image champ sombre, apparaissent clairs. La taille de ces grains n'excède pas 1 nm comme on peut le voir sur le profil d'intensité (figure II-67). Les variations d'intensité sont dues à des conditions différentes de diffraction des grains. Tous les grains sont sphériques et leur taille est comprise entre 0.5 et 1 nm.

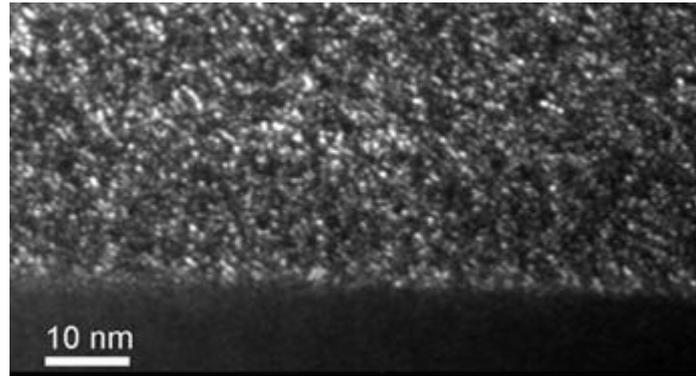


Figure II-66 : Images TEM haute résolution en champ sombre d'une coupe verticale d'un film de  $(\text{FeHf})_{86}\text{N}_{14}$ .

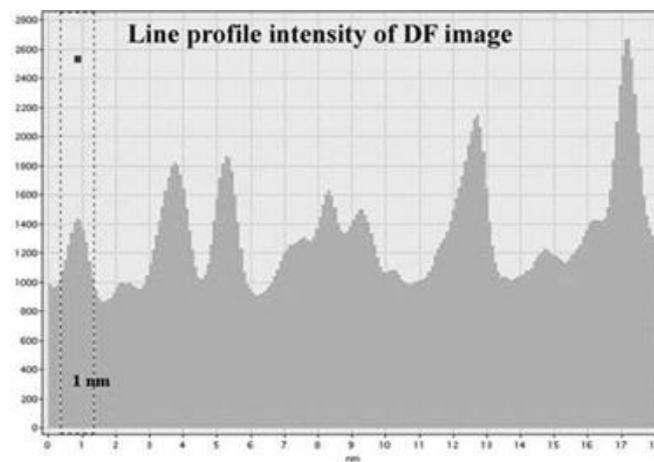


Figure II-67 : Profil d'intensité extrait de l'image en champ sombre précédente couvrant 18 nm seulement. Les pics de forte intensité correspondent aux grains clairs.

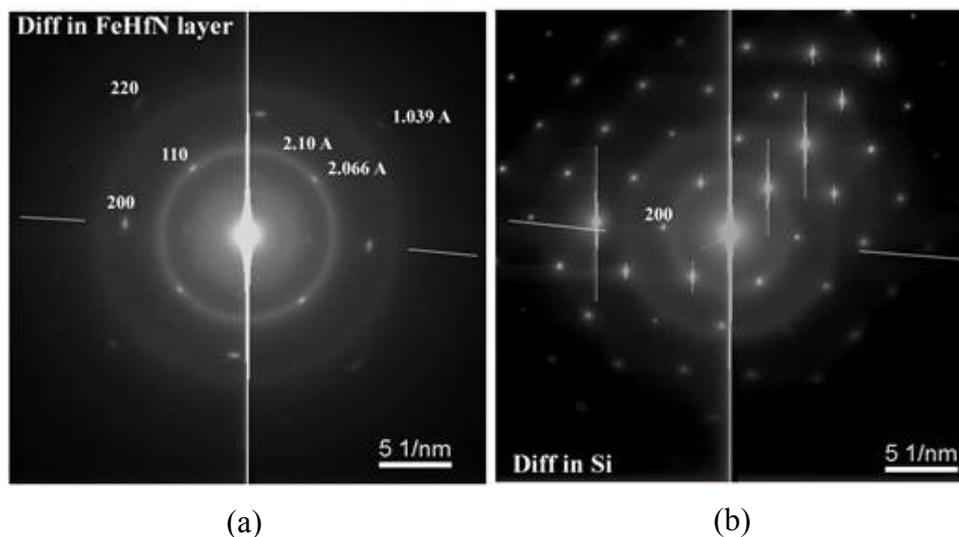


Figure II-68 : Figures de micro-diffraction TEM obtenue pour un film de  $(\text{FeHf})_{86}\text{N}_{14}$  en coupe verticale (a) et comparée à la figure de diffraction du Si servant de référence (b).

En micro-diffraction, un halo continu est observé autour de l'anneau correspondant à des plans bcc (110) confirmant que cette phase est majoritairement quasi-amorphe. Elle contient cependant des grains cristallins matérialisés sous forme de taches discrètes (figure II-

68). Ces grains sont cristallins bcc texturés (200) avec un paramètre de maille estimé entre 2.97 Å et 3.00 Å. La symétrie des taches est d'ordre 4 donc les plans qui diffractent sont vus selon la direction [100]. Les plans (200) sont parfaitement alignés avec le substrat. Il se pourrait que la déformation tétragonale de la maille à cause de l'incorporation d'azote s'accompagne d'un changement de texture. La croissance des plans initialement parallèlement à (110) basculerait en (200) au cours de la nitruration du film. Comme on va le voir par la suite, ce changement de texture s'opère pour les films contenant une grande quantité d'azote mais aussi pour les films de composition optimisée et de forte épaisseur. La composition en Fe et N dans le film semble homogène (figure II-69).

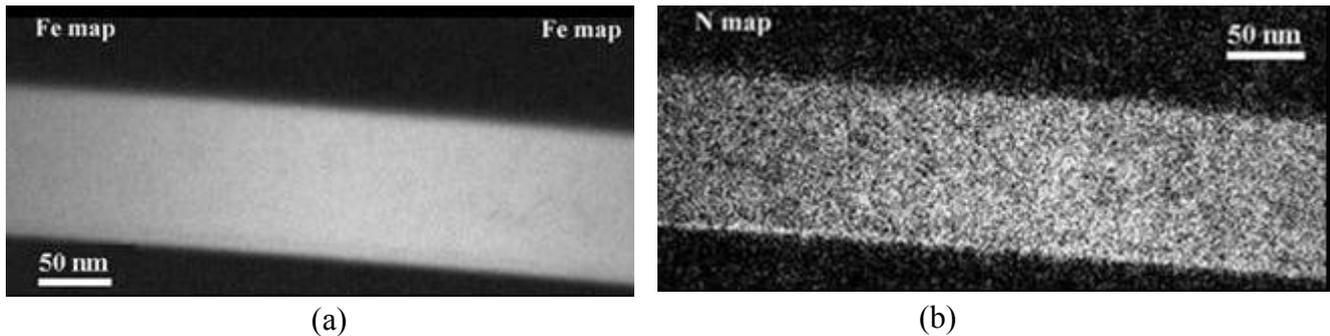


Figure II-69 : Cartographie de composition pour le Fe (a) et le N (b) obtenue par EFTEM pour un film de  $(\text{FeHf})_{86}\text{N}_{14}$  en coupe verticale.

### 5.1.5 Alliage « surnitruré » : $(\text{FeHf})_{84}\text{N}_{16}$ (7 % vol. $\text{N}_2$ )

Ce matériau ne possède plus de propriétés magnétiques douces ni d'anisotropie ( $H_c > 10$  Oe). Les grains sont découplés magnétiquement et l'aimantation présente une composante hors plan se traduisant par la formation de « stripe domains ». Comme défini pour tous les films contenant une teneur en azote importante ( $> 12$  % atomique), cette couche de  $(\text{FeHf})_{84}\text{N}_{16}$  est majoritairement constituée d'une matrice quasi-amorphe (avec des grains sphériques de la taille du nm). Cependant, à la différence des couches amorphes étudiées précédemment, quelques grains coniques isolés et dispersés apparaissent dans cette matrice (figure II-70). La taille de ces précipités coniques, s'étendant de l'interface jusqu'à la surface de la couche, est de l'ordre de 2 - 5 nm à l'interface et atteint 15 - 30 nm à la surface.

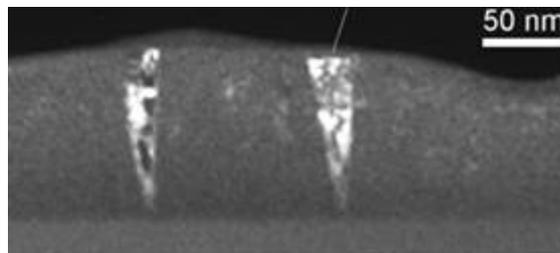


Figure II-70 : Images TEM en champ sombre d'une coupe verticale d'un film de  $(\text{FeHf})_{84}\text{N}_{16}$ .

Des points de diffractions isolés du cristal bcc sont observés (mailles 110 et 200) avec une symétrie d'ordre 4 (figure II-71). La texture du film est (200). Le paramètre de maille est évaluée entre 2.97 et 2.99 Å. Ces points sont dus, soit à ces grains coniques, soit aux grains nanométriques de la phase amorphe. La phase quasi-amorphe est observée par le halo continu

de diffraction autour du plan bcc (110). Elle est caractérisée par une distance interréticulaire  $d = 2,135 \text{ \AA}$  (soit  $a_0 = 3.02 \text{ \AA}$ ).

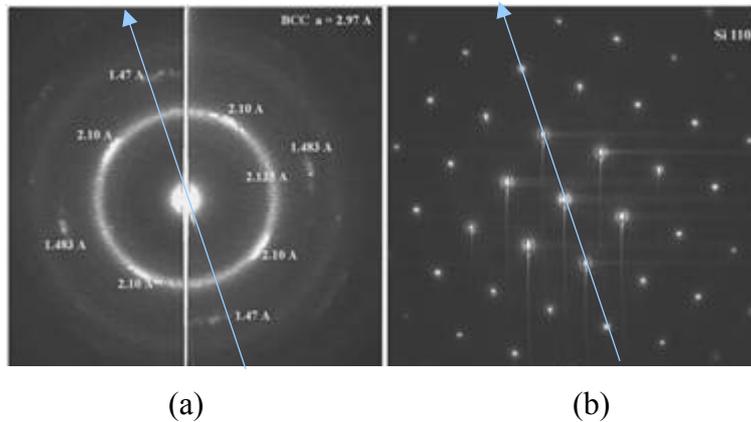


Figure II-71 : Figure de micro-diffraction TEM obtenue pour un film de  $(FeHf)_{84}N_{16}$  en coupe verticale (a) et comparée à la figure de diffraction du Si servant de référence (b).

Le profil vertical de l'analyse STEM EELS selon l'épaisseur (figure II-72) montre une couche d'oxyde à la surface de l'échantillon. A l'interface avec le substrat, les signaux de Fe et de N décroissent brutalement et simultanément. Aucune phase intermédiaire n'est mise en évidence. La teneur en N et Fe semble augmenter lorsque l'on se rapproche de la surface, ceci provient de l'effet de l'épaisseur de l'échantillon taillé en biseau. Le signal augmente généralement linéairement avec l'épaisseur de l'échantillon puis sature lorsque celle-ci devient trop importante. On note cependant que le rapport Fe/N reste à peu près constant.

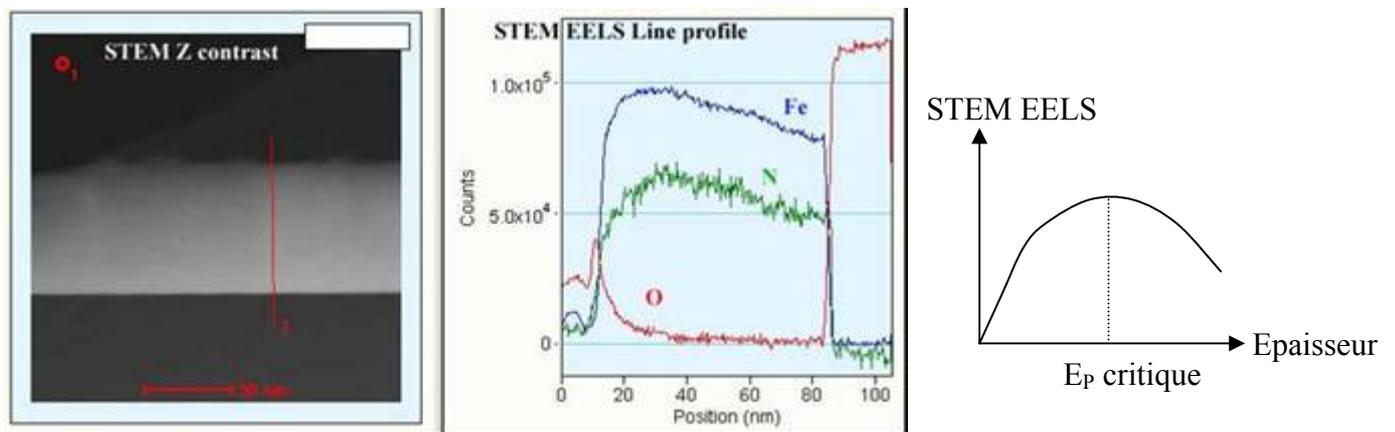


Figure II-72 : Analyse par spectroscopie STEM EELS de la composition en coupe verticale selon l'épaisseur d'un film de  $(FeHf)_{84}N_{16}$ .

Concernant l'analyse sur la longueur de l'échantillon (figure II-73), le rapport Fe/N est le même excepté au niveau des grains coniques où la teneur en Fe diminue (de 10 % par rapport à N) tandis que la teneur de N reste constante. Les grains semblent être principalement constitués de Hf et de N en phase cristallisée. La formation de précipités de HfN est observée lorsque la réduction de la taille des grains de Fe est telle que ces grains sont considérés comme dilués dans la phase amorphe.

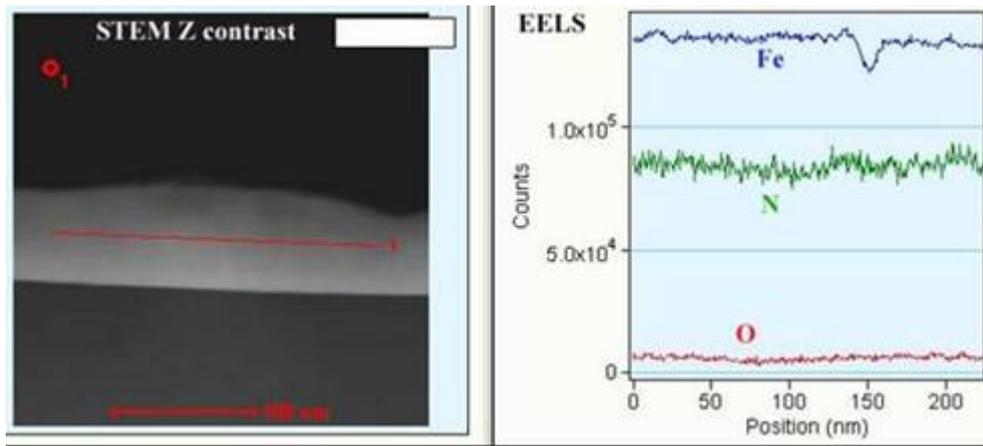


Figure II-73 : Analyse par spectroscopie TEM EELS de la composition en coupe verticale selon la longueur d'un film de  $(FeHf)_{84}N_{16}$ . L'image TEM correspondante à cette analyse est la figure II-70.

### 5.1.6 Synthèse des effets de la nitruration sur la microstructure et les propriétés magnétiques des films $FeHfN$

Lors de l'incorporation croissante d'azote dans les films de  $FeHf$ , la microstructure évolue d'une structure larges grains colonnaires (20 – 30 nm) totalement cristalline vers une structure nanocristalline constituée de grains cristallins de petit diamètre (10 nm), toujours colonnaires, dispersés dans une phase intergranulaire quasi-amorphe qui devient progressivement prédominante à mesure que la taille des grains est réduite. Puis la microstructure évolue vers une structure totalement quasi-amorphe contenant des grains, non plus colonnaires, mais sphériques et de très faible diamètre ( $\leq 1$  nm). L'azote peut, soit s'insérer au niveau des sites octaédriques de la maille du Fe provoquant sa dilatation et donc la réduction de la taille des grains, ou alors N peut se fixer au niveau des joints de grains. En effet, tous les atomes de Hf ne se substituent pas forcément à un atome de fer dans la maille, certains se placent alors au niveau des joints de grains et participent ainsi à l'expansion de cette phase avec l'incorporation de l'azote. Lorsque le film est « surnitruré », la maille cristalline ne se dilate plus, l'azote ne peut plus s'insérer dans la maille et vient se fixer dans la phase intergranulaire qu'elle sature avec la formation de précipités de  $HfN$ . Au moment où la microstructure devient quasi-amorphe, la texture n'est plus (110) mais (200) liée à la déformation tétragonale de la maille. Les effets de l'azote sur la microstructure sont illustrés par la figure II-74.

Les grains cristallins bcc texturés (110) constitués essentiellement de Fe, Hf et N possèdent une forte aimantation par opposition à la phase intergranulaire riche en Hf et en N donc à faible aimantation et à faible température de Curie. En parallèle, à ce procédé de réduction de la taille des grains, il se produit un autre phénomène qui explique le mécanisme selon lequel le film devient entièrement quasi-amorphe. En présence d'azote, les premières couches atomiques déposées sont quasi-amorphe constituées de nanograins et l'épaisseur de cette première couche déposée croît avec l'incorporation progressive d'azote dans l'alliage. On pourrait penser que ces premières couches déposées, avec un paramètre de maille du même ordre de grandeur voire plus faible que dans le reste du film, contiennent moins d'Hf que le reste du film expliquant ainsi pourquoi le film sature plus rapidement en N et est quasi-amorphe.

En corrélation avec la réduction de la taille des grains, les propriétés magnétiques douces apparaissent. Le champ coercitif reste faible tant que la structure est majoritairement nanocristalline et augmente avec la structure amorphe à cause du découplage des grains magnétiques. L'aimantation à saturation décroît linéairement avec l'incorporation de N associée à l'augmentation volumique de la phase inter-granulaire. Cette diminution de  $4\pi M_s$  s'accompagne d'une augmentation de  $\rho$  due à la dispersion des électrons de conduction avec les défauts de la microstructure. Le champ d'anisotropie  $H_k$ , dont l'origine provient de la distorsion tétragonale de la maille du Fe, augmente quasi-linéairement avec l'incorporation d'azote au niveau des sites octaédriques puis diminue avec la structure amorphe (figure II-74).

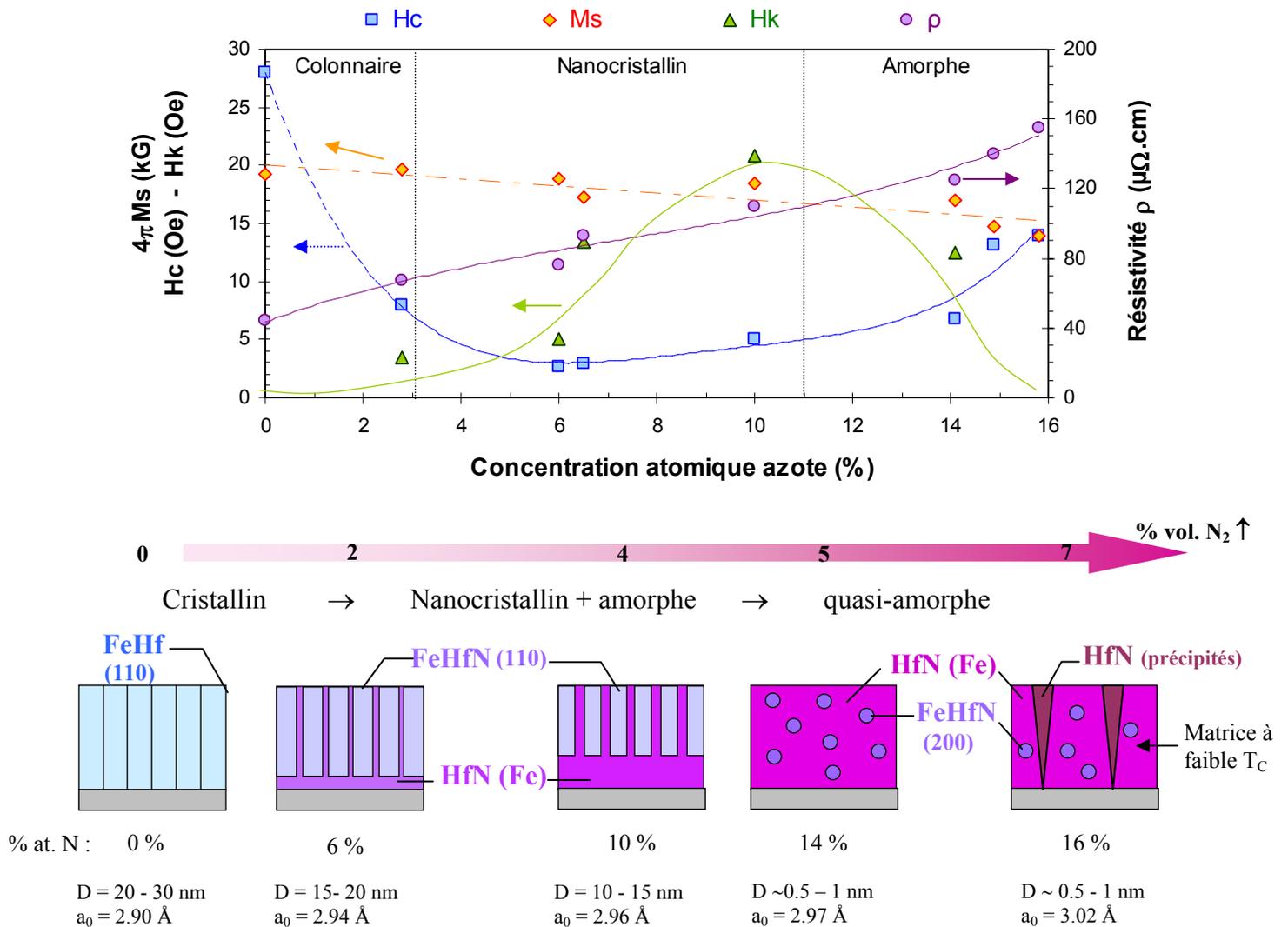


Figure II-74 : Schémas illustrant l'effet de l'incorporation d'azote sur la microstructure et les propriétés magnétiques associées de films de FeHfN.

## 5.2 Observations d'une couche de FeHfN de forte épaisseur

Afin de compléter l'étude sur les films de forte épaisseur, nous avons observé par TEM la microstructure en coupe verticale d'un film de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  de 300 nm d'épaisseur. Les clichés révèlent une croissance très particulière avec trois couches de microstructures différentes. Toutes les analyses TEM en champ sombre, en haute résolution et de micro-diffraction convergent vers les mêmes informations concernant la microstructure et la texture de ces couches (figures II-75 et II-76) :

1) La première couche déposée, de 30 nm d'épaisseur, présente une microstructure quasi-amorphe avec des grains cristallins bcc de la taille du nanomètre et texturés (110) de paramètre de maille  $a_0 = 2.90 \text{ \AA}$ . La plupart des plans (110) sont horizontaux avec une légère désorientation par rapport à la surface.

2) Puis la couche médiane, polycristalline bcc, de 130 nm d'épaisseur, est composée de grains colonnaires fortement texturés (110) (les plans (110) sont horizontaux dans la majorité des grains) de diamètre 10 à 15 nm et s'étendant parfois jusqu'à la surface de l'échantillon avec un paramètre de maille  $a_0 = 2.90 \text{ \AA}$ .

3) Enfin la dernière couche, polycristalline, de 150 nm d'épaisseur, est constituée de larges grains colonnaires verticaux d'environ 50 nm de diamètre texturés (200) et de quelques grains (110) issus de la couche médiane. Cette fois-ci, ce sont les plans (200) qui sont alignés avec l'horizontale. La texture de ces grains est (100) avec  $a_0 = 2.97 \text{ \AA}$  mais seul les points (200) sont visibles. La largeur des points (200) dans l'axe de croissance suggère une variation de la distance interréticulaire des plans donc du paramètre de maille.

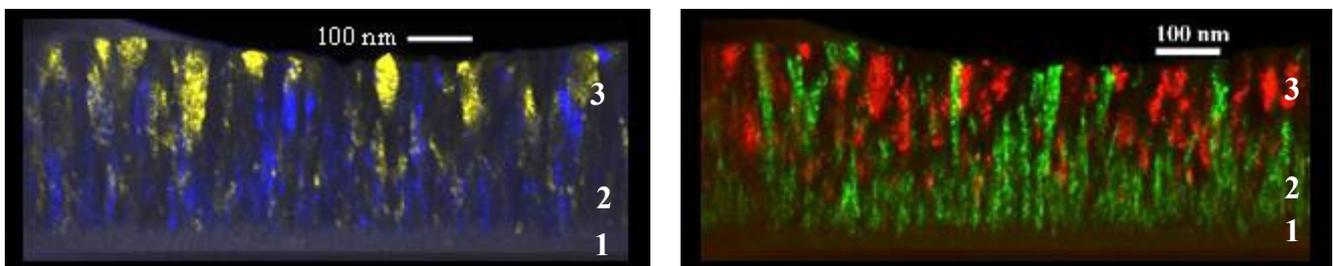


Figure II-75 : Superposition de trois images TEM coupes verticales en champ sombres d'une couche de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  de 300 nm d'épaisseur. Trois régions sont repérées. 1) quasi-amorphe ou petits grains en bas, 2) grains verticaux de faible diamètre au milieu, 3) larges gains verticaux en haut (160 nm d'épaisseur).

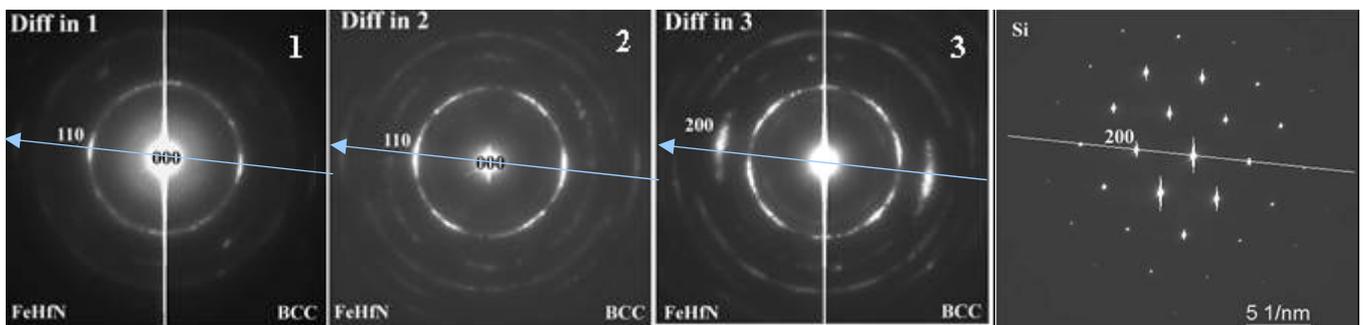


Figure II-76 : Figures de micro-diffraction TEM des trois régions montrant les différentes textures et comparées avec celle du Si.

Les couches 1 et 2 existent pour tous les films de FeHfN optimisés d'épaisseurs inférieures à 150 nm. La couche 3 n'est présente que dans les films d'épaisseurs supérieures. Les joints de grains sont marqués par des lignes plus claires (faible densité ou faible épaisseur). Ceci peut être dû à une pulvérisation plus marquée des ions de gallium au niveau des joints de grains. Ceci peut aussi prouver une différence de composition des joints de grains par rapport aux grains. Les plans cristallins bcc (110) horizontaux, matérialisés par les tâches de diffraction FFT sur la figure II-77 (c) de l'image TEM haute résolution II-77 (b), sont présents à l'interface entre les couches 1 et 2. Trois familles de plans (110) correspondant à trois grains verticaux ont diffractés avec  $d = 2.12 \text{ \AA}$  (soit  $a_0 = 2.997 \text{ \AA}$ ).

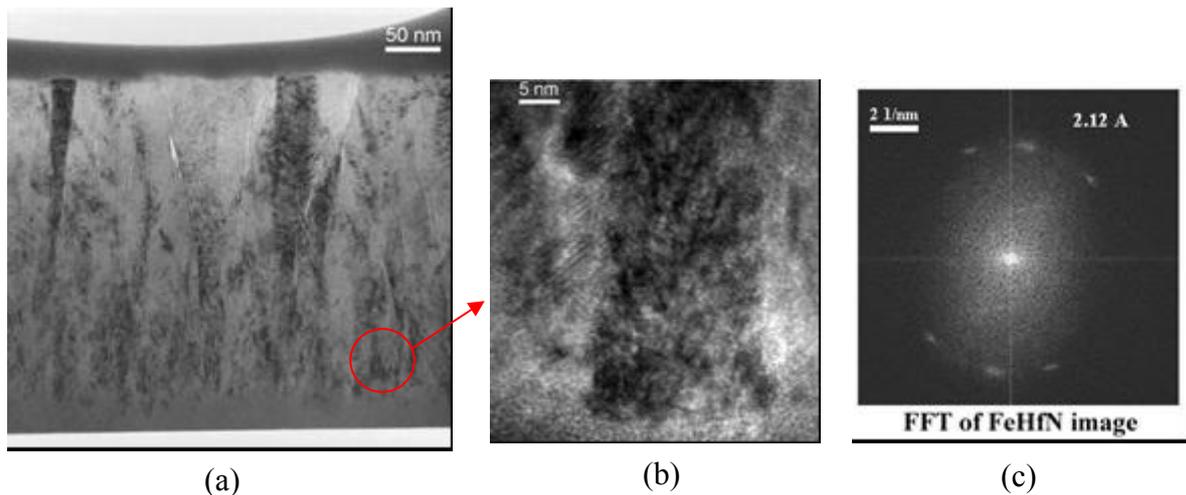


Figure II-77 : Image TEM en champ clair d'une couche de  $(FeHf)_{90}N_{10}$  de 300 nm (a). Les joints de grains sont identifiés par les lignes blanches. Image haute résolution de l'interface couche 1 et couche 2 (b) et diffractogrammes (image FFT) de cette région (c).

La cartographie de la composition en section verticale du film montre une répartition assez homogène du Fe et de N (figure II-78).

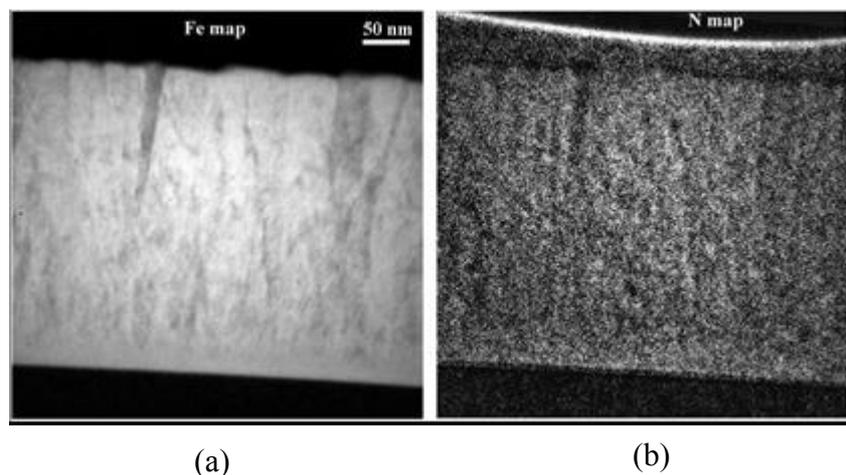


Figure II-78 : Cartographie de composition pour le Fe (a) et le N (b) obtenue par EFTEM pour un film de  $(FeHf)_{90}N_{10}$  de 300nm d'épaisseur en coupe verticale.

Il se produit bien à partir de 160 nm, un changement net de microstructure et de texture avec la croissance de grains plus larges et texturés (200). Nous nous sommes rapprochés de la littérature pour comprendre ce phénomène, notamment en lien avec l'observation de la double fréquence de résonance ferromagnétique (voir paragraphe 3.1.5).

### 5.2.1 Observations similaires

Les mêmes changements de structure avec l'épaisseur ont été observés par Kim et al. [49]. Ils ont étudiés l'influence de l'épaisseur de films minces de FeHfN sur la composition, la microstructure et les propriétés magnétiques. Leur alliage présente cependant des caractéristiques microstructurales différentes des nôtres. En effet, leur matériau est plus riche en Hf (~ 8 - 9 % at.) ce qui rend la structure complètement amorphe pour un film de 100 nm d'épaisseur brut de dépôt. Toutefois, ils ont observé, comme nous, un changement de microstructure à partir de 200 nm d'épaisseur avec la formation d'une phase cristalline constituée de nanograins de 5 nm de diamètre entourés par une phase amorphe. Ils ont remarqué que la taille des grains augmente avec l'épaisseur de la couche de FeHfN jusqu'à 1  $\mu\text{m}$  puis la tendance s'inverse et que des précipités de HfN (d'après des analyses de micro-diffraction) sont présents dès 200 nm d'épaisseur. Cela signifie que les atomes d'azote au cours de la croissance du film et pour une épaisseur supérieure à 200 nm vont préférentiellement se placer dans la phase intergranulaire au détriment dans la maille cristalline et former des précipités. Du point de vue des propriétés magnétiques, la formation de nanograins permet de créer un échange intergranulaire améliorant les propriétés douces de l'alliage. L'aimantation à saturation augmente et la résistivité diminue lorsque l'épaisseur du film augmente jusqu'à 1  $\mu\text{m}$ .

Une autre caractéristique intéressante réside en l'apparition d'une double fréquence de résonance entre 0.12  $\mu\text{m}$  et 3.2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Ils attribuent cet effet aux résonances de la phase amorphe et de la phase cristalline, qui seraient d'après eux, différentes. Cette double fréquence de résonance a aussi été observée pour des films de FeHfN élaborés avec différentes puissances. Les auteurs attribuent ce phénomène à une diminution du couplage de l'aimantation entre les deux phases [55]. Par ailleurs, Ma et al. [56], pensent que l'augmentation de la cristallinité du film est dû à un plus long temps de dépôt qui accroît la température du substrat et améliore les conditions de cristallisation et modifiant la contrainte du dépôt, ce qui va également dans le sens de nos résultats.

### 5.2.2 Interprétations

A la vue des différentes études menées sur l'influence de l'épaisseur et sur les différentes études bibliographiques, nous pouvons émettre les hypothèses suivantes. Pour notre alliage optimisé de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$ , l'épaisseur à partir de laquelle il se produit un phénomène de changement de microstructure est évaluée par analyse TEM et par mesures des propriétés magnétiques dynamiques à 160 nm. Au cours de son élaboration, il se pourrait que le film incorpore moins d'azote, non pas graduellement, mais sous forme de paliers. Ou bien au cours de son élaboration, l'azote se plaçant préférentiellement dans les joints de grains, la maille de Fe incorpore de moins en moins d'azote avec l'épaisseur (peut être parce que la contrainte du film augmente). Enfin, la croissance est toujours colonnaire avec des grains très allongés certains même s'étendant sur 250 nm de hauteur. Par effet de forme des grains, l'aimantation aurait plus facilement tendance à s'agencer dans la hauteur donc hors plan ce qui expliquerait l'apparition de « ripple » et aussi de « stripe domains » pour des épaisseurs plus importantes. Les deux phases nanocristallines formées probablement de composition différente ont donc une fréquence de résonance propre différente.

Une autre formule pour le calcul de l'épaisseur critique est donnée par Miyajima - Fujiwara en tenant compte de la microstructure des grains. Selon la méthode de Miyajima [57], l'énergie totale d'anisotropie perpendiculaire  $K_{\perp}^{total}$  inclut l'énergie magnétostatique macroscopique  $2\pi M_S^2$  de laquelle on peut soustraire plusieurs contributions  $K_{\perp}^{extra}$  qui vont participer à abaisser cette énergie d'anisotropie de forme :

$$K_{\perp}^{total} = 2\pi M_S^2 - K_{\perp}^{extra} \quad (II-14)$$

$K_{\perp}^{extra}$  comprend trois contributions principales : l'énergie magnétocristalline pour les polycristaux texturés  $K_{\perp}^{(110)}$  (la formule est donnée ici pour une texture (110) [58]), l'énergie magnétoélastique  $K_{\perp}^{\lambda\sigma}$  et l'énergie magnétostatique propre à la forme des grains  $K_{\perp}^{Grains}$  [35].

$$K_{\perp}^{(110)} = \frac{K_1}{32} - \frac{K_2}{128} + const \quad (II-15)$$

$$K_{\perp}^{\lambda\sigma} = -\frac{3}{2} \lambda_s \sigma \quad (II-16)$$

$$K_{\perp}^{Grains} = 2\pi M_S^2 \left[ c \left( \frac{1}{d} - \frac{1}{b} \right) \right] \quad (II-17)$$

$\lambda_s$  : magnétostriction à saturation

$\sigma$  : contrainte du film

$c$  : épaisseur des couches de faible aimantation dans les joints de grains

$d$  : diamètre des grains

$b$  : hauteur des grains

La figure II-79 suivante illustre le comportement de chacun de ces termes d'énergie en fonction de l'épaisseur. Pour évaluer les valeurs de  $b$ ,  $c$  et  $d$ , nous avons tenu compte des changements de microstructures avec l'épaisseur que nous avons moyennés grâce à des mesures de distance sur les images TEM. L'effet de forme colonnaire des grains et de faibles diamètres et s'étendant sur plus de 100 nm selon l'épaisseur peut être donc également une cause déterminante dans le renversement de l'aimantation hors du plan. A partir de la figure II-79, on peut estimer l'épaisseur critique pour laquelle l'énergie magnétostatique macroscopique est vaincue autour de 500 nm ce qui semble raisonnable du point de vue de la formation de « stripe domains ». Les autres contributions magnétoélastique et magnétocristalline sont négligeables.

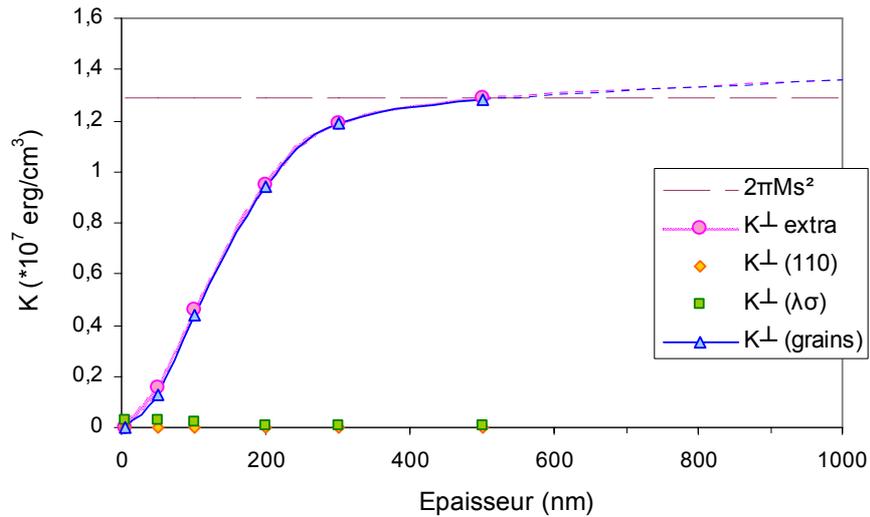


Figure II-79 : Dépendance de l'énergie magnétostatique macroscopique  $2\pi M_s^2$ , de l'énergie magnétocristalline  $K_{\perp}^{(110)}$ , l'énergie magnétoélastique  $K_{\perp}^{\lambda\sigma}$  et l'énergie de forme des grains  $K_{\perp}^{Grains}$  en fonction de l'épaisseur.

### 5.2.3 Synthèse sur l'effet de l'épaisseur

Ainsi, au cours de la croissance du film, il se produit des changements de microstructures (figure II-80) qui pourraient être liés à une incorporation moins importante en azote lorsque la température du substrat augmente avec le temps de dépôt.

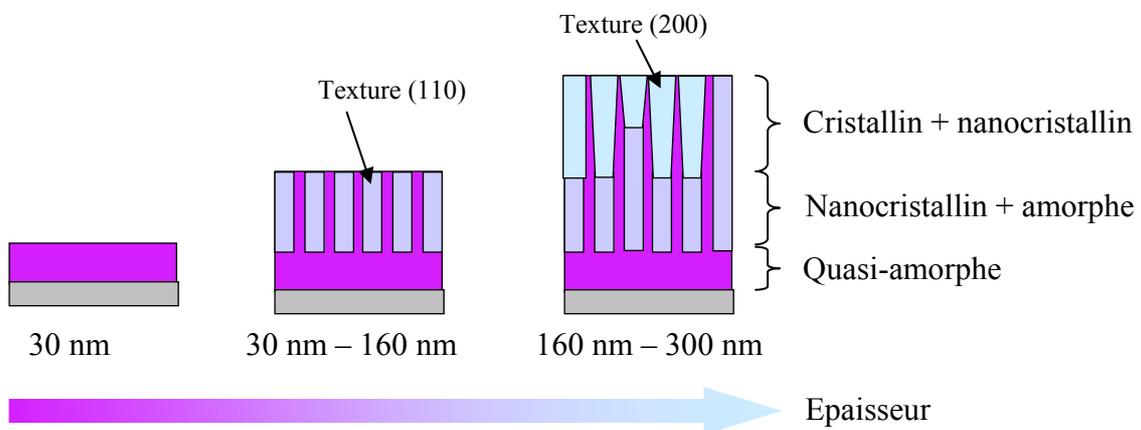


Figure II-80 : Schéma illustrant l'effet de l'épaisseur déposée sur la microstructure de films de FeHfN optimisés.

## 5.3 Analyse du (FeHf)<sub>90</sub>N<sub>10</sub> déposé avec 80° d'inclinaison

Les images TEM en champ sombre de films de FeHfN inclinés à 80° montrent principalement une structure polycristalline au dessus d'une couche quasi-amorphe de 30 nm d'épaisseur (figure II-81). La couche polycristalline est composée de larges grains (15 - 20 nm

de diamètre) de forme irrégulière, de croissance chaotique et qui diffractent peu donc contenant peu de plans dans les conditions de Bragg (figure II-82). Ces grains contiennent des défauts et des inclusions ce qui explique leur faible diffraction. Cela confirme l'hypothèse d'un film peu dense que l'on a émise précédemment (paragraphe 3.2). Les figures de microdiffraction montrent que quelques grains sont texturés bcc (110) avec un paramètre de maille  $a_0 = 2.95 \text{ \AA}$  mais la majorité n'ont pas d'orientation préférentielle (figure II-83). Le matériau est donc polycristallin avec aucune orientation privilégiée (pas de texture). Considérant les analyses de composition du film, le Fe et l'N semble être homogène (figure II-84). Le rapport entre le Fe et N est d'environ 8. Les traces sombres sur le profil de l'azote sont dues à la contamination par le carbone.

Ces images TEM permettent de conclure quant à la nature de l'anisotropie dans les films déposés sous incidence différente de la normale. Il n'existe pas de texture particulière de type colonnaire, de plus les grains n'ont pas une forme distincte montrant l'effet du dépôt incliné. Par contre, le film semble faiblement dense avec de nombreux défauts qui d'après [53] seraient préférentiellement repartis selon la direction du flux. C'est cet effet qui serait à l'origine des fortes anisotropies.

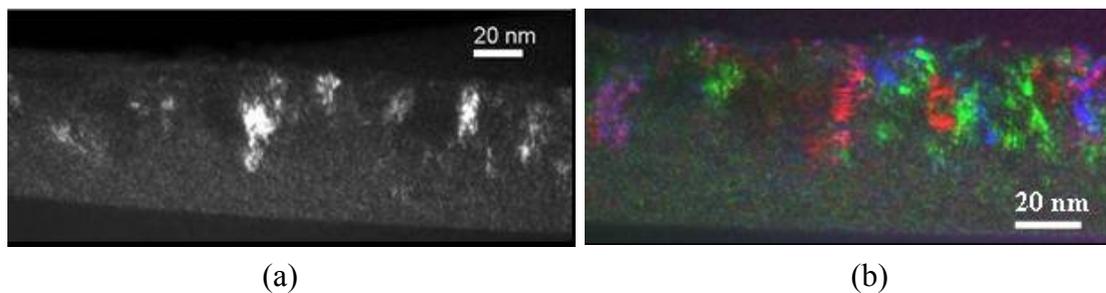


Figure II-81 : Images TEM en champ sombre (a) et en couleur (b) obtenue par superposition d'images en champ sombre d'une coupe verticale d'une couche de 60 nm d'épaisseur de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  déposé à  $80^\circ$ .

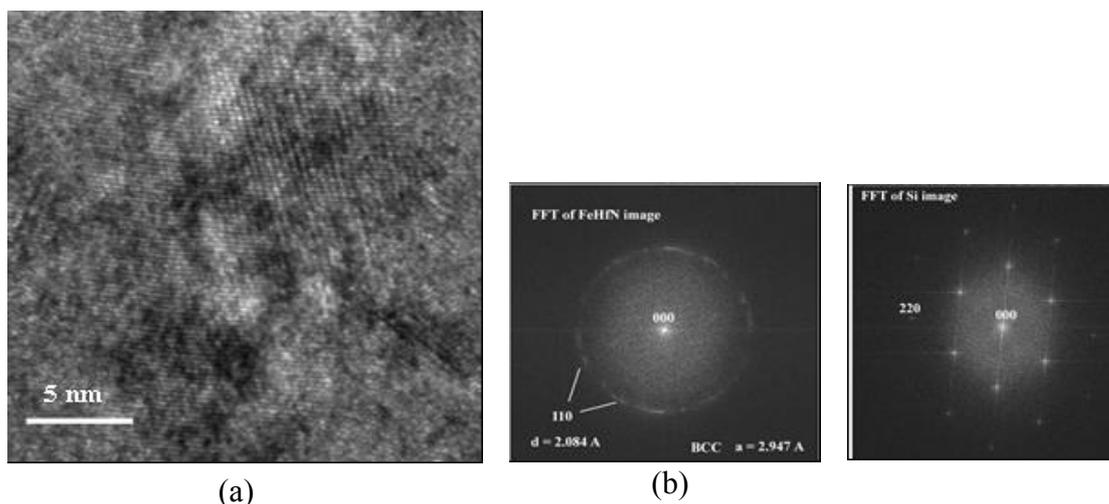


Figure II-82 : Image TEM en champ clair haute résolution (HRTEM) d'une couche de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  déposée à  $80^\circ$  -coupe verticale (a). Le diffractogramme (FFT) de cette couche comparé à celui du substrat montre un cercle et des points discrets correspondant aux plans bcc (110) (b).

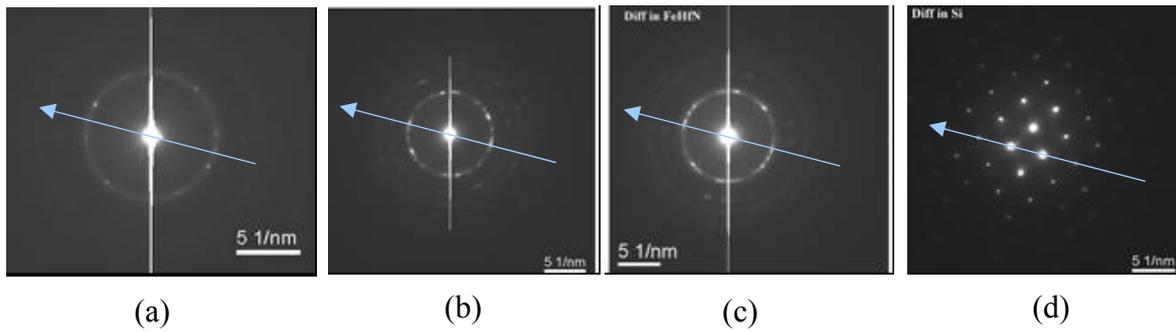


Figure II-83 : Figures de micro-diffraction TEM coupe verticale de la couche amorphe inférieure (a), de la couche polycristalline supérieure (b) et de l'ensemble du film (c) de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  déposé à  $80^\circ$  d'inclinaison. Ces figures sont comparées à la figure de diffraction du Si servant de référence (d).

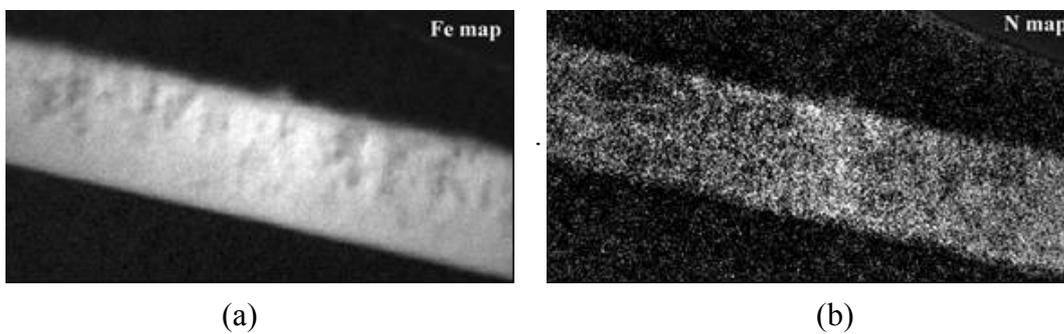


Figure II-84 : Cartographie de composition pour le Fe (a) et le N (b) obtenue par EFTEM pour un film de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  de 60 nm d'épaisseur déposé à  $80^\circ$  - coupe verticale.

## 6 Conclusion

Nous avons confirmé que le procédé de nitruration est à l'origine du caractère magnétique doux et uniaxial des films de FeXN qui s'accompagne généralement d'une augmentation significative de la résistivité en gardant l'intérêt de ces matériaux pour leur forte aimantation. Ces constatations positionnent ces alliages comme des candidats appropriés pour les applications à haute fréquence. Nous avons également pu montrer que le choix du procédé de dépôt, ainsi que des conditions particulières d'élaboration, permettaient de les adapter plus encore à un fonctionnement en régime radio fréquence. Dans cet optique, les films de FeTaN et FeHfN ont pu être optimisés confirmant le bon choix en élément de substitution (atome plus volumineux que celui du fer) qui, associé à celui des conditions d'élaboration ont conduit à élargir très significativement la fenêtre de procédé. Ainsi, la limite de solubilité de l'azote a été repoussée bien au-delà de celle généralement observée dans l'état de l'art. Ceci a rendu possible l'observation détaillée des différents régimes de croissance. Ainsi, une corrélation précise entre changements de microstructure et propriétés physiques a pu être établie. Il en ressort que l'incorporation d'azote en solution solide et au niveau des sites interstitiels de la maille de fer s'accompagne de deux transitions : la première d'un état cristallin fortement colonnaire vers une microstructure nanocristalline plus fine pour laquelle les propriétés magnétiques sont avantageuses, la seconde vers un état quasi-amorphe. Les compositions optimales sont alors respectivement  $(\text{FeTa})_{83}\text{N}_{17}$  et  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  (en % atomique). L'étude des propriétés magnétiques dynamiques a ensuite montré que ces films possèdent un comportement gyromagnétique très faiblement amorti, sans fluctuations d'aimantation et en parfaite adéquation avec le modèle théorique LLG tant que la structure reste majoritairement nanocristalline. Pour les composés sous-nitrurés (de nature plus fortement cristalline) et à l'inverse sur-nitrurés (quasi-amorphe), l'amortissement est nettement plus marqué. La comparaison des spectres de perméabilité pour les compositions optimisées  $(\text{FeTa})_{83}\text{N}_{17}$  et  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  montrent que le FeTaN présente intrinsèquement la plus haute fréquence de résonance (2.3 GHz) et le comportement le moins amorti. Cependant, alors que Ta et Hf sont des éléments très proches dans la classification périodique, les films de FeTaN incorporent plus d'azote et subissent en particulier une transition nanocristallin / amorphe plus abrupte, rendant la reproductibilité des films aux propriétés optimales très aléatoire. La finalisation du choix du candidat pour l'intégration s'est donc reportée sur les films de FeHfN. Ces derniers ont par ailleurs, l'avantage déterminant d'une aimantation à saturation plus élevée qui permettra le contrôle à terme de la fréquence de résonance ferromagnétique à très haute fréquence par le biais du champ démagnétisant et de la perméabilité qui sont tous les deux proportionnels à  $4\pi M_s$ . L'étude se poursuivra donc avec le film de composition atomique optimale  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  caractérisé par  $4\pi M_s = 19 \text{ kG}$ ,  $H_k = 20 \text{ Oe}$ ,  $\alpha = 0.011$ ,  $\rho = 110 \mu\Omega.\text{cm}$ .

Un effort important a également été consacré à l'étude du lien entre performances dynamiques et épaisseur dont la motivation première rejoint la nécessité d'un film relativement épais du point de vue de la fonctionnalité du dispositif à venir. Ainsi, on a pu montrer qu'il existe une épaisseur critique pénalisante autour de 200 - 250 nm qui se traduit par un comportement gyromagnétique très perturbé à cause de fluctuations locales d'aimantation dont l'origine est principalement magnétocristalline. Une corrélation a également été établie avec un caractère inhomogène de la microstructure à partir de 160 nm qui s'accompagne d'une croissance des grains plus larges dès cette épaisseur. En conclusion, l'épaisseur des couches optimales est limitée à  $\sim 200 \text{ nm}$  du point de vue des performances RF. Ceci est pénalisant du point de vue de l'application et va nous obliger à utiliser ces films sous forme de laminations comme nous le verrons au chapitre 4.

Enfin, nous avons pu vérifier la compatibilité de ces films avec leur future intégration dans des inductances, vis-à-vis de leur tenue thermique au cours des étapes technologiques, mais aussi d'une élévation de la température au cours du fonctionnement du dispositif. Ainsi, les films optimisés (FeHf)<sub>90</sub>N<sub>10</sub> offrent une bonne stabilité en fonction de la température jusqu'à 200 – 250 °C, ce qui peut être étendu à environ 400°C avec une composition réduite à 6 % atomique d'azote. Ce constat tardif dans la chronologie de l'étude nous amènerait à reconsidérer la composition optimale pour ces films. A haute température, tous les films ont un comportement dynamique irréversible lié à la diffusion de l'azote, ce qui constitue le défaut majeur de ces films. D'autant plus, que l'effet de cette dernière peut être fortement accentué si l'échauffement s'opère sous un champ magnétique non parallèle à la direction originelle d'anisotropie. Dans ces conditions, nous avons pu montrer qu'il peut se produire un renversement de l'anisotropie dès 100°C qui peut rendre impossible tout contrôle en terme de fonctionnalité des dispositifs. Du point de vue pratique, l'intégration dans une filière de type « AIC » est envisageable si le recuit de passivation standard à 400°C est supprimé. Par contre, dans l'optique d'intégrer deux niveaux magnétiques avec chacun une direction anisotropie perpendiculaire à l'autre (100 % d'excitation), il va donc être décisif de trouver une alternative aux perturbations liées au champ appliqué perpendiculairement avec échauffement. Ceci sera évoqué au chapitre 4.

Malgré quelques limitations (pour la plupart attendues), le résultat important consiste en l'obtention d'un matériau dont la microstructure le prédispose parfaitement à la suite de cette étude. En effet, nous avons pu montrer qu'il était possible de contrôler la dispersion de la phase ferromagnétique à fort  $4\pi M_s$  dans une matrice amorphe riche notamment en élément d'addition. Dans ces conditions, l'hypothèse d'une oxydation sélective possible de cette dernière au profit de l'aimantation de la première s'avère désormais réaliste et c'est ce que nous allons développer maintenant.

## Références

- [1] B. Viala, M. K. Minor, and J. A. Barnard, “Microstructure and Magnetism in FeTaN Films Deposited in the Nanocrystalline State”, *J. Appl. Phys.*, **80**, (7), pp. 3941- 3956, (1996).
- [2] J. M. Shin, Y. M. Kim, S. H. Han, and H. J. Kim, “Fabrication of nanocrystalline Fe-Co-Ta-N magnetic films with high saturation magnetization and excellent high-frequency characteristics”, *J. Appl. Phys.*, **93**, (10), pp. 6677-6679, (2003).
- [3] C. Alexander, J. Rantschler, T. J. Silva, P. Kabos, “Frequency- and time-resolved measurements of FeTaN films with longitudinal bias fields”, *J. Appl. Phys.*, **87**, pp. 6633-6635, (2000)
- [4] D. J. Rogers, S. Wang, D. E. Laughlin and M. H. Kryder, “Microstructural investigations of FeN and FeAlN thin films for recording head applications”, *IEEE Trans. Mag.*, **28**, (5), pp.2418-2420, (1992).
- [5] N. Terada, Y. Hoshi, M. Naoe, S. Yamanaka, “Synthesis of Iron-Nitride films by means of Ion Beam Deposition”, *IEEE Trans. Mag.*, **20**, (5), pp.1451-1453, (1984).
- [6] S. Wang and M. H. Kryder, “RF-diode-sputtered iron nitride films for thin-film recording head materials”, *J. Appl. Phys.*, **67**, (9), pp. 5134-5136, (1990).
- [7] J. L. Snoeck, *Physica* **8**, 711, (1941).
- [8] E. van Riet, W. Klassens, and F. Roozeboom, “On the origin of the uniaxial anisotropy in nanocrystalline soft-magnetic materials”, *J. Appl. Phys.*, **81**, (2), pp. 806-814, (1997).
- [9] G. W. Rathenau, G. De Vries, *Magnetism and Metallurgy*, **2**, edited by A. E. Berkowitz and E. Kneller, (Academic Press, Inc., NewYork), p.765, (1969).
- [10] James C. Cates “Magnetostriction studies of Iron-Nitride based films for thin film recording heads”, degree 1993 University of Alabama.
- [11] A. R. Chezán, “Nanostructure and soft magnetic properties of iron-nitrogen alloys”, degree 2002.
- [12] N. Ishiwata, C. Wakabayashi, H. Uria, “Soft magnetism of high-nitrogen-concentration FeTaN films”, *J. Appl. Phys.*, **69**, (8), pp. 5616-5618, (1991).
- [13] B. Y. Wong, S. Suwabel, F. Tsuneda, D. E. Laughlin, “The effect of annealing on the microstructure and magnetic properties of Fe-Ta-Cr-N thin films”, *IEEE Trans. Mag* **31**, (6), pp.3967- 3969, (1995).
- [14] A. Makino, Y. Hayakawa, “Soft magnetic properties and microstructure of nanocrystalline Fe-Hf-N sputtered films”, *IEEE Trans. Magn.*, **31** (6) pp.3874-3876, (1995).
- [15] K. Fukamichi, R. J. Gambino, “The Curie temperature and magnetization of Fe-base amorphous binary alloys containing transition metal”, *IEEE Trans. Mag.* **17**, (6) 1981 pp. 3059-3061.
- [16] R. Pehlke, J. F. Elliott, “Solubility of nitrogen in liquid iron alloys », *Trans. Metal. Soc. AIME*, **218**, pp. 1088-1100, (1960).
- [17] J. A. Bain, M. H. Kryder, “The effect of substrate temperature on the magnetic properties of FeAlN thin film for recording heads”, *IEEE Trans. Mag.*, **31** (8), pp. 2703-2705, (1995).

- [18] M. Ledieu, F. Schoenstein, J.-H. Le Gallou, O. Valls, S. Queste, F. Duverger and O. Acher, "Microwave permeability spectra of ferromagnetic thin films over a wide range of temperatures", *J. Appl. Phys.*, **93**, (10), pp 7202-7204, (2003).
- [19] J. C. Peuzin, J. C. Gay, "Mesure de perméabilité magnétique radiofréquence", note interne LETI (1986).
- [20] B.D. Culity, *Element of X-ray Diffraction*, Addison-Wesley, Reading, MA, p.284, (1979).
- [21] V. R. Inturi, J. A. Barnard, "The effect of nitrogen on soft magnetism in FeTaN films", *IEEE Trans. Mag.*, **31** (6), pp. 2660-2662, (1995).
- [22] B. Viala, M. K. Minor, and J. A. Barnard, "Lattice dilation and local anisotropy in nitrogenated iron-based soft magnetic films", *IEEE Trans Mag* , **32**, (5), pp. 3506-3508, (1996).
- [23] B. Ma, F. L. Wei, X. X. Liu, C. T. Xiao, and Z. Yang, "The effect of Ta on structure and magnetic properties in Fe-N films", *Mat. Sc. Eng.*, **B57**, pp. 97-101, (1999).
- [24] G. Herzer, "Grain structure and magnetism of nanocrystalline ferromagnets", *IEEE Trans. Mag.*, **25**, (5), pp. 3327-3329, (1989).
- [25] R. W. Gao, W. C. Feng, H. Q. Liu, B. Wang, W. Chen, G. B. Han, P. Zhang, H. Li , W. Li, Y. Q. Guo, W. Pan, X. M. Li, and M. G. Zhu, X. Li, "Exchange-coupling interaction, effective anisotropy and coercivity in nanocomposite permanent materials", *J. Appl. Phys.*, **94**, (1), pp. 664-668, (2003).
- [26] J. F. Löffler, H.-B. Braun and W. Wagner, "Magnetic Correlations in Nanostructured Ferromagnets", *Phys. Rev. Letter*, **85**, (9), pp1990-1993, (2000).
- [27] H. Hoffmann and T. Fujii, "The wall coercivity of soft magnetic films", *J. Magn. Magn. Mater.* **128**, (3), pp.395-400, (1993).
- [28] L. Varga, W. D. Doyle, "Measurements of the crystalline anisotropy sputtered single-crystal FeTaN thin films", *J. Appl. Phys.*, **79**, (8), pp.4995-4997, (1996).
- [29] M. Takahashi, H. Shoji, T. Shimatsu, H. Komaba, T. Wakiyama, "Soft magnetic properties of Fe-N and Fe-Si-N thin films sputtered in (Ar+N<sub>2</sub>) plasma", *IEEE Trans. Mag.*, **26** (5), 1990, pp. 1503-1505.
- [30] W. D. Doyle, T. F. Finnegam, "The effect of strain on the susceptibility of polycrystalline Ni-Fe films", *J. Appl. Phys.*, **39**, (7), pp. 3355-3364, (1994).
- [31] G. De Vries, *Physica*, **25**, pp.1221, 1959.
- [32] A. R. Chezan, C. B. Craus, N. G. Chechenin, T. Vystavel, J. Th. M. De Hosson, L. Niesen, D. O. Boerma, "Controlling the induced anisotropy in soft magnetic films for high frequency applications", *IEEE Trans. Mag.*, **38**, (5), pp. 3144-3146, (2002).
- [33] K. Nago, H. Sakakima, K. Ihara, "Microstructure and magnetic properties of Fe-(Ta, Nb, Zr)-N alloy films", *J. Magn. Soc. Jpn.*, **15**, pp.365-370, (1991).
- [34] G. Herzer, *Proc. Int. Symp. on 3d Transition-Semi Metal Thin Films*, Sendai, 1991, p. 130.
- [35] H. Fujiwara, *J. Phys. Soc. Jpn.*, **20**, pp. 2092 (1965).
- [36] M. Miura, A. Obata, "Crystallography and magnetic behaviour in crystallization process of FeTaC film", *IEEE Trans. Mag.*, **32**, (3), pp.1952-1958, (1996).

- [37] K. Fukamishi, R. J. Gambino, "The Curie temperature and magnetization of Fe-base amorphous binary alloys containing transition metal", IEEE Trans. Mag., 17, (6), pp. 3059 – 3061, (1981).
- [38] F. Wei, D. Wu, D. Zheng, B. Ma, Z. Yang, "Investigation of RF-sputtered Fe-Ta-N thin films", Mat. Sci. Eng. **B68**, pp.156-160, (2000).
- [39] J. C. Cates and C. Alexander, "Theoretical study on magnetostriction in FeTaN films", J. Appl. Phys., **75**, (10), pp. 6754-6756, (1994).
- [40] L. Varga, W. D. Doyle, T. Klemmer, P. J. Flanders, K. J. Kozaczek, "Magnetostriction Constants of Sputtered FeTaN Single Crystal Thin Films", IEEE Trans. Mag., 32, (5), pp. 3542-3544, (1996).
- [41] V. R. Inturi, J. A. Barnard, "The effect of nitrogen on soft-magnetism in FeTaN films", IEEE Trans. Mag. 31, (6), pp. 2660 – 2662, (1995).
- [42] P. Zou, W. Yu, J. A. Bain, "Influence of stress and texture on soft magnetic properties of thin films", IEEE Trans. Magn., **38**, (5), pp.3501-3520, (2002).
- [43] L. Varga, H. Jiang, T. J. Klemmer, W. D. Doyle, "Magnetostriction constants of (110) oriented epitaxially grown FeTaN thin films", IEEE Trans. Mag., **34**, (4), pp. 1441-1143, (1998).
- [44] M. K. Minor, J. A. Barnard, "Stress and microstructure of nanocrystalline FeXN (X = Ta, Si, and Al) thin films", J. Crystal Growth, **174**, pp. 501-505, (1997).
- [45] D. Pain, "Relations entre les propriétés magnétiques statiques et les propriétés en hyperfréquences de couches minces ferromagnétiques", thèse de l'université de Versailles Saint-Quentin-en-Yvelines soutenue en octobre 1999.
- [46] J. O. Rantschler, C. Alexander, "Ripple field effect on high-frequency measurements of FeTiN films", J. Appl. Phys. **93**, (10), pp.6665-6667, (2003).
- [47] K. Seemann, H. Leiste, V. Bekker, "New theoretical approach to the RF-dynamics of soft magnetic FeTaN films for CMOS components", J. Magn. Magn. Mat, **278**, pp.200-207, (2004)
- [48] Y. Murayama, "Micromagnetics on stripe domain films. I. critical cases", J. Phys. Soc. Jpn. 21, (11), pp. 2253- 2266, (1966).
- [49] K.H. Kim, Y. H. Kim, J. Kim, S. H. Han and H.J. Kim, "Thickness effect on magnetic properties in nanocrystalline Fe-Hf-N thin films", J. Magn. Magn. Mat., 215-216, (2000) pp. 428-430.
- [50] G. Suran, M. Naili, H. Niedoba, F. Machizaud, O. Acher, D. Pain, "Magnetic and structural properties of Co-rich CoFeZr amorphous thin films", J. Mag. Mag. Mat., **192**, pp. 443-457, (1999).
- [51] N. Vukadinovic, "Dynamic micromagnetic simulations of susceptibility spectra in thin films with non uniform magnetization distributions", IEEE Trans. Mag. 38, (5), pp. 2508 – 2513, (2002).
- [52] R. E. Jones, C. J. Spector, J. L. Williams, C.-J. Lin, "Magnetic Properties of Fe(N)/NiFe(N) Sputtered on Slopping Surfaces", IEEE Trans. Mag., **32**, (5), pp. 4588-4590, (1996).
- [53] E. W. Pugh, E. L. Boyd, F. F. Freedman, "Angle-of-incidence anisotropy in evaporated Nickel-Iron films", IBM Journal 1960, pp. 163-172

- [54] S. Ikeda, Y. Uehara, I. Tagawa, N. Takeguchi, M. Kakehi, “Soft magnetic properties and microstructure of high moment Fe-N-Al-O films for recording heads”, *IEEE Trans. Mag.*, **36**, (5), pp. 3470 – 3472, (2000).
- [55] K.H. Kim, Y. H. Kim, J. Kim, S. H. Han and H.J. Kim, “Effect of the sputtering input power on structural inhomogeneities in as-sputtered Fe-Hf-N thin films”, *J. Magn. Magn. Mat.*, **215-216**, pp. 368-371, (2000).
- [56] Y. Ma, X. Li, T. Xie, F. Wei, Z. Yang, “A study of sputtering process for nanocrystalline FeAlN soft magnetic thin films”, *Mat. Sc. Eng.* **B103**, pp.233-240, (2003).
- [57] H. Miyajima, K. Sato, Mizoguchi, “Simple analysis of torque measurement of magnetic thin films”, *J. Appl. Phys.*, **47**, (10), pp. 4669-4671, (1976).
- [58] A. Hosono and Y. Shimada, “Crystal structure and magnetic softness of Fe-Si polycrystalline films”, *J. Appl. Phys.* **67**, (11), pp. 6981-6990, (1990).





わ  
れ  
い  
ま  
こ  
こ  
に  
海  
の  
青  
さ  
の  
か  
ぎ  
り  
な  
し

山頭火

Me voilà  
Là où le bleu de la mer  
Est sans limite

Santoka



## Chapitre 3 : Développement de matériaux fortement résistifs à base de FeX

<b>Introduction .....</b>	<b>171</b>
<b>1 Etat de l'art sur les films de FeXO .....</b>	<b>171</b>
1.1 Films de FeHfO et FeTaO .....	171
1.2 Solubilité de N et O dans le fer.....	173
1.3 Techniques d'élaboration .....	173
<b>2 Conditions d'élaboration des films FeHfO et FeHfNO et propriétés associées .....</b>	<b>175</b>
2.1 Conditions de dépôt .....	175
2.2 Etude de la microstructure des films de FeHfO et FeHfNO .....	176
2.2.1 FeHfO .....	176
2.2.2 FeHfNO .....	178
2.3 Propriétés magnétiques et électriques.....	181
2.3.1 FeHfO .....	181
2.3.2 FeHfNO .....	185
2.3.3 Magnétostriction.....	187
2.4 Etude des propriétés magnétiques dynamiques .....	189
2.4.1 FeHfO .....	189
2.4.2 FeHfNO .....	191
2.5 Conclusion .....	195
<b>3 Influence de la température .....</b>	<b>196</b>
3.1 FeHfO.....	196
3.1.1 Recuits sous champ parallèle.....	196
3.1.2 Recuits sous champ transverse.....	197
3.2 FeHfNO.....	198
3.2.1 Recuits sous champ parallèle.....	198
3.2.2 Recuits sous champ transverse.....	201
3.3 Conclusion .....	202
<b>4 Mesure de la permittivité.....</b>	<b>203</b>
<b>5 Analyses microstructurales détaillées par TEM .....</b>	<b>205</b>
5.1 Films de FeHfO (oxydation seule sans nitruration) : étude avec taux d'oxygène croissant .....	205
5.1.1 (FeHf) <sub>90</sub> O <sub>10</sub> – (~ 10 % at. O soit 1,2 % vol. en O <sub>2</sub> ).....	205
5.1.2 (FeHf) <sub>80</sub> O <sub>20</sub> – (~ 20 % at. O soit 1,3 % vol. en O <sub>2</sub> ).....	206

<b>5.2 Oxydation et nitruration FeHfNO : étude avec taux vol. d'O<sub>2</sub> fixe (1,2 % O<sub>2</sub>) et des taux vol. de N<sub>2</sub> croissants .....</b>	<b>208</b>
5.2.1 (FeHf) <sub>80</sub> O <sub>15</sub> N <sub>5</sub> – (1,2 % vol. en O <sub>2</sub> et 1 % vol. en N <sub>2</sub> ) .....	208
5.2.2 (FeHf) <sub>80</sub> O <sub>15</sub> N <sub>5</sub> – (1,2 % vol. en O <sub>2</sub> et 2 % vol. en N <sub>2</sub> ) .....	210
5.2.3 (FeHf) <sub>50</sub> N <sub>47</sub> O <sub>3</sub> – (1,2 % vol. en O <sub>2</sub> et 3 % vol. en N <sub>2</sub> ) .....	213
<b>5.3 Synthèse des effets de l'oxydation seule et combinée à la nitruration .....</b>	<b>214</b>
5.3.1 Oxydation seule .....	214
5.3.2 Oxydation combinée à la nitruration .....	215
<b>6 Conclusion .....</b>	<b>217</b>
<b>Références .....</b>	<b>219</b>

## **Introduction**

Le développement et l'optimisation des films de FeTaN et FeHfN pour un usage en radiofréquence se sont achevés par le choix de ce dernier, en tant que compromis le plus favorable. Nous allons chercher maintenant à améliorer les performances de ce matériau du point de vue de sa résistivité. L'enjeu est d'augmenter la résistivité des films de FeHfN par l'addition d'une faible quantité d'oxygène pendant le procédé de nitruration que nous avons décrit au chapitre 2, tout en essayant d'en conserver les propriétés avantageuses qui consistent en une aimantation élevée et des propriétés magnétiques douces à haute fréquence.

Cette partie est donc consacrée à une étude beaucoup plus exploratoire. Elle sera décomposée en deux temps : le premier concerne les films de FeHfO, dont on s'attachera à comparer les effets de l'addition d'oxygène pur par rapport à ceux associés à l'incorporation d'azote dans les films de FeHfN, précédemment étudiés. Le second temps sera consacré aux films de FeHfNO, pour lesquels, nous étudierons les effets cumulés de l'addition de N et de O. Ces matériaux n'ont pas été développés ici dans le but d'être intégrés, à court terme, dans les architectures inductrices. En effet, ces alliages sont peu connus de l'état de l'art, voire même inconnus. C'est pour cette raison que notre étude a été essentiellement consacrée à la compréhension du mécanisme d'oxydation des films, soit seul, soit associé au procédé de nitruration. Dans la littérature, la plupart des études sur les films granulaires à base de fer se sont portées sur des films de FeXO avec X =Al, Ta, Hf, Cr [1-6], mais avec une concentration en élément d'addition X (> 10 % at.) beaucoup plus élevée que dans notre cas, et de ce fait, une aimantation à saturation plus faible. L'élément X, en forte concentration, contribuant souvent à l'amorphisation de l'alliage, on s'attend donc à avoir des différences notables aux niveaux de la microstructure et des propriétés magnétiques dans notre cas. Concernant les films de FeXNO, les seuls travaux, que nous connaissons, concernent les alliages de Fe-Al-N-O [7] et Fe-Al-Nb-N-O [8] pour lesquels très peu de résultats sont montrés.

L'objectif de cette étude est d'alimenter la réflexion (voir chapitre 5 sur la simulation) quant aux perspectives ultimes de l'intégration d'un film granulaire à forte aimantation, c'est-à-dire au delà des performances des composants utilisant le FeHfN que nous étudierons au chapitre 4. La première repose sur la résistivité du matériau magnétique. En effet, si le matériau FeHfN cumulait un caractère « isolant » (ou du moins une très forte résistivité), le plan magnétique pourrait être mis directement ou presque en contact avec la self d'où un confinement optimal du flux magnétique, d'une part, et les pertes capacitives entre la couche magnétique et la ligne de cuivre seraient supprimées, d'autre part. La deuxième concerne la tenue thermique modérée des films de FeHfN. En effet, comme nous venons de le voir, l'azote est un atome très mobile qui diffuse assez facilement avec la température (dès 100°C). Nous attendons une stabilité thermique plus grande y compris donc une fiabilité meilleure en présence d'une faible quantité d'oxygène.

## **1 Etat de l'art sur les films de FeXO**

### **1.1 Films de FeHfO et FeTaO**

Les propriétés des films de FeHfO et FeTaO ont été essentiellement étudiées par Hayakawa et al. [1]-[2]. Des films de 2-3  $\mu\text{m}$  d'épaisseur ont été élaborés par pulvérisation réactive sous atmosphère oxydante. Les propriétés microstructurales, magnétiques et électriques ont été regardées sur des films bruts de dépôt. Pour les films de FeHfO, selon la teneur en Hf et en O dans l'alliage, la microstructure est différente (figure III-1) :

- $0 < \text{Hf} < 7$  (% at.) et  $5 < \text{O} < 20$  (% at.) : le film est nanocristallin (bcc)
- $7 < \text{Hf} < 20$  (% at.) et  $15 < \text{O} < 35$  (% at.) : le film est nanocristallin (bcc) + amorphe
- $20 < \text{Hf} < 30$  (% at.) et  $5 < \text{O} < 35$  (% at.) : le film est amorphe
- $0 < \text{Hf} < 7$  (% at.) et  $35 < \text{O} < 55$  (% at.) : le film est un oxyde de Fe.

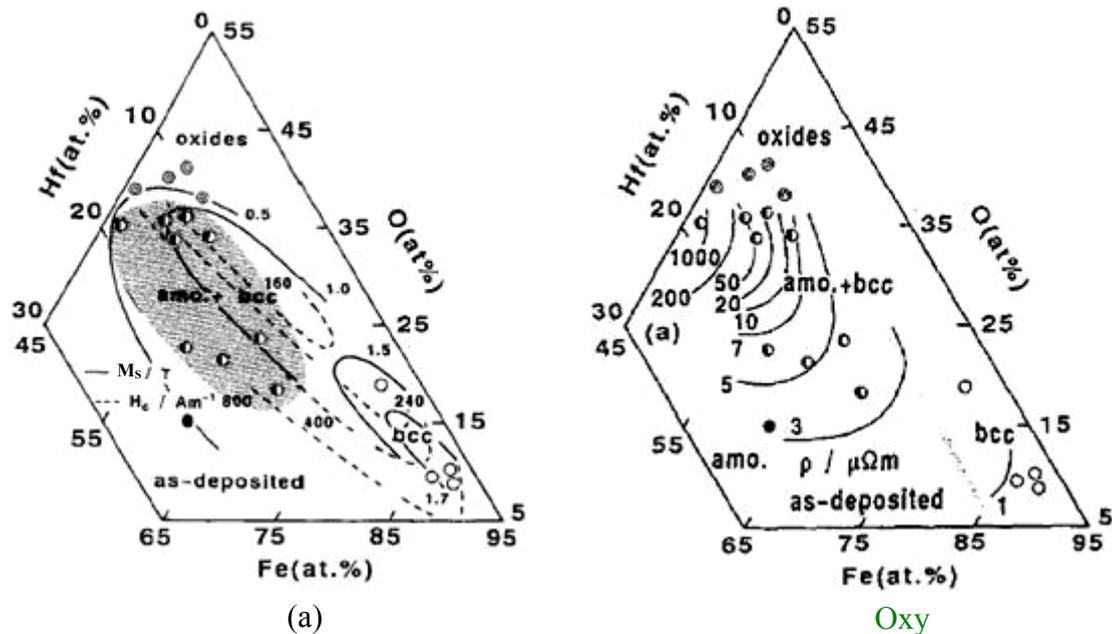


Figure III-1 : Dépendance de la microstructure, de l'aimantation à saturation  $M_s$ , du champ coercitif  $H_c$  (a) et de la résistivité  $\rho$  (b) en fonction de la composition de films de FeHfO, bruts de dépôt. Données extraites de [1]-[2]. Les cercles blancs représentent la phase bcc, les cercles noirs la phase amorphe, les cercles moitiés blancs et noirs, la phase amorphe et cristalline bcc et les doubles cercles, les oxydes.

La microstructure des films bruts de dépôt dépend essentiellement de la concentration atomique en Hf (ou en Ta) et est peu influencée par la teneur en O sauf pour l'oxyde de Fe (polycristallin). La résistivité augmente avec la teneur atomique en Hf (Ta) et en O. Les études se sont portées principalement sur deux alliages de microstructures différentes : le film de composition atomique  $\text{Fe}_{55}\text{Hf}_{11}\text{O}_{34}$  possédant une structure hétérogène ou encore appelé « granulaire » constituée de grains bcc dispersés dans une matrice amorphe et le film de composition atomique  $\text{Fe}_{64}\text{Ta}_{13}\text{O}_{23}$  consistant en une seule phase nanocristalline bcc. Les films bruts de dépôt ont des propriétés magnétiques douces lorsqu'ils ont une microstructure hétérogène ou granulaire constituée d'une matrice amorphe contenant des nanograins (diamètre  $< 10$  nm). Les plus fortes résistivités sont obtenues pour cette microstructure (jusqu'à  $10^5 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ ) puisque c'est celle qui permet l'insertion du plus grand nombre d'atomes de O (jusqu'à 35 % at.). Au-delà, il se forme des oxydes de fer.

A l'aide de spectres XPS définissant les énergies de liaisons dans l'alliage, ils ont démontré que l'oxygène se combinait préférentiellement avec l'Hf pour les films granulaires. Tandis que pour la phase bcc plus conventionnelle, les liaisons entre Ta et O sont plus faibles peut être à cause de la moins forte affinité de Ta avec O. Il se forme moins de composés  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ , donc moins d'oxygène est inséré dans le film et par conséquent, la résistivité ne

dépasse pas 500  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ . Les auteurs suggèrent que la phase amorphe est essentiellement constituée de  $\text{HfO}_2$  et que les nanograins sont riches en Fe. Les résistivités élevées proviennent de l'existence décisive de cette phase amorphe qui contient une très forte proportion de Hf et de O. Cependant, la structure granulaire ne retient qu'une aimantation modérée  $\sim 10$  kG contrairement à la phase bcc qui possède une plus forte aimantation (15 kG). On voit donc qu'il existe des tendances antagonistes entre ces deux grandeurs auxquelles s'ajoute la contrainte de conserver un caractère ferromagnétique doux.

Au regard de cet état de l'art, on en conclue qu'une structure hétérogène ou granulaire constituée d'une phase nanocristalline riche en Fe et de forte aimantation et d'une phase amorphe essentiellement constituée de précipités de  $\text{X}_n\text{O}_m$  à résistivité élevée est déterminante dans l'obtention d'un alliage fortement résistif et à aimantation élevée. Le caractère doux du film résulte, quant à lui, d'un compromis très difficile à réaliser entre la dispersion et la densité de la phase nanocristalline dans la matrice résistive mettant en jeu à la fois la taille des particules et la distance-inter particulaire. Notre approche est, en ce sens, très différente puisque nous partons d'un film initialement doux à la microstructure « nanocristalline » déjà optimisée grâce au procédé de nitruration. Nous allons alors chercher à oxyder préférentiellement la matrice amorphe qui devrait s'y prêter naturellement du fait de sa plus forte teneur en élément fortement oxydant, ici l'hafnium.

## **1.2 Solubilité de N et O dans le fer**

Des études plus anciennes dans le domaine de la métallurgie du fer se sont portées sur la solubilité de N dans différents alliages de FeX en fonction de l'élément d'addition X comme nous l'avons déjà dit [9]. En particulier, il a été montré que la présence de O réduisait la solubilité de N dans le fer liquide pur. A titre d'exemple, la solubilité de N est réduite de 8 % lorsque la concentration atomique de O dans les films de Fe augmente de 50 %. On s'attend donc en mélangeant les deux procédés avec N et O à avoir des effets antagonistes sur leur solubilité et d'autant plus marqués que Hf favorise la solubilité de N et O la réduit.

## **1.3 Techniques d'élaboration**

Plusieurs approches ont été envisagées dans la littérature pour incorporer de l'oxygène dans les films de FeX(N) afin d'obtenir la microstructure granulaire souhaitée. La première, dite « voie homogène », consiste à incorporer une faible quantité d'oxygène pendant le procédé de pulvérisation réactive, la seconde par « voie hétérogène » consiste en la copulvérisation de deux éléments [10] : l'un, contenant principalement du Fe et l'autre, un oxyde de X. Ces deux approches peuvent être combinées avec le procédé réactif utilisant  $\text{N}_2$ . Une troisième technique dite « nanolamination » souvent utilisée [10]-[11] revient à déposer un empilement alternant de fines couches magnétiques contenant principalement du Fe et de fines couches d'oxydes de X avec des épaisseurs de l'ordre du nanomètre. Puis la diffusion de l'oxygène de la couche isolante vers la couche magnétique se produit grâce à un recuit sous champ du fait du caractère métastable des films déposés.

Dans le cadre de travaux préliminaires à cette partie de la thèse, cette troisième méthode d'élaboration a d'abord été regardée. Des « nanolaminés » alternant couches fines de FeHfN entre 10 nm et 50 nm d'épaisseur et couches isolantes de HfO<sub>2</sub> ou de SiO<sub>2</sub> entre 5 nm et 25 nm d'épaisseur ont été déposées. A noter que des couches d'épaisseurs plus faibles seraient favorables mais n'ont pu être réalisées à cause de limites techniques à la machine de pulvérisation dédiée à notre travail. Des recuits sous champ magnétique à 150°C, 200°C, 250°C et 300°C ont ensuite été réalisés. La diffusion d'oxygène depuis les couches d'oxyde devrait être sélective et l'oxygène devrait migrer préférentiellement vers la phase amorphe de FeHfN (grâce à la forte concentration en Hf et à sa forte affinité naturelle avec O). Cependant, aucun résultat concluant n'a été observé, en particulier, aucune hausse de la résistivité n'a été constatée, seulement, une dégradation des propriétés magnétiques avec l'augmentation des températures de recuit. Il n'y a donc pas eu de diffusion d'oxygène peut être parce que les épaisseurs déposées ne sont pas assez fines pour conférer un caractère métastable aux films d'oxydes. L'oxygène est en effet trop stable dans la phase stœchiométrique de HfO<sub>2</sub> ou de SiO<sub>2</sub>. Cette approche hétérogène pour la réalisation d'un matériau granulaire reste cependant attrayante et sera poursuivie hors du cadre de cette thèse en recourant à la technique de pulvérisation par canon à ion (IBS), plus adaptée aux très faibles épaisseurs.

Dans un second temps, nous nous sommes intéressés à l'approche par co-pulvérisation. Des pastilles de FeHf ont été déposées sur une cible de HfO<sub>2</sub>. Les deux matériaux FeHf et HfO<sub>2</sub> sont alors pulvérisés simultanément sous flux d'azote. Les résultats obtenus ne sont pas satisfaisants ici non plus, bien que des résistivités relativement élevées aient été obtenues. Il est, en effet, difficile de trouver un compromis entre très forte résistivité et forte aimantation (figure III-2). De plus, les films bruts de dépôt ne sont plus doux. Des recuits sous champ magnétique à 250°C ou 300°C permettent cependant de restaurer les propriétés magnétiques douces et anisotropes. Cependant, les films, ainsi élaborés, contiennent trop de Hf et subissent par conséquent une amorphisation trop rapide. Si cette étude doit se poursuivre, il serait plus intéressant de travailler avec des éléments de Fe quasiment pur (ou avec une très faible quantité d'Hf) et associés à une cible de HfO<sub>2</sub>.

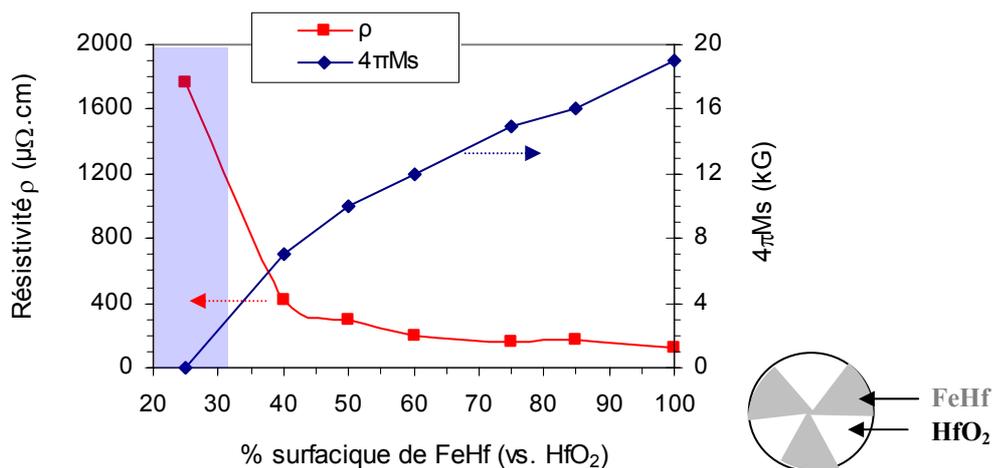


Figure III-2 : Résistivité et aimantation en fonction du pourcentage surfacique d'occupation des pastilles de FeHf par rapport à la cible de HfO<sub>2</sub>.

Finalement, l'élaboration du matériau granulaire par voies hétérogènes (nanolaminates et co-pulvé) n'ayant pas été concluante, la voie homogène par procédé doublement réactif N<sub>2</sub> + O<sub>2</sub> a été privilégiée et la suite de ce chapitre lui est consacrée.

## 2 Conditions d'élaboration des films FeHfO et FeHfNO et propriétés associées

### 2.1 Conditions de dépôt

Les conditions expérimentales sont identiques à celles du chapitre 2 qui traitait de la nitruration. Les films minces de FeHfO et de FeHfNO ont été élaborés à partir d'une cible de FeHf (10 % pds) sous flux mixte Ar + O<sub>2</sub> et Ar + O<sub>2</sub> + N<sub>2</sub>, respectivement. Les conditions de dépôt optimales sont les mêmes que celles fixées pour les films de FeHfN, soit, une pression de 3.10<sup>-3</sup> mbar, un débit de gaz de 50 cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup> et une puissance RF de 300 W.

Le procédé d'oxydation dépend ici du taux d'oxygène injecté dans l'enceinte. On reprend la même technique que celle utilisée pour la nitruration, à savoir, de l'oxygène pré-dilué dans de l'argon avec un taux de dilution de 10 % parvenant dans l'enceinte à partir d'une troisième ligne de gaz ajouté à l'ensemble. Le rapport volumétrique en oxygène est défini en utilisant la même convention que pour l'azote et que l'on notera taux volumique en O<sub>2</sub> en %. Pour le procédé combinant nitruration et oxydation, les taux volumiques en O<sub>2</sub> et en N<sub>2</sub> sont définis par les relations qui suivent. Les ajustements du débitV2 et du débitV3 par rapport au débit total permettent d'accéder à une large gamme de rapports volumétriques pour N<sub>2</sub> et O<sub>2</sub> et de façon indépendante allant de 0.1 % à 10 %.

$$\%O_2 = \frac{\tau' \cdot \text{débit}V3}{\text{débit}V1 + \text{débit}V2 + \text{débit}V3} \quad (\text{III-1})$$

$$\%N_2 = \frac{\tau \cdot \text{débit}V2}{\text{débit}V1 + \text{débit}V2 + \text{débit}V3} \quad (\text{III-2})$$

$\tau'$  : taux de dilution de O<sub>2</sub> (10 %)

$\tau$  : taux de dilution de N<sub>2</sub> (10 %)

débitV1 : débit sur la voie 1 : Ar seul (en cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>)

débitV2 : débit sur la voie 2 : Ar + N<sub>2</sub> (en cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>)

débitV3 : débit sur la voie 3 : Ar + O<sub>2</sub> (en cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>)

avec débitV1 + débitV2 + débitV3 = constante = 50 cm<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup>.

Nous avons étudié, dans un premier temps, l'effet de l'oxydation seul en ajoutant une faible quantité d'oxygène dans le plasma pendant l'élaboration des films de FeHf. Ceci nous a permis, d'une part, de définir préalablement une fenêtre de travail pour un taux d'oxygène entre 1.0 % et 1.3 % volumique et, d'autre part, d'analyser l'impact du procédé d'oxydation sur les propriétés microstructurales, électriques et magnétiques des films. Au-delà de 1.3 % volumique O<sub>2</sub>, il se forme systématiquement un oxyde de fer et, avant 1.0 % O<sub>2</sub>, aucun effet majeur n'est observé. Nous pouvons déjà constater, au terme de ces résultats préliminaires, que la fenêtre de travail avec l'oxygène est nettement plus restreinte qu'avec l'azote. Ensuite, nous avons procédé aux dépôts de FeHfNO selon le mode opératoire décrit au chapitre 2 pour l'effet de nitruration et en fixant un taux constant d'oxygène compris entre 1.0 % et 1.3 % à la vue des résultats précédents. L'azote est introduit dans l'enceinte en même temps que l'oxygène avec un pourcentage volumique compris entre 0 % et 5 %.

## 2.2 Etude de la microstructure des films de FeHfO et FeHfNO

Dans un premier temps, nous procédons à l'étude de films d'épaisseur 100 nm en regardant seulement l'effet de l'oxygène. Après avoir interprété les effets du mécanisme d'oxydation sur la microstructure des films de FeHfO, nous regarderons l'influence des deux procédés combinés  $N_2 + O_2$ . Pour des raisons de rapidité d'exécution, nous exploiterons ici systématiquement les résultats d'analyse XRD qui seront ensuite complétés par une étude plus fine par TEM au paragraphe 5.

### 2.2.1 FeHfO

Les spectres XRD des films FeHfO sont représentés sur la figure III-3 pour différentes quantités volumiques d'oxygène. Une comparaison des effets respectifs de l'addition en  $O_2$  et en  $N_2$ , centrée sur la raie (110), est présentée sur la figure III-4.

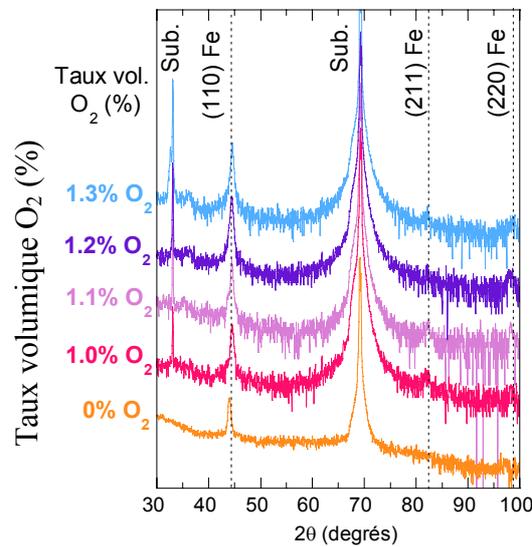


Figure III-3 : Spectres XRD pour les films FeHfO (10 % Hf en poids) en fonction du taux volumique en  $O_2$ .

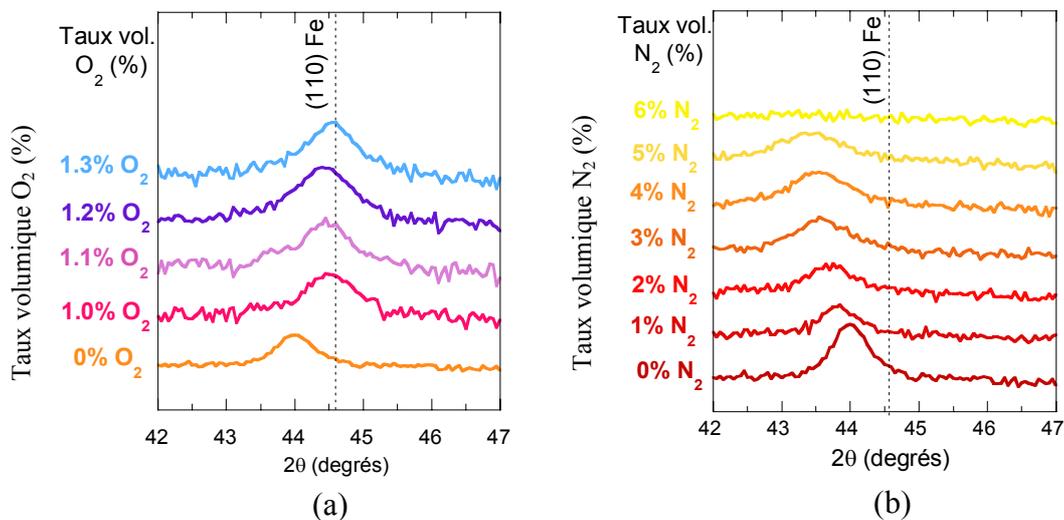


Figure III-4 : Comparaison des spectres XRD centrés sur la raie (110) du fer pour les films de FeHfO (a) et de FeHfN (b) en fonction des taux volumiques d'oxygène (a) et d'azote (b) respectifs.

Pour tous les films et jusqu'à 1.3 % vol. en O<sub>2</sub>, la microstructure consiste en une phase cristalline  $\alpha$ -Fe bcc texturée majoritairement (110) et secondairement (211). Pour un taux en O<sub>2</sub> croissant, le pic (110) se décale vers les grands angles et garde la même intensité. Le fait que les pics gardent la même intensité avec l'incorporation d'oxygène suggère que le matériau FeHfO conserve un caractère majoritairement polycristallin à la différence des films FeHfN qui possèdent en plus une phase intergranulaire amorphe.

L'estimation de la taille des grains par XRD à partir de la formule de Scherrer [12] est en bonne adéquation avec celle évaluée par TEM (voir paragraphe 5.1), de même que pour le paramètre de maille ( $a_0$ ) ou la distance inter-réticulaire ( $d_{110}$ ). Les teneurs atomiques en O ont par ailleurs été déterminées par EELS. La synthèse de ces résultats est présentée sur la figure III-5 qui est à rapprocher de la figure II-7 pour les films de FeHfN. Il est important de noter qu'aucune phase d'oxyde de fer, telle que FeO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ou Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> n'a été mise en évidence jusqu'à 1.3 % volumique en O<sub>2</sub>, ni par XRD ni par TEM. Ceci confirme l'hypothèse d'une oxydation préférentielle de Hf au bénéfice de Fe. De plus,  $d_{110}$  diminue avec l'augmentation du taux de O<sub>2</sub> et finit par égaler celle de Fe ( $d_{110}^{\text{Fe}} \sim 2.027 \text{ \AA}$ ). On peut donc supposer que les grains de FeHf s'appauvrissent en Hf au fur et à mesure de l'oxydation de ce dernier, pour au final former des grains de Fe pur. Les précipités d'oxydes, vraisemblablement HfO<sub>2</sub>, restent non détectables (y compris par TEM) en raison de leur fraction volumique très faible. Il est donc difficile de savoir si la formation de ces précipités relève d'une croissance cohérente à l'intérieur des grains ou d'une ségrégation aux joints de grains. En général, cette seconde hypothèse est privilégiée.

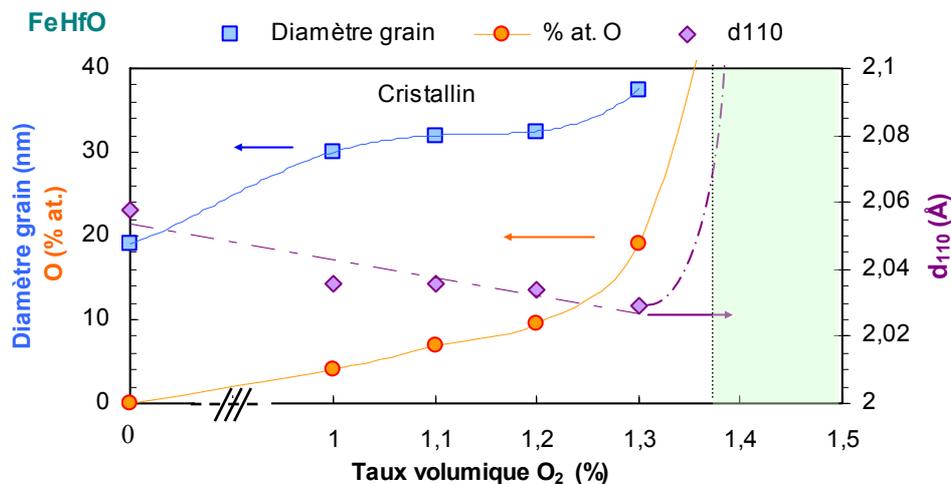


Figure III-5 : Illustration des effets du pourcentage volumique d'oxygène sur la taille des grains, sur la teneur atomique en oxygène et sur la distance des plans (110) pour les films FeHfO (Hf 10 % pds - épaisseur 100 nm).

La microstructure des films de FeHfO consiste donc en l'absence de matrice amorphe et en des grains dont la taille augmente avec le taux de O<sub>2</sub> avec formation probable, aux joints de grains, de précipités d'oxydes HfO<sub>2</sub>. Les effets de l'incorporation de l'oxygène dans les films de FeHf sont totalement opposés à ceux liés à l'incorporation d'azote. Les atomes de N se diluent principalement dans la maille de Fe conduisant à une distorsion importante de cette dernière et à une réduction de la taille des grains. A l'inverse, les atomes de O ne s'incorporent pas dans la maille de Fe, ne participant donc pas à l'oxydation de ce dernier comme souhaité. La maille cristalline ne subit pas de distorsion et la taille des grains augmente probablement sous l'effet de l'appauvrissement en atomes de substitution. Au delà de 1.3 % vol. O<sub>2</sub>, il se forme un oxyde massif de Fe de composition atomique approximative

Fe<sub>55</sub>O<sub>45</sub>. Les procédés d'oxydation et de nitruration ont donc des effets antagonistes. Nous allons maintenant étudier l'interaction des deux procédés (N<sub>2</sub> + O<sub>2</sub>).

### 2.2.2 FeHfNO

Afin d'expliquer méthodiquement les effets combinés de l'oxygène et de l'azote, nous avons procédé de la façon suivante. Pour chaque taux volumique fixe de O<sub>2</sub> (1.0 %, 1.1 %, 1.2 % et 1.3 %, respectivement), nous avons fait varier le taux volumique de N<sub>2</sub> (de 0 % à 4 %). Les spectres XRD correspondants sont représentés sur les figures III-6 (a), (b) et (c). De même que précédemment, la microstructure de certains films FeHfNO a été étudiée plus finement a posteriori grâce à des analyses TEM (voir paragraphe 5.2).

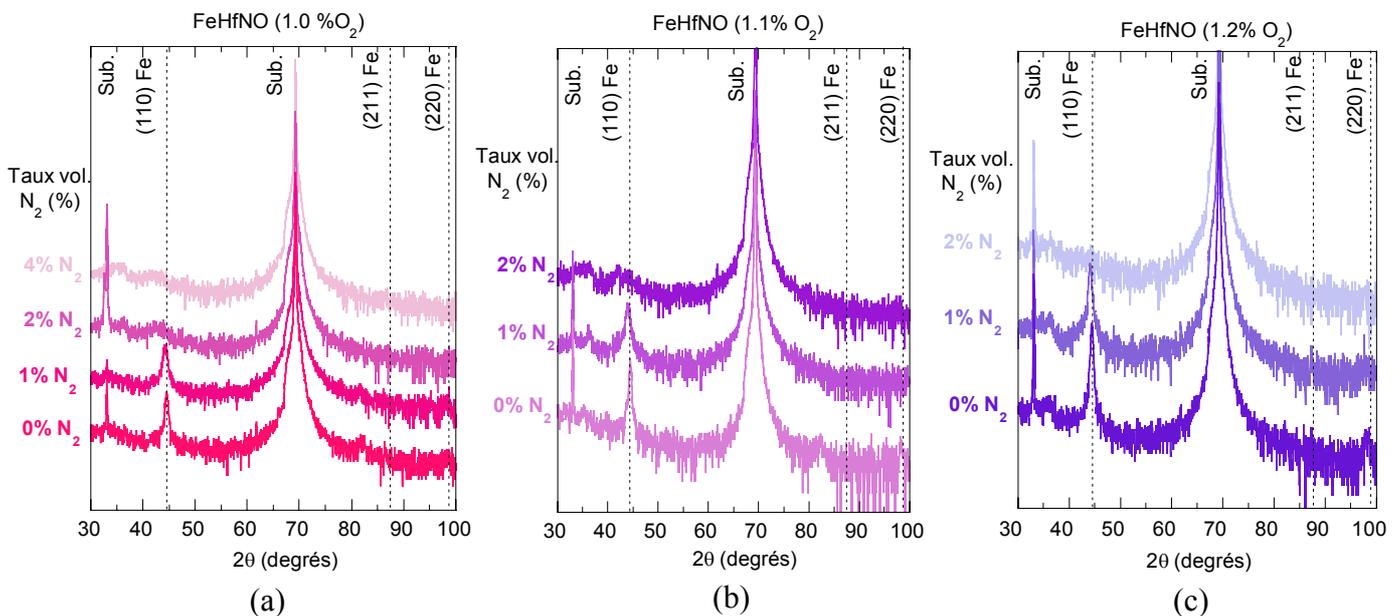


Figure III-6 : Spectres XRD pour les films FeHfNO (10 % Hf en poids) avec 1.0 % vol. en O<sub>2</sub> (a), 1.1 % vol. en O<sub>2</sub> (b) et 1.2 % vol. en O<sub>2</sub> (c) en fonction du taux volumique d'azote.

Pour un taux fixe d'oxygène, par exemple 1.0 % vol., et pour un taux d'azote croissant de 0 % à 4 % vol., les films sont constitués de la phase cristalline  $\alpha$ -Fe bcc, texturée (110). Lorsque l'azote est incorporé de façon progressive dans le film, le pic (110) se décale vers les petits angles et s'élargit conformément à ce que l'on a vu au chapitre 2. Cela signifie qu'en présence d'un taux modéré de O<sub>2</sub>, les atomes N continuent à s'insérer dans la maille au niveau des sites interstitiels comme pour les films de FeHfN. Jusqu'à 1 % vol. N<sub>2</sub>, les films sont encore majoritairement nanocristallins, constitués de nanograins de FeHfN enrobés par une phase intergranulaire amorphe vraisemblablement riche en Hf, N et O et par d'éventuels précipités de HfN, HfO<sub>2</sub> et HfNO. Par contre, à partir de 2 % vol. N<sub>2</sub>, le matériau devient quasi-amorphe alors qu'en l'absence de O<sub>2</sub>, cette transition « cristallin-amorphe » n'est observée qu'à partir de 5 % vol. N<sub>2</sub> (figure III-4 (b)). Si l'on compare maintenant l'ensemble des spectres XRD des films de FeHfNO pour différents taux fixes en O<sub>2</sub> avec ceux des films de FeHfN, on remarque que le matériau s'amorphise effectivement plus facilement en présence d'un taux d'oxygène croissant (jusqu'à 1.2 % vol.) et donc pour des taux critiques en N<sub>2</sub> (2 % vol.) de plus en plus faibles. La fenêtre de procédé pour laquelle le matériau possède la microstructure nanocristalline souhaitée se réduit donc avec l'incorporation d'oxygène.

De la même façon que précédemment, les grandeurs représentatives de la microstructure des films sont synthétisées sur les figures III-7 et III-8 qui suivent en fonction du taux volumique en N<sub>2</sub> et pour différents taux fixes en O<sub>2</sub>.

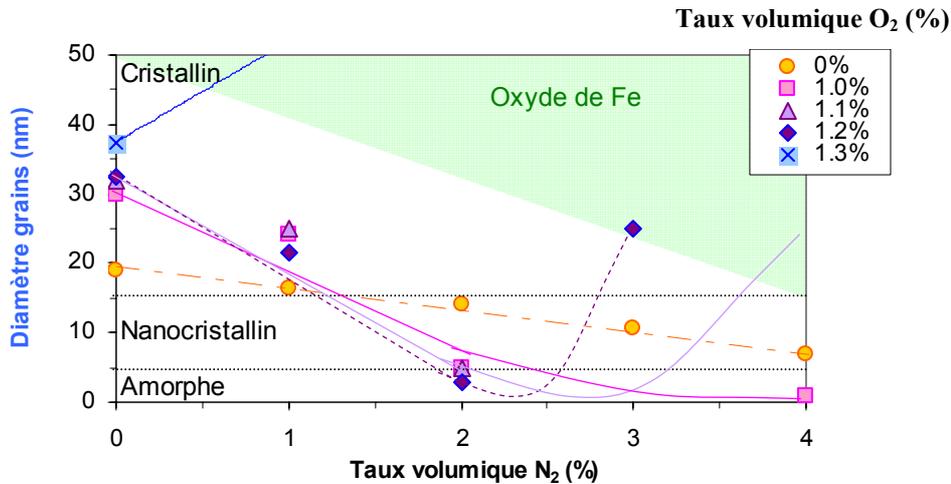


Figure III-7 : Illustration des effets de la nitruration sur la taille des grains pour les films FeHfNO avec 0 %, 1.0 %, 1.1 %, 1.2 % et 1.3 % vol. en O<sub>2</sub>, respectivement.

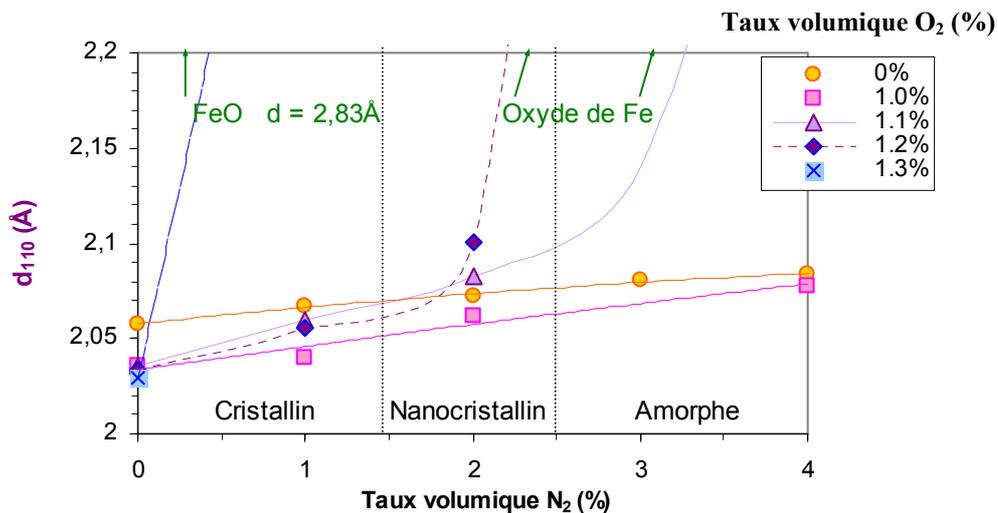


Figure III-8 : Illustration des effets de la nitruration sur la distance des plans (110) pour les films FeHfNO avec 0 %, 1.0 %, 1.1 %, 1.2 % et 1.3 % vol. en O<sub>2</sub>, respectivement.

Les effets antagonistes des deux procédés pris séparément restent observables ici, suggérant deux mécanismes bien distincts. Ainsi, la réduction de la taille des grains avec l'incorporation de N perdure avec la présence d'oxygène. Par ailleurs, l'oxygène conduit à des grains de diamètres initialement plus élevés. Par contre, la transition entre les états nanocristallin et amorphe, sous l'effet de la nitruration, est d'autant plus prématurée que le taux de O<sub>2</sub> augmente. La limite de solubilité en azote de la phase cristalline semble donc bien diminuer lorsque le taux d'oxygène est plus important en accord avec [9] (figure III-9). De plus, l'observation des résultats expérimentaux, dégageant des tendances distinctes et cohérentes entre elles, nous permet d'émettre une interprétation quand au mécanisme propre d'incorporation de O dans les films de FeHf.

Dans un premier temps (O<sub>2</sub> ≤ 1.2 % vol.), les atomes d'oxygène forment préférentiellement un oxyde avec Hf et non Fe en raison de leurs affinités chimiques respectives; ce qui était attendu. La formation des précipités de HfO<sub>2</sub> (a priori aux joints de

grains) a pour conséquence l'appauvrissement en éléments de substitution (Hf) de la phase nanocristalline initiale (FeHf). Dans ces conditions, le mécanisme propre de nitruration de cette phase s'apparente désormais plus à celui du fer pur (analogie avec les films de FeN) qu'à celui d'un alliage FeX.

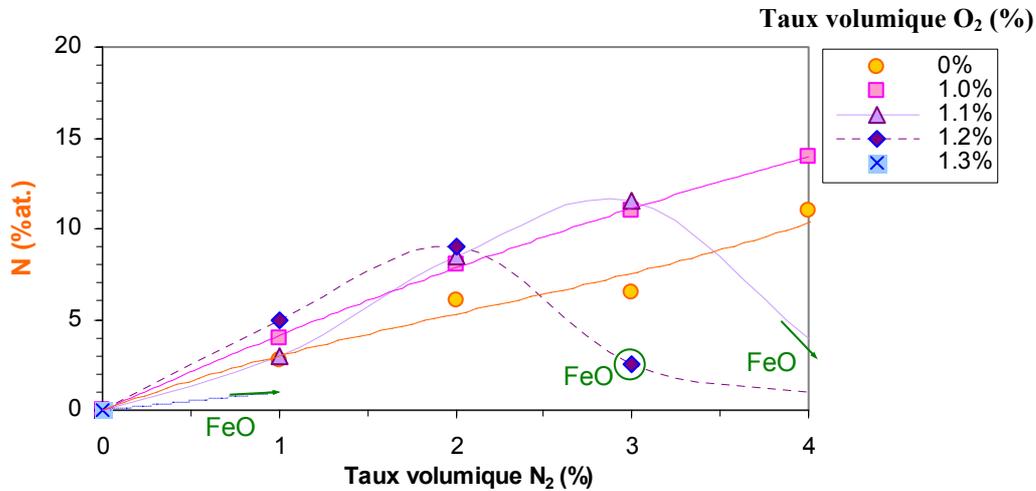


Figure III-9 : Illustration des effets de la nitruration sur la teneur en azote pour les films FeHfNO avec 0 %, 1.0 %, 1.1 %, 1.2 % et 1.3 % vol. en O<sub>2</sub>, respectivement.

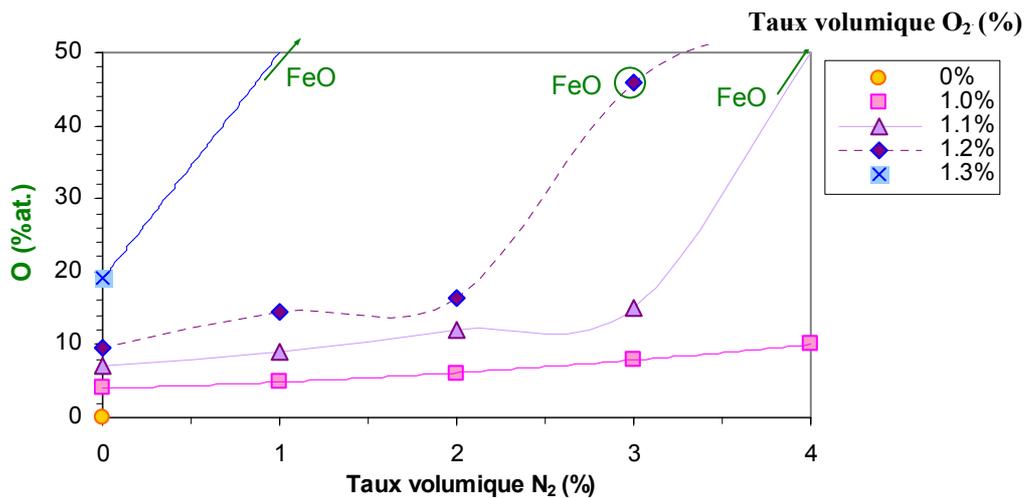


Figure III-10 : Illustration des effets de la nitruration sur la teneur en oxygène pour les films FeHfNO avec 0 %, 1.0 %, 1.1 %, 1.2 % et 1.3 % vol. en O<sub>2</sub>, respectivement.

L'ensemble des tendances observées devient alors parfaitement cohérent : diminution de la limite de solubilité de N, tendance à l'amorphisation plus rapide, dilatation de la maille moins importante, réduction de la taille de grains moins efficace. En somme, l'image ultime de la microstructure des films FeHfNO avant oxydation massive peut se résumer à celle d'une phase nanocristalline de FeN dispersée dans une matrice amorphe FeHfNO riche en Hf et principalement oxydée. Cette dernière contient vraisemblablement des précipités d'oxydes, de nitrures et d'oxynitrures de Hf.

Dans un second temps ( $O_2 > 1.2$  % vol.), l'observation d'une oxydation massive des films s'inscrit dans la continuité du mécanisme précédent. Ainsi, lorsque le taux d'oxygène est suffisant pour avoir « consommé » l'intégralité des atomes de Hf présents dans la phase FeHf, cette dernière se résume alors à une phase quasiment de Fe pur. Dans ces conditions, l'oxydation naturelle du fer devient préférentielle et l'emporte devant la nitruration.

## 2.3 Propriétés magnétiques et électriques

### 2.3.1 FeHfO

L'impact de l'oxydation seule a été comparé pour les propriétés magnétiques et électriques aux effets de la nitruration. Précisons que les mesures ont été effectuées sur des films bruts de dépôt, c'est-à-dire sans recuit intermédiaire, et d'épaisseur  $\sim 100$  nm. Les tendances propres aux films de FeHfO et de FeHfN pour l'aimantation  $4\pi M_s$ , la résistivité  $\rho$ , le champ coercitif  $H_C$  (EA) et le champ d'anisotropie  $H_k$  sont décrites sur les figures suivantes en fonction des pourcentages respectifs de  $O_2$  et de  $N_2$ .

#### a) Aimantation à saturation

Si l'on compare le comportement de  $4\pi M_s$  pour les films de FeHfO avec celui des films de FeHfN (figure III-11), on est assez surpris de constater que la tendance est d'abord sensiblement la même que l'on nitrure ou oxyde le matériau. L'aimantation à saturation décroît quasi-linéairement avec soit, le taux de  $O_2$ , soit, le taux de  $N_2$ . Les films de FeHfO retiennent une aimantation élevée ( $4\pi M_s \geq 12$  kG) avec l'incorporation d'oxygène grâce à l'oxydation de l'élément d'addition Hf qui évite une oxydation massive du Fe. Cependant, dans le détail, on constate que les valeurs de l'aimantation à saturation sont moins favorables avec l'incorporation de l'oxygène que de l'azote. Cela laisse supposer qu'il existe quand même une faible tendance à l'oxydation partielle d'un certain nombre d'atomes de fer contribuant directement à la dilution du moment intrinsèque de ce dernier.

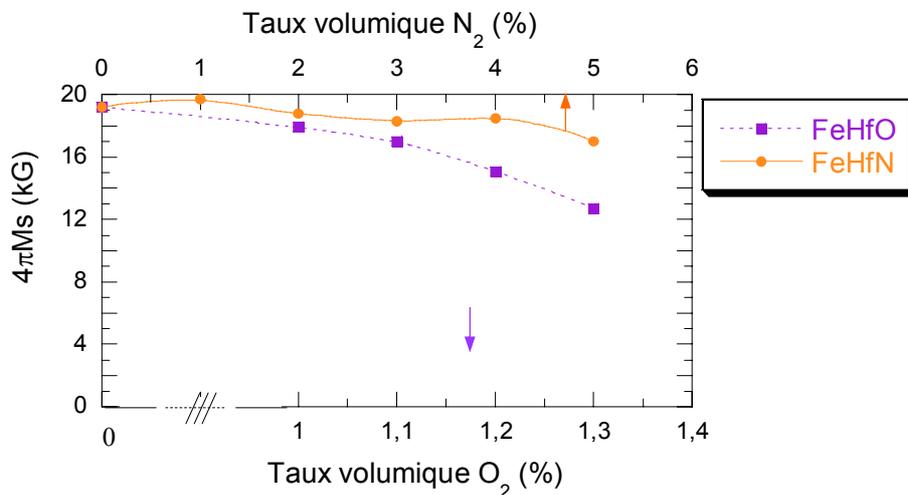


Figure III-11 : Aimantation à saturation ( $4\pi M_s$ ) pour les films de FeHfO en fonction du pourcentage volumique d'oxygène et comparée avec celle des films de FeHfN en fonction du taux volumique d'azote (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur).

Rappelons que pour le FeHfN, la diminution (plus modérée) de l'aimantation est associée à l'augmentation de la phase inter cristalline amorphe à faible aimantation (qui n'existe pas avec FeHfO) et non à une dilution directe du moment du fer. Cette contribution semble d'autant moins favorable avec FeHfO que l'on augmente la teneur en  $O_2$  ( $\geq 1.1$  %). Au-delà de 1.4 % vol. en  $O_2$ , on ne mesure plus d'aimantation, le matériau est un oxyde de fer paramagnétique. Pour autant, il est à noter que les films de FeHfO retiennent une aimantation

ultime de l'ordre de 12 kG avant de basculer dans l'état totalement oxydé, ce qui est bien plus élevé que généralement observé dans la littérature.

### b) Résistivité

Avant oxydation totale du film,  $\rho$  croît linéairement avec  $O_2$  jusqu'à  $\sim 250 \mu\Omega.cm$  (figure III-12). Les valeurs pour FeHfO sont alors de l'ordre du double de celles observées pour FeHfN. Cette tendance est imputable à l'oxydation majoritaire de Hf (et probablement aussi à celle de quelques atomes de Fe). Ces valeurs sont comparables aux données de l'état de l'art pour les films cristallins FeXO [1], mais en deçà de celles des films amorphes [1]-[2] atteignant  $\sim 900 \mu\Omega.cm$ . Cet écart est due à la teneur en Hf plus grande dans ce cas (11 % contre 3 % at.).

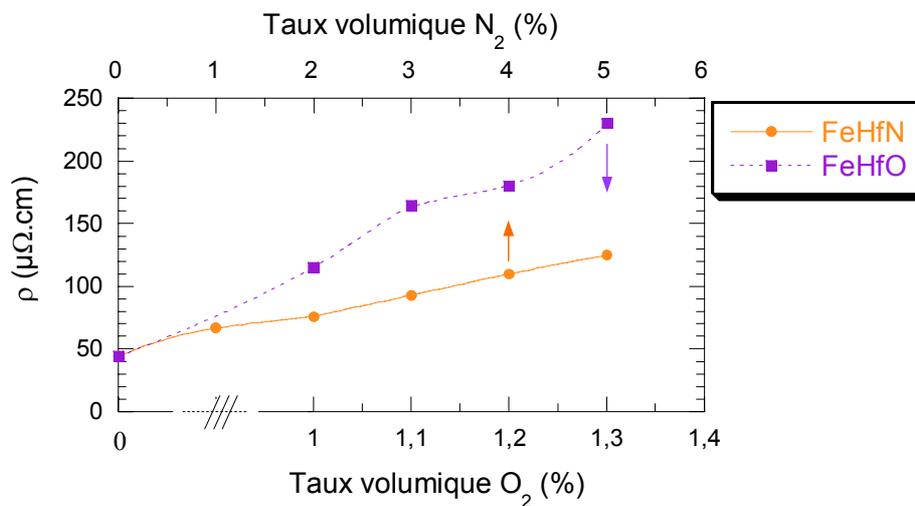


Figure III-12 : Résistivité ( $\rho$ ) pour les films de FeHfO en fonction du pourcentage volumique d'oxygène et comparée avec celle des films de FeHfN en fonction du taux volumique d'azote (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur).

### c) Champ coercitif

L'évolution de  $H_c$  en fonction de  $O_2$  est illustrée sur la figure III-13. Dès 1,0 % vol. en  $O_2$  et jusqu'à l'oxydation complète, les films de FeHfO présentent étonnamment des propriétés magnétiques douces alors qu'ils ne possèdent pas une microstructure véritablement nanocristalline (grains de  $\sim 30$  à  $40$  nm de diamètre et absence de matrice amorphe).  $H_c$  augmente cependant légèrement avec O en lien avec l'augmentation de la taille des grains. L'instauration d'un caractère doux dans ces conditions est en opposition avec les résultats de la littérature [1].

Ces résultats contrastent, à première vue, avec l'origine des propriétés magnétiques douces dans les films de FeHfN qui est due principalement à la réduction de la taille des grains avec la nitruration. Les faibles valeurs de  $H_c$  ne sont observables que lorsque la taille des grains est suffisamment réduite ( $\leq 10$  à  $15$  nm), en lien avec une dépendance en  $D^2$  comme nous l'avons vu au chapitre 2. Par contre, on peut constater que  $H_c$  varie ici aussi en  $D^2$  mais avec un minimum centré sur une taille moyenne de grains plus grande (figure III-14). Cela laisse penser que l'origine des propriétés magnétiques douces dans FeHfO relève ici encore du concept d'anisotropie magnétocristalline évanescence mais dans des proportions

bien moins importantes [13]. On peut alors supposer que, du fait des changements importants dans la composition de la phase ferromagnétique (appauvrissement en Hf, oxydation partielle de Fe ...), les constantes magnétiques monocristallines ( $K_1$ ,  $K_2$ ,  $\lambda_{111}$ ,  $\lambda_{110}$  ...) soient profondément modifiées et dans un sens qui serait favorable ici. La vérification de cette hypothèse sort cependant du cadre de cette étude.

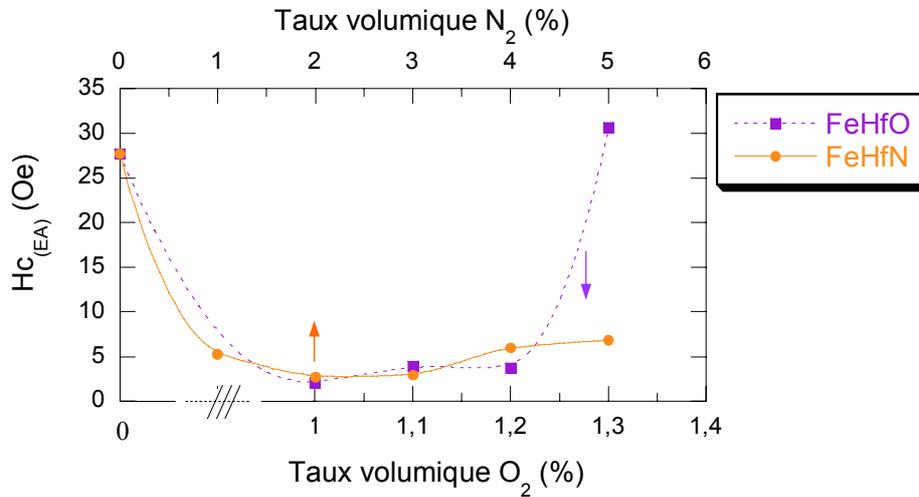


Figure III-13 : Champ coercitif sur l'axe facile ( $H_{c(EA)}$ ) pour les films de FeHfO en fonction du pourcentage volumique d'oxygène et comparé avec celui des films de FeHfN en fonction du taux volumique d'azote (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur).

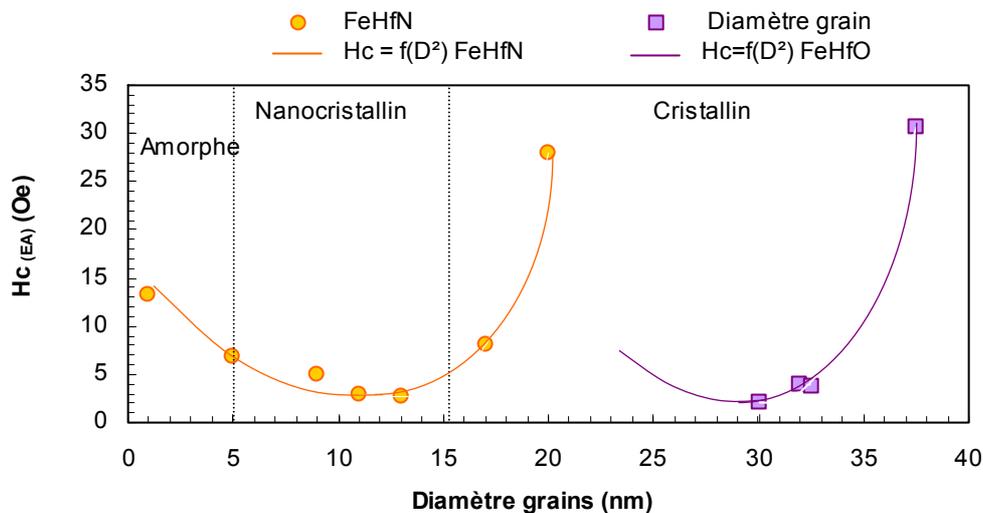


Figure III-14 : Champ coercitif sur l'axe facile ( $H_{c(EA)}$ ) en fonction de la taille des grains pour les films de FeHfO et pour les films de FeHfN, respectivement (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur).

#### d) Champ d'anisotropie

Ici encore, contre toute attente, les films de FeHfO (bruts de dépôt) possèdent une anisotropie uniaxiale marquée ( $H_k > 30$  Oe) avec des valeurs qui augmentent avec le pourcentage d' $O_2$  jusqu'à 70 Oe (figure III-15). De plus, il est important de noter que les valeurs de  $H_k$  sont « négatives ». Précisons que par « valeur négative », nous entendons par convention que l'axe de facile aimantation est à  $90^\circ$  de la direction du champ appliqué pendant le dépôt (l'axe difficile coïncide donc ici avec ce dernier). Ce résultat est doublement

surprenant car les grains ferromagnétiques sont pratiquement constitués de Fe pur comme l'on vient de le voir. Ils ne peuvent donc pas posséder d'anisotropie induite (par le champ magnétique appliqué pendant le dépôt ou le recuit des films) puisque ce type d'anisotropie est généralement du à un ordre chimique entre deux éléments (par exemple FeNi ou FeN).

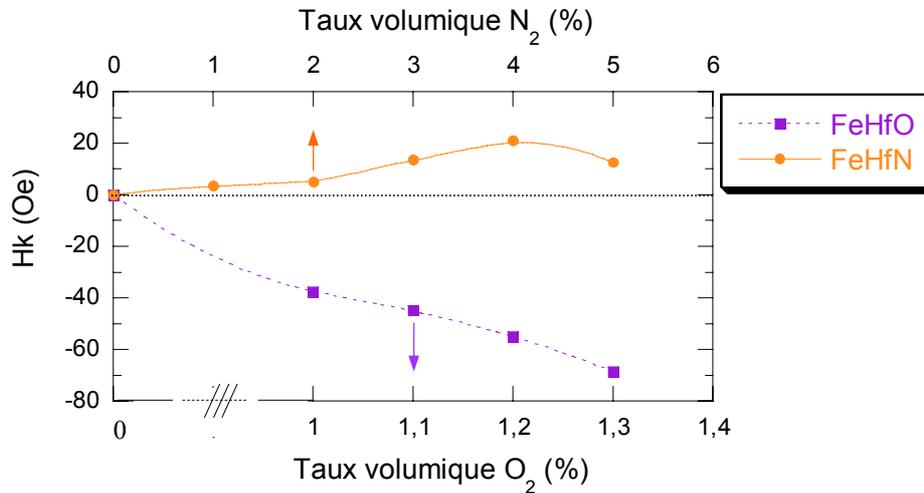


Figure III-15 : Champ d'anisotropie uniaxiale ( $H_k$ ) pour les films de FeHfO en fonction du pourcentage volumique d'oxygène et comparé avec celui des films de FeHfN en fonction du taux volumique d'azote (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur).

L'analogie avec les films de FeHfN s'arrête donc là puisque, d'une part, les valeurs de  $H_k$  sont négatives et que, d'autre part, l'origine de  $H_k$  ne peut s'expliquer par la déformation tétragonale de la maille avec occupation préférentielle de sites octaédriques parce que ce phénomène n'a pas lieu avec l'incorporation de O. Notons également que la valeur maximale de  $H_k$  avant que le film ne soit totalement oxydé est particulièrement élevée ( $\sim 70$  Oe contre  $\sim 20$  Oe pour FeHfN). Les origines de l'anisotropie induite sont donc fondamentalement différentes dans les deux cas. A notre connaissance, l'origine propre à l'existence d'une anisotropie induite dans le FeHfO n'est pas connue.

Par contre, cet effet de rotation à  $90^\circ$  de la direction de facile aimantation a déjà été observé dans FeAlO [3] et dans FeTaN [14]. Dans le premier cas, l'hypothèse d'un couplage anisotrope inter-particules qui permet d'expliquer un certain nombre de propriétés du film n'établit cependant pas l'origine exacte de cette anisotropie. Dans le second cas, il est montré que, par minimisation des énergies magnétocristalline et magnétoélastique, il peut exister un cas favorable à la rotation de  $90^\circ$  de l'axe facile pour une valeur spécifique du couple  $\lambda_s \cdot \sigma$ . Cette explication ne semble pas adaptée à notre cas puisque, contrairement au FeHfN, la maille de FeHfO est a priori intrinsèquement peu contrainte (appauvrissement en Hf et éventuellement précipitation cohérente de HfO<sub>2</sub>). Le caractère magnétostrictif des films FeHfO est également beaucoup plus modéré ( $\sim$  proche du fer pur) que celui des films FeHfN comme nous allons le voir.

### 2.3.2 FeHfNO

L'aparté qui précédait était consacré aux films de FeHfO ce qui va nous permettre de mieux comprendre les effets cumulés de l'oxydation et de la nitruration dans les films de FeHfNO. Il a aussi permis de mettre en évidence des propriétés attractives et totalement inattendues qui font des films (FeHf)<sub>80</sub>O<sub>20</sub> des candidats potentiels à part entière pour un usage en RF. Le compromis  $4\pi Ms \sim 12$  kG,  $H_k \sim 70$  Oe et  $\rho \sim 250$   $\mu\Omega.cm$  est en effet intéressant. Toutefois, l'origine de l'anisotropie induite et son renversement à 90° de la direction attendue reste incomprise. Nous avons vu également en ce qui concerne la microstructure des films FeHfNO, qu'en mixant les deux procédés (N<sub>2</sub> + O<sub>2</sub>), leurs effets respectifs coexistent et se combinent. Nous nous intéressons maintenant à leur impact sur les propriétés magnétiques. De la même manière que précédemment, nous regardons l'évolution des propriétés magnétiques et électriques ( $4\pi Ms$ ,  $H_C$  (EA),  $H_k$  et  $\rho$ ) en fonction du taux en N<sub>2</sub> et pour différents taux fixes en O<sub>2</sub> (0 %, 1.0 %, 1.1 %, 1.2 %, 1.3 %).

#### a) Aimantation à saturation et résistivité

Les comportements de  $4\pi Ms$  et  $\rho$  en fonction du taux volumique en N<sub>2</sub> sont décrits sur les figures III-16 et III-17 respectivement. Pour un taux fixe de O<sub>2</sub>,  $4\pi Ms$  décroît linéairement avec N<sub>2</sub> et la décroissance est d'autant plus marquée que l'alliage contient de l'oxygène en plus grande quantité (figure III-16). Pour la résistivité, la tendance est inversée (figure III-17). De plus, on note que  $\rho$  dépend encore linéairement de N<sub>2</sub> et que la nitruration semble favoriser l'incorporation d'oxygène dans le matériau à travers la phase amorphe. Avec ces deux effets combinés,  $\rho$  augmente de 120 à plus de 10<sup>3</sup>  $\mu\Omega.cm$  mais  $4\pi Ms$  diminue et tend vers des valeurs faibles (< 5 kG).

Si l'on se réfère à la figure III-11, le cumul des effets propres à N<sub>2</sub> et O<sub>2</sub> conduit ici à une diminution beaucoup plus importante de l'aimantation qui devient rapidement inférieure à 10 kG. On peut penser, en premier lieu, que la fraction volumique de phase amorphe (à faible  $4\pi Ms$ ) propre au mécanisme de nitruration est amplifiée par la présence de O<sub>2</sub> qui conduit à une amorphisation plus rapide comme on l'a vue. On peut penser aussi que l'oxydation minoritaire du fer propre au processus d'oxydation est augmentée par la présence de N<sub>2</sub>. A l'inverse de l'aimantation, le cumul des effets est ici bénéfique à la résistivité qui dépasse 10<sup>3</sup>  $\mu\Omega.cm$  et peut atteindre des valeurs très élevées de l'ordre de 10<sup>4</sup>  $\mu\Omega.cm$  avant oxydation massive du film.

En somme, la combinaison N<sub>2</sub> + O<sub>2</sub> permet donc d'atteindre les niveaux de résistivité souhaités ( $\geq 10^4$   $\mu\Omega.cm$ ) mais les films ne retiennent qu'une aimantation modérée ( $\leq 10$  kG). Le meilleur compromis semble être  $\rho \approx 500$   $\mu\Omega.cm$  et  $4\pi Ms \approx 12$  kG. Cela ne répond pas pleinement au cahier des charges que nous nous étions fixés ( $\rho \geq 10^3$   $\mu\Omega.cm$  et  $4\pi Ms \geq 15$  kG) mais reste parmi les meilleurs résultats de la littérature. Bien que notre approche soit originale au sens de mixer les effets propres à la nitruration et à l'oxydation pourtant sélective, elle montre la grande difficulté à concilier ces deux grandeurs avec les films granulaires. Nous avons anticipé correctement le caractère sélectif de l'oxydation au profit de Hf (et non de Fe) et supposé à juste titre que la microstructure propre au film nitruré, notamment de part la présence de la phase amorphe riche en Hf, était favorable à l'augmentation de  $\rho$  tout en conservant un  $4\pi Ms$  élevé. Ceci est effectivement vérifié mais avec des résultats en dessous de nos espérances. En effet, l'oxydation sélective à l'intérieur

même des grains de FeHf(N) conduisant à l'appauvrissement en Hf de ces derniers et finalement à l'oxydation (bien que partielle) de la phase ferromagnétique est en ce sens inattendue et défavorable.

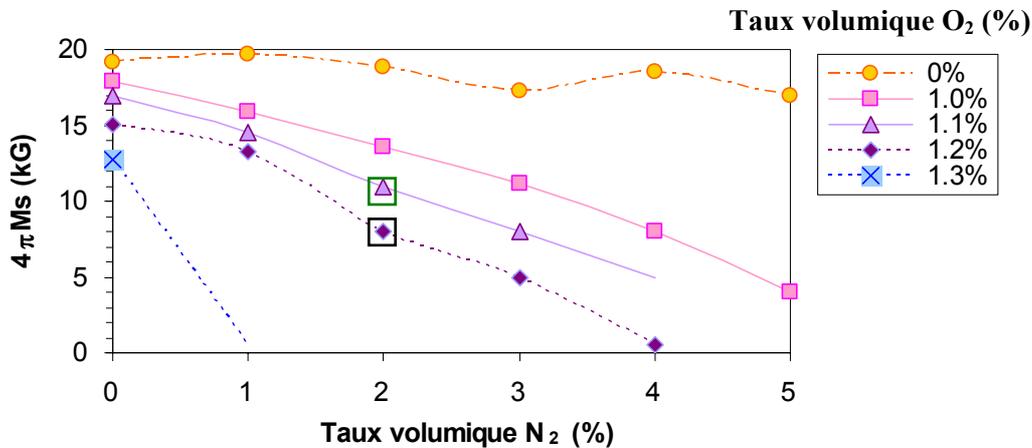


Figure III-16 : Aimantation à saturation ( $4\pi Ms$ ) des films de FeHfNO en fonction du pourcentage d'azote pour cinq concentrations fixes en oxygène (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur).

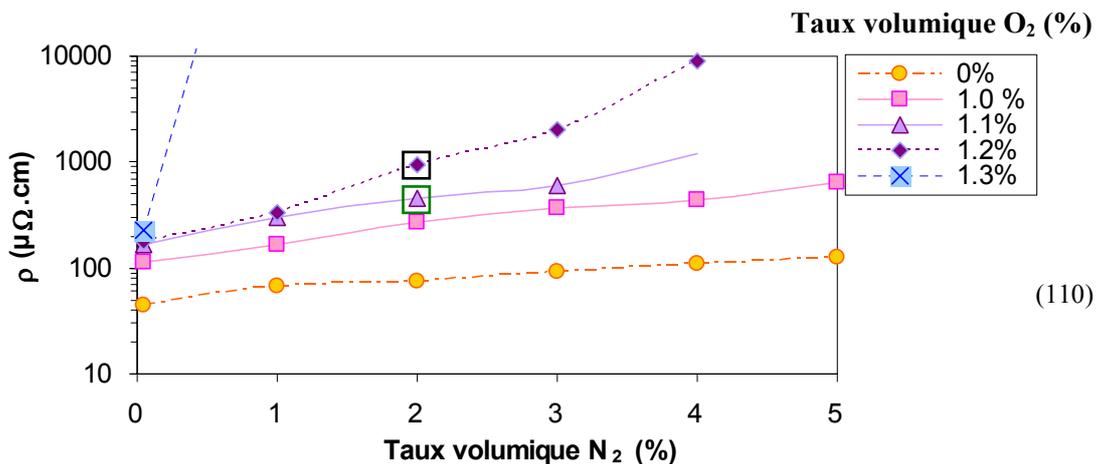


Figure III-17 : Résistivité ( $\rho$ ) des films de FeHfNO en fonction du pourcentage d'azote pour cinq concentrations fixes en oxygène (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur).

### b) Champ coercitif et champ d'anisotropie

Les comportements respectifs du champ coercitif et du champ d'anisotropie sont décrits à leur tour sur les figures III-18 et III-19. Ici, le matériau bénéficie d'abord de l'avantage propre à l'ajout de O<sub>2</sub> qui rend le film initialement doux (sans N<sub>2</sub>). Ensuite, comme les atomes d'azote continuent à se dissoudre interstitiellement dans la maille du fer, le caractère magnétique doux du film continue à s'améliorer par réduction de la taille des grains (figure II-18). Ainsi, pour des pourcentages volumiques de O<sub>2</sub> ≤ 1.1 %, le procédé mixte N<sub>2</sub> + O<sub>2</sub> est très avantageux tant que la structure est nanocristalline. A l'inverse, le procédé mixte devient désavantageux quant à la largeur de la fenêtre de procédé qui garantit un comportement doux. En effet, en réduisant fortement la limite de solubilité en azote, la transition « nanocristallin/amorphe » qui marque la fin des propriétés magnétiques douces arrive de façon plus prématurée.

Concernant l'évolution du champ d'anisotropie, les constats sont plus mitigés. En effet, l'incorporation d'azote continue à être effective au sens de promouvoir un champ d'anisotrope induit. Par contre, ce dernier s'oppose (en signe) à celui imposé par l'incorporation d'oxygène, si bien que  $H_k$  croît mais d'une valeur négative vers zéro (figure II-19). On peut alors poser la question quant au caractère « faussement » isotrope du film à  $H_k = 0$  puisqu'il pourrait résulter de l'équilibrage des contributions des axes faciles propres aux deux mécanismes. Nous verrons cela plus loin en détails en regardant les aspects dynamiques et tout particulièrement pour trois alliages repérés par les lettres A, B et C sur la courbe III-20.

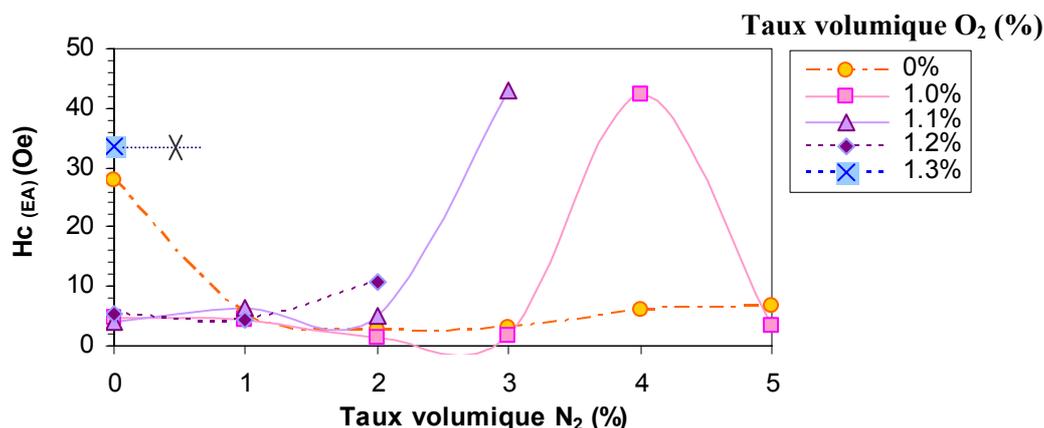


Figure III-18 : Champ coercitif ( $H_{cEA}$ ) des films FeHfNO en fonction du pourcentage d'azote pour cinq concentrations fixes en oxygène (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur).

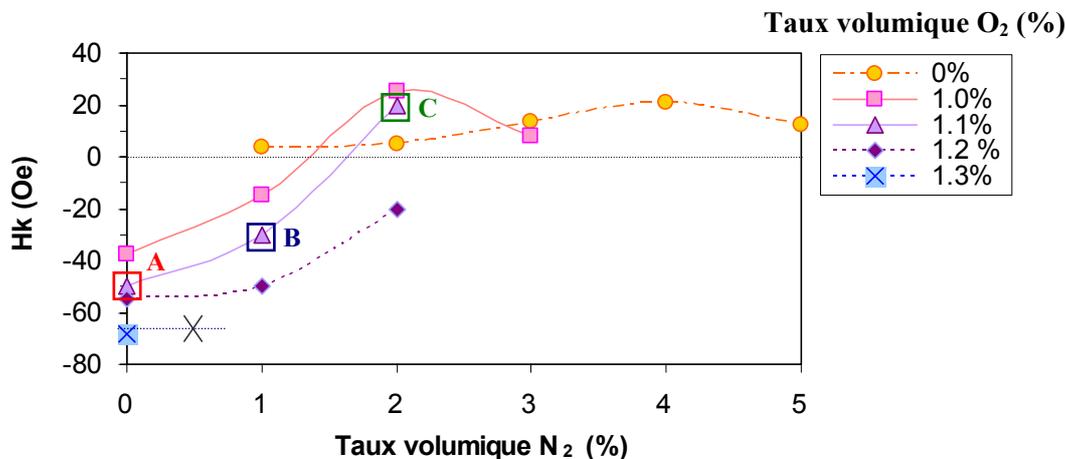


Figure III-19 : Champ d'anisotropie ( $H_k$ ) des films FeHfNO en fonction du pourcentage d'azote pour cinq concentrations fixes en oxygène (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur).

### 2.3.3 Magnétostriction

Les tendances observées sur la figure III-20 sont fondamentalement différentes pour les deux films FeHfO et FeHfN. En effet, si les deux comportements partent d'une valeur initiale négative qui devient ensuite rapidement positive, les niveaux maxima de magnétostriction sont très différents avec  $\sim 20 \cdot 10^{-6}$  pour le FeHfN contre  $\sim 2 \cdot 10^{-6}$  pour le FeHfO. Ceci confirme que le caractère fortement magnétostrictif des films FeXN est propre au mécanisme d'incorporation de l'azote. Dans le cas des films de FeHfO, on peut supposer

que le changement modéré de la magnétostriction par rapport aux films de départ est imputable aux modifications (elles mêmes modérées) des constantes  $\lambda_{100}$  et  $\lambda_{111}$  sous les effets cumulés de l'appauvrissement en Hf de la maille de Fe et un début probable d'oxydation. L'avantage est ici au profit des films de FeHfO.

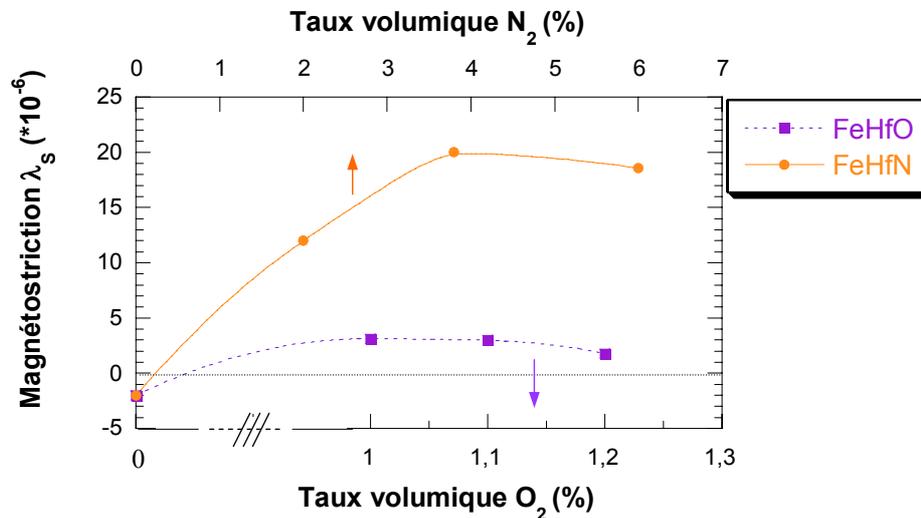


Figure III-20 : Magnétostriction à saturation ( $\lambda_s$ ) pour les films de FeHfO en fonction du pourcentage volumique d'oxygène et comparée à celle des films de FeHfN en fonction du taux volumique d'azote (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur).

Après avoir regardé l'effet de l'incorporation d'oxygène seul dans les films de FeHf sur la magnétostriction, passons maintenant aux effets combinés de O<sub>2</sub> + N<sub>2</sub>. Nous ne disposons ici que des valeurs pour 0 % et 1.0 % volumique en oxygène. Les résultats sont reportés sur la figure III-21. Comme observé précédemment sur les autres propriétés physiques des films FeHfNO, on constate que le mécanisme propre à N<sub>2</sub> perdure en présence de O<sub>2</sub> mais sur une plage plus étroite. Il s'en suit une augmentation linéaire de  $\lambda_s$  qui atteint des valeurs maximales équivalentes  $\sim 20 \cdot 10^{-6}$ . La différence consiste dans le fait que cette valeur maximale est atteinte plus rapidement, du fait de la diminution de la limite de solubilité en N de la maille de FeHf qui s'appauvrit en Hf sous l'effet de O<sub>2</sub> comme on l'a dit.

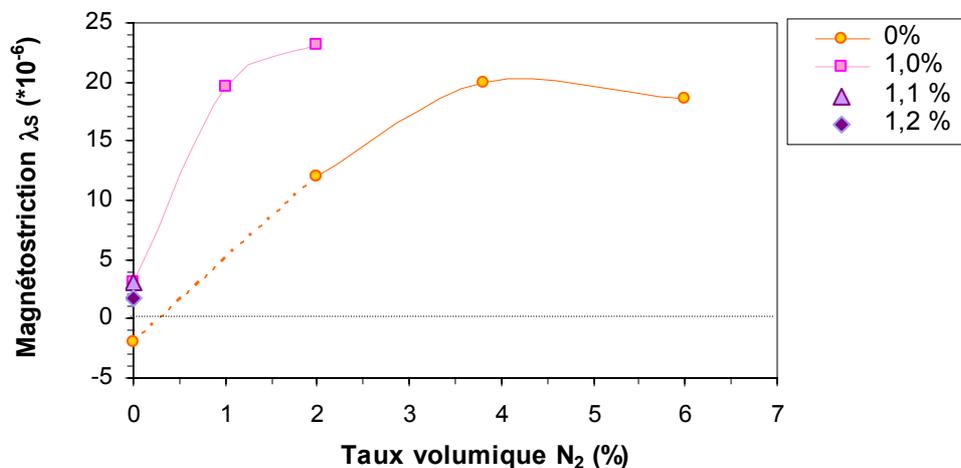


Figure III-21 : Magnétostriction à saturation ( $\lambda_s$ ) des films FeHfNO en fonction du pourcentage d'azote pour deux concentrations fixes en oxygène (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur).

## 2.4 Etude des propriétés magnétiques dynamiques

Nous venons d'analyser l'effet de l'oxydation seule et l'effet combiné de l'oxydation et de la nitruration sur les propriétés magnétiques statiques et électriques, nous allons maintenant nous focaliser sur les propriétés magnétiques dynamiques de ces films. Avec la même démarche, les spectres de perméabilité en fréquence des films de FeHfO seront d'abord exploités suivis de ceux correspondant aux films de FeHfNO. Seuls les spectres les plus représentatifs sont présentés ici; les autres sont exposés en annexe 7. Le modèle LLG a été appliqué systématiquement à chaque spectre. Les valeurs de perméabilité basse fréquence  $\mu_{DC}$ , de fréquence de résonance ferromagnétique FMR et de coefficient d'amortissement  $\alpha$  seront détaillées à partir de leur extraction par ce modèle théorique.

### 2.4.1 FeHfO

Rappelons que les films de FeHfO présentent une anisotropie induite marquée mais dont la direction est à  $90^\circ$  de la direction d'application du champ magnétique pendant le dépôt et dont l'origine reste inconnue. Nous avons donc regardé la perméabilité dynamique selon l'axe difficile réel. Les mesures confirment un comportement dynamique tout à fait standard comme illustré sur la figure III-22 suivante pour différents taux volumiques en  $O_2$ .

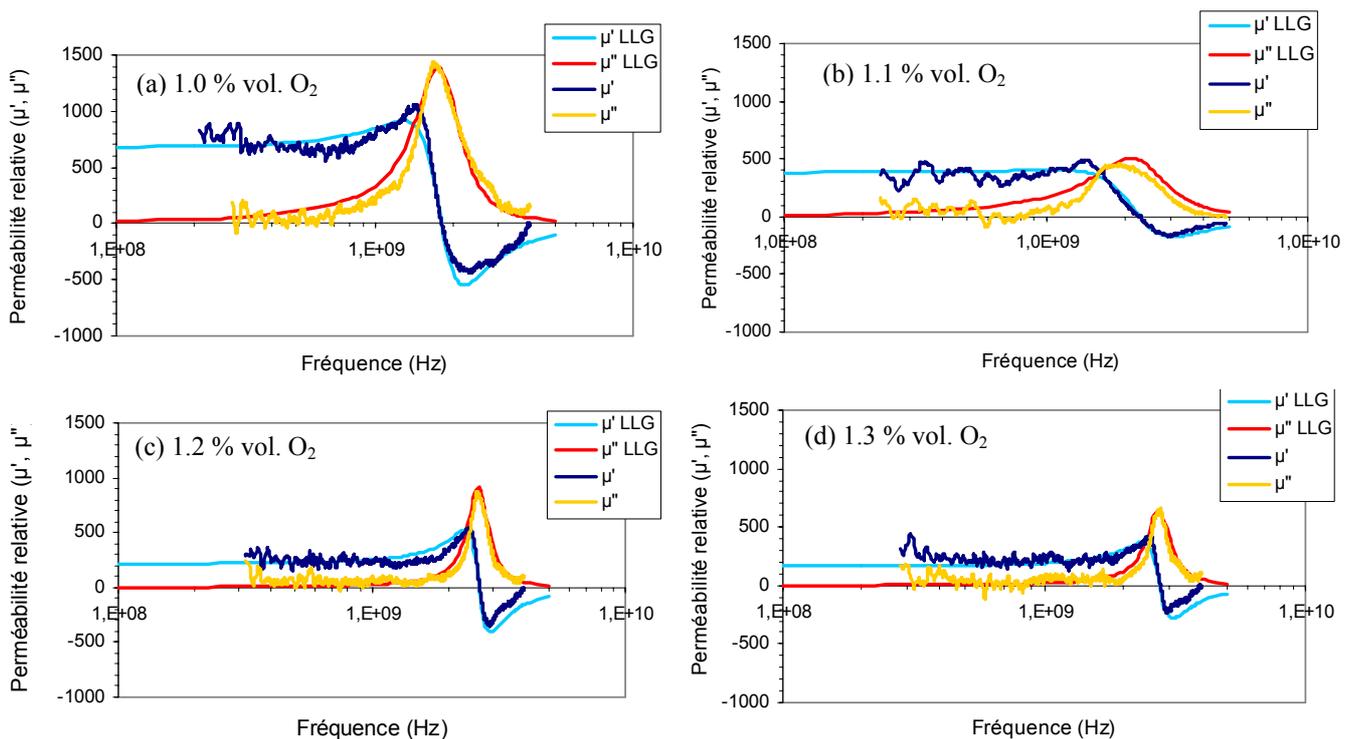


Figure III-22 : Spectres de perméabilité expérimentaux et théoriques (modèle LLG) pour trois films minces FeHfO représentatifs :  $(FeHf)_{96}O_4$  (1.0 %  $O_2$ ) (a),  $(FeHf)_{93}O_7$  (1.1 %  $O_2$ ) (b),  $(FeHf)_{90}O_{10}$  (1.2 %  $O_2$ ) (c) et  $(FeHf)_{80}O_{20}$  (1.3 %  $O_2$ ) (d) (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur)

De plus, le modèle LLG s'applique parfaitement aux courbes expérimentales en ajustant le coefficient d'amortissement  $\alpha$ . Les tendances en termes de perméabilité  $\mu_{DC}$  et de FMR suivent bien les valeurs théoriques calculées à partir des mesures VSM sur les échantillons de FeHfO (figures III-23 et III-24). Lorsque la quantité d'oxygène augmente,

l'aimantation à saturation décroît linéairement et le champ d'anisotropie croît graduellement. Ainsi,  $\mu_{DC}$  diminue et la fréquence de FMR augmente avec le taux volumique d'O<sub>2</sub>, comme on peut le voir sur les figures III-23 et III-24, respectivement. Si l'on compare ces résultats avec ceux des films de FeHfN,  $4\pi M_s$  étant plus faible et  $H_k$  plus élevé pour les alliages oxydés, les tendances sont comparables mais avec des niveaux globaux de  $\mu_{DC}$  plus faibles et de fréquence de FMR plus élevés. De plus,  $\mu_{DC}$  est en parfait accord avec la théorie rotationnelle simple ( $\mu_{DC} = 4\pi M_s/H_k$ ) pour tous les films de FeHfO même avec une teneur en O élevée. Ces premiers résultats sont extrêmement encourageants dans la mesure où ils démontrent un comportement dynamique gyromagnétique sans fluctuations d'aimantations et avec une fréquence de résonance élevée (jusqu'à ~ 3 GHz), ce qui contraste ici encore avec l'état de l'art des films FeXO [5]-[6]. Notons aussi que le coefficient d'amortissement  $\alpha$  (figure III-25) n'augmente pas avec l'incorporation d'oxygène contrairement à ce qui est habituellement constaté pour les films oxydés dans la littérature [15]. Quelque soit le degré d'oxydation du matériau,  $\alpha$  se situe entre 0.016 et 0.028 et est quasiment du même ordre de grandeur que le FeHfN.

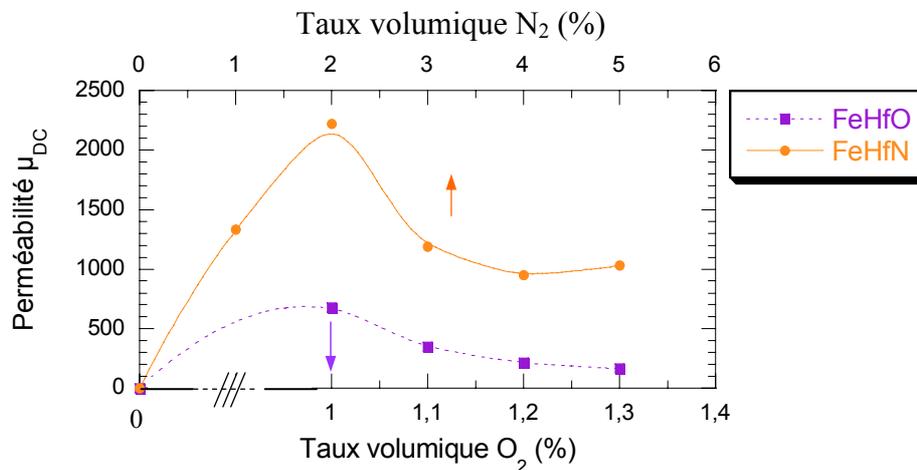


Figure III-23 : Perméabilité basse fréquence ( $\mu_{DC}$ ) pour les films de FeHfO en fonction du pourcentage volumique d'oxygène et comparée avec celle des films de FeHfN en fonction du taux volumique d'azote (tous les films sont bruts de dépôt 100 nm d'épaisseur).

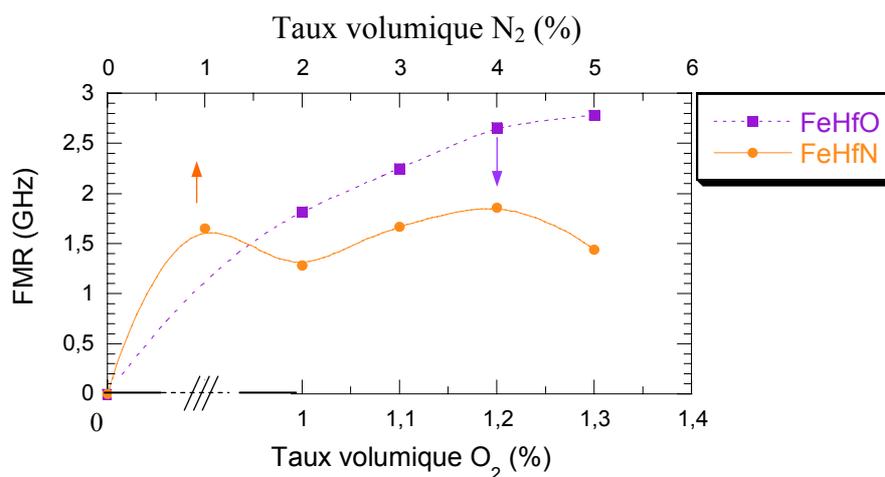


Figure III-24 : Fréquence de résonance ferromagnétique (FMR) pour les films de FeHfO en fonction du pourcentage volumique d'oxygène et comparée avec celle des films de FeHfN en fonction du taux volumique d'azote (tous les films sont bruts de dépôt 100 nm d'épaisseur).

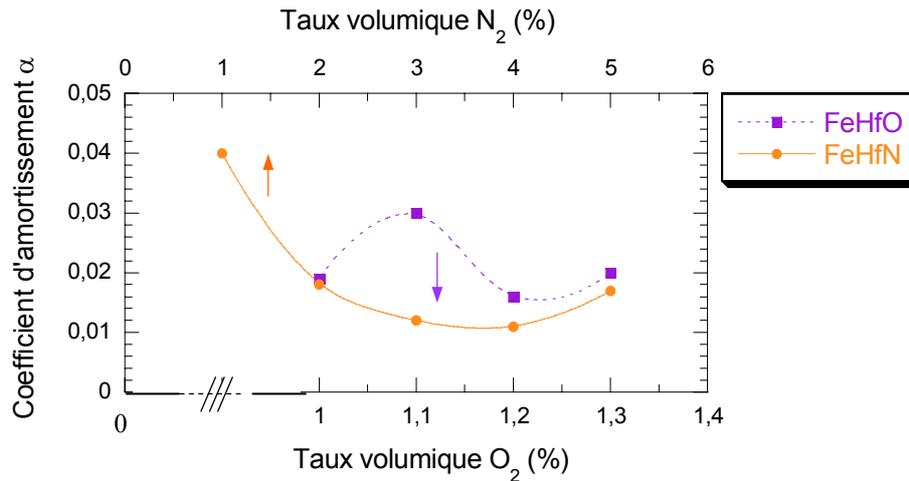


Figure III-25 : Coefficient d'amortissement ( $\alpha$ ) pour les films de FeHfO en fonction du pourcentage volumique d'oxygène et comparé à celui des films de FeHfN en fonction du taux volumique d'azote (tous les films sont bruts de dépôt, 100 nm d'épaisseur).

Ainsi, de façon inattendue, les films de FeHfO possèdent d'excellentes propriétés magnétiques dynamiques (dans l'état brut de dépôt) avec une fréquence de FMR élevée (entre 1.8 et 2.8 GHz), un comportement faiblement amorti ( $\alpha$  entre 0.016 et 0.028), mais une perméabilité quelque peu modérée (entre 700 et 200). Ces conclusions dégagent un centre d'intérêt propre aux films de FeHfO en raisons de résultats obtenus ici bien au dessus de ceux observés jusque là dans la littérature.

### 2.4.2 FeHfNO

Les effets spécifiques de la nitruration et de l'oxydation sur les propriétés magnétiques dynamiques ayant été analysés séparément, nous regardons maintenant les conséquences des deux procédés combinés. Comme dans le paragraphe précédent, nous donnons à titre d'illustration quelques spectres de perméabilité pour des échantillons de FeHfNO sur les figures III-27, III-29 et III-31. A la vue des résultats atypiques sur le champ d'anisotropie (figure III-19), trois compositions ont été sélectionnées. Le premier film, noté A, correspond à  $(FeHf)_{93}O_7$  (soit 1.1 % vol.  $O_2$  et 0 % vol.  $N_2$ ), précédemment étudié mais qui va servir de point de comparaison. Le second film, noté B, correspond à  $(FeHf)_{88}N_3O_9$  (soit 1.1 % vol.  $O_2$  et 1 % vol.  $N_2$ ) et présente une anisotropie dominée par l'effet de l'oxygène. Le troisième film, noté C,  $(FeHf)_{79}N_9O_{12}$  (soit 1.1 % vol.  $O_2$  et 2 % vol.  $N_2$ ) présente une anisotropie dominée par l'effet de l'azote. Etant donné que les directions respectives des anisotropies associées à O et à N sont à  $90^\circ$  l'une de l'autre, nous ne connaissons pas, a priori, la position angulaire des axes faciles et difficiles qui en résultent. C'est pourquoi, nous avons procédé à des mesures de perméabilités systématiques en fonction de l'angle  $\psi$  que nous définissons à partir de la direction du champ magnétique de dépôt. Les résultats pour  $\mu_{DC}$  et la fréquence de FMR sont reportés sur les figures qui suivent. Seuls les spectres dynamiques représentatifs des maxima, minima correspondants ou des points caractéristiques sont illustrés; les autres sont disponibles en annexe 7.

**a) Film oxydé et de faible concentration en N : échantillon B**

Les spectres de perméabilité dynamique pour le film B de composition atomique approximative  $(\text{FeHf})_{88}\text{N}_3\text{O}_9$ , (1.1 % vol.  $\text{O}_2$  et 1 % vol.  $\text{N}_2$ ), d'épaisseur 100 nm et brut de dépôt ont été mesurés dans le plan de l'échantillon selon différents angles  $\psi$ . Nous avons défini comme convention  $\psi = 0$  lorsque la mesure est réalisée selon l'axe de difficile aimantation induit par la direction du champ magnétique appliqué pendant le dépôt. A partir de ces spectres, les valeurs de  $\mu_{\text{DC}}$  et de la FMR ont été reportées respectivement ici sur la figure III-27 (a) et (b) en fonction de l'angle de mesure. Quelques spectres ci-contre illustrent les points les plus caractéristiques.

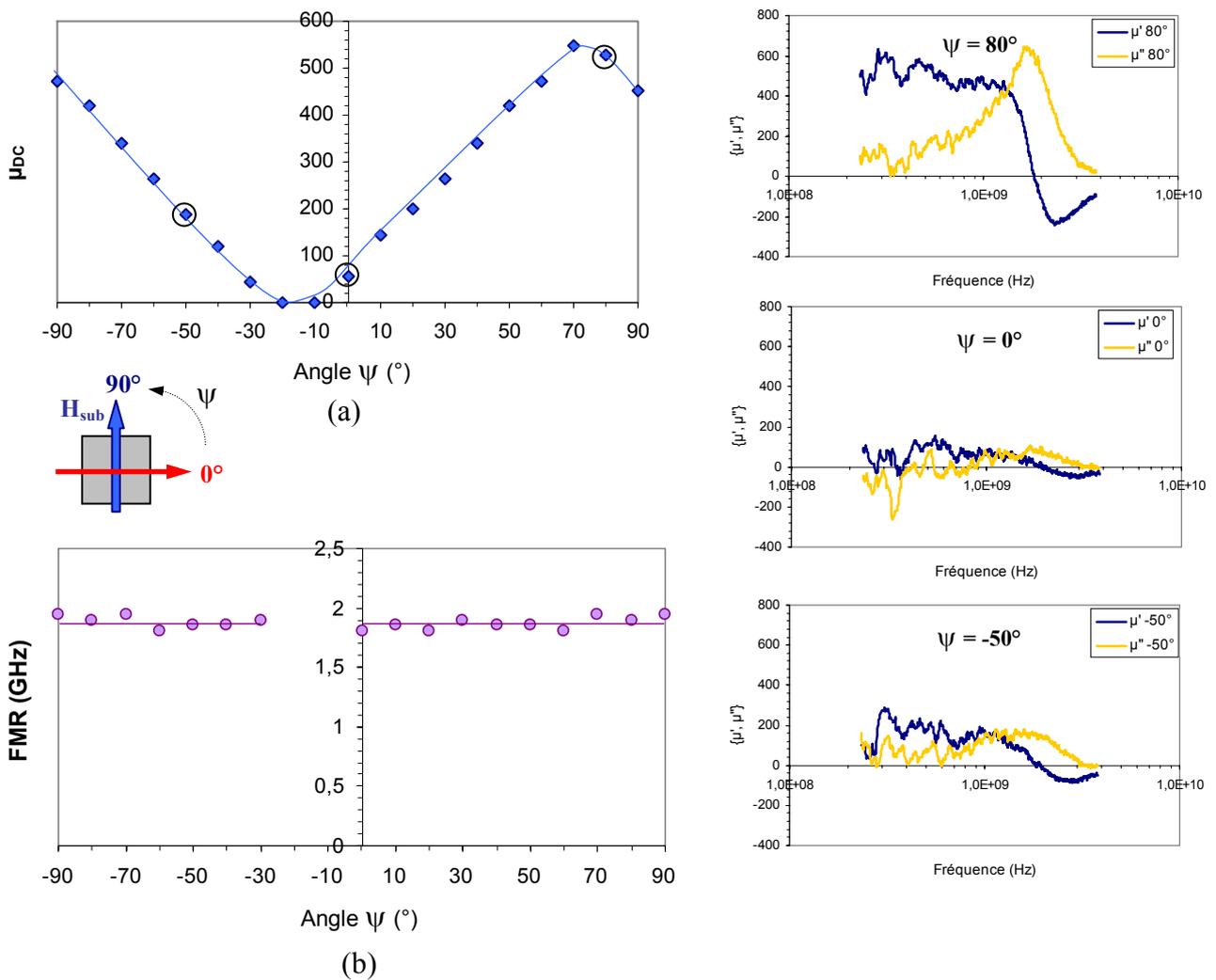


Figure III-27 : Perméabilité basse fréquence  $\mu_{\text{DC}}$  (a) et fréquence de résonance gyromagnétique FMR (b) pour le film B de composition atomique approximative  $(\text{FeHf})_{88}\text{N}_3\text{O}_9$ , (1.1 % vol.  $\text{O}_2$  et 1 % vol.  $\text{N}_2$ ), d'épaisseur 100 nm et brut de dépôt mesuré dans le plan de l'échantillon selon différents angles  $\psi$  définis à partir de la direction du champ appliqué pendant l'élaboration du film.

Nous constatons que la valeur maximale de  $\mu_{DC}$  est décalée d'environ  $70^\circ$  à  $80^\circ$  par rapport à l'axe habituel de mesure ( $\psi = 0^\circ$ ). Ce décalage provient d'une double contribution. La première, qui est prépondérante ici, est liée à l'incorporation d'oxygène qui, lorsqu'elle est seule, provoque la rotation de  $90^\circ$  de la direction de l'aimantation par rapport à celle du champ appliqué pendant le dépôt ( $H_{sub}$ ), comme on l'a constaté précédemment. La seconde contribution, qui est minoritaire ici, est associée à l'incorporation d'azote qui impose, lorsqu'elle est seule, une direction de facile aimantation dans le sens de  $H_{sub}$  (figure III-30 (a)). Finalement, la position d'équilibre des axes de facile et difficile aimantation du composé mixte semblent résulter de la somme vectorielle des vecteurs d'aimantation propres à chaque configuration. Ceci est donc à l'origine du décalage de  $-20^\circ$  à  $-30^\circ$  par rapport à la direction de l'aimantation induite par O seul comme le montre la figure III-28.

Du point de vue dynamique, un bon comportement au sens de LLG reste observable, avec toute fois un amortissement plus marqué  $\alpha \sim 0.035$ . Ceci est illustré à partir du spectre expérimental correspondant à  $\psi = 70^\circ$  (figure III-29) pour lequel le modèle s'applique simplement. Dans les autres cas, la description reste valide mais il aurait été nécessaire de tenir compte de l'angle entre la direction du champ micro-onde et celle de l'axe difficile résultant dans le modèle, ce qui n'a pas été fait.

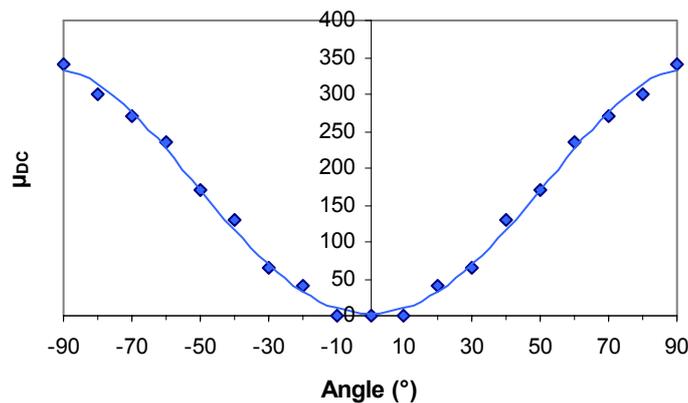


Figure III-28 : Perméabilité basse fréquence  $\mu_{DC}$  pour le film A de composition approximative  $(FeHf)_{93}O_7$  (1.1 % vol.  $O_2$ ) d'épaisseur 100 nm et brut de dépôt mesuré dans le plan de l'échantillon selon différents angles  $\psi$  définis à partir de la direction du champ appliqué pendant l'élaboration du film.

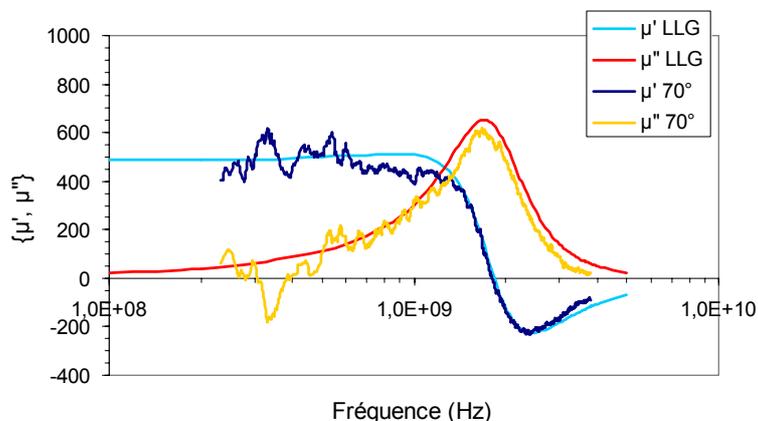


Figure III-29 : Spectres de perméabilité expérimentaux et théoriques (modèle LLG) pour le film B de composition atomique  $(FeHf)_{88}N_3O_9$ , (1.1 % vol.  $O_2$  et 1 % vol.  $N_2$ ), d'épaisseur 100 nm et brut de dépôt mesuré dans le plan de l'échantillon à  $\psi = 70^\circ$ .

De façon imagée, on pourrait interpréter ces résultats en considérant que le film est constitué de deux populations de grains : l'une, en quantité majoritaire, est composée de grains de FeHf appauvri en Hf (voire des grains de Fe pur), l'autre, en plus faible proportion, composée de grains de FeHfN (figure III-30 (b)). On pourrait évaluer approximativement la fraction volumique de chacune de ces phases à 85 % et à 15 %, respectivement, à partir des niveaux de perméabilité mesurés à  $90^\circ$  et à  $0^\circ$ . Pour  $\psi = 70^\circ/80^\circ$ , les deux contributions s'ajoutent avec  $\mu_{DC} \sim 550$  et une fréquence de FMR  $\sim 1,8$  GHz qui reste ici principalement contrôlée par l'effet de l'oxygène.

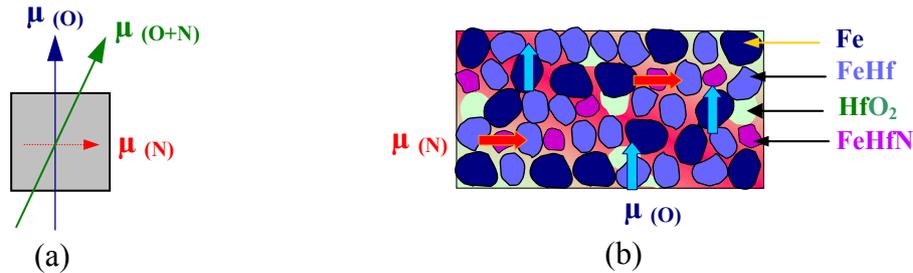


Figure III-30 : Illustration de la perméabilité dans le film B de composition  $(\text{FeHf})_{88}\text{N}_3\text{O}_9$  (a) et schéma de la microstructure (b).

### b) Film oxydé et à forte concentration en N : échantillon C

Nous nous intéressons maintenant au film C de composition approximative  $(\text{FeHf})_{79}\text{N}_9\text{O}_{12}$  (1.1 % vol.  $\text{O}_2$  et 2 % vol.  $\text{N}_2$ ) qui présente une plus forte concentration en N que le film précédemment étudié.

Le maximum de  $\mu_{DC}$  coïncide ici avec l'axe difficile naturel propre à l'effet de nitruration. Le spectre pour  $\psi = 0$  présente un comportement très faiblement amorti avec une FMR autour de 1,6 GHz (notée FMR 1). Cependant, la décroissance de  $\mu_{DC}$  en fonction de  $\psi$  est beaucoup plus lente que pour un simple film nitruré et ne converge pas vers 1 pour  $\psi = 90^\circ$  (ce qui est supposé être l'axe facile). De plus, l'observation d'un comportement dynamique qui reste parfaitement observable pour  $\psi = 90^\circ$  avec  $\mu_{DC} \sim 70$  et une fréquence de résonance vers 2.25 GHz (notée FMR 2). Ceci montre que ce film se différencie fondamentalement du film nitruré de référence (et aussi du cas précédent) par la persistance de deux fréquences de résonance FMR 1 et FMR 2 qui co-existent. Dans cette situation, nous ne pouvons plus dire que le caractère anisotrope du matériau résulte simplement d'une somme vectorielle des contributions propres à N et O. Le matériau s'apparente plus à un composé bi-axial avec des contributions à l'anisotropie non égales sur chaque axe. Ceci nous amène à suggérer que ce film est aussi constitué de deux populations de grains mais avec, ici, une plus forte concentration en grains de FeHfN. Pour ce film, les contributions de N et de O sont découplées et agissent de manière indépendante, contrairement au film B. La description au sens de LLG n'est ici plus applicable.

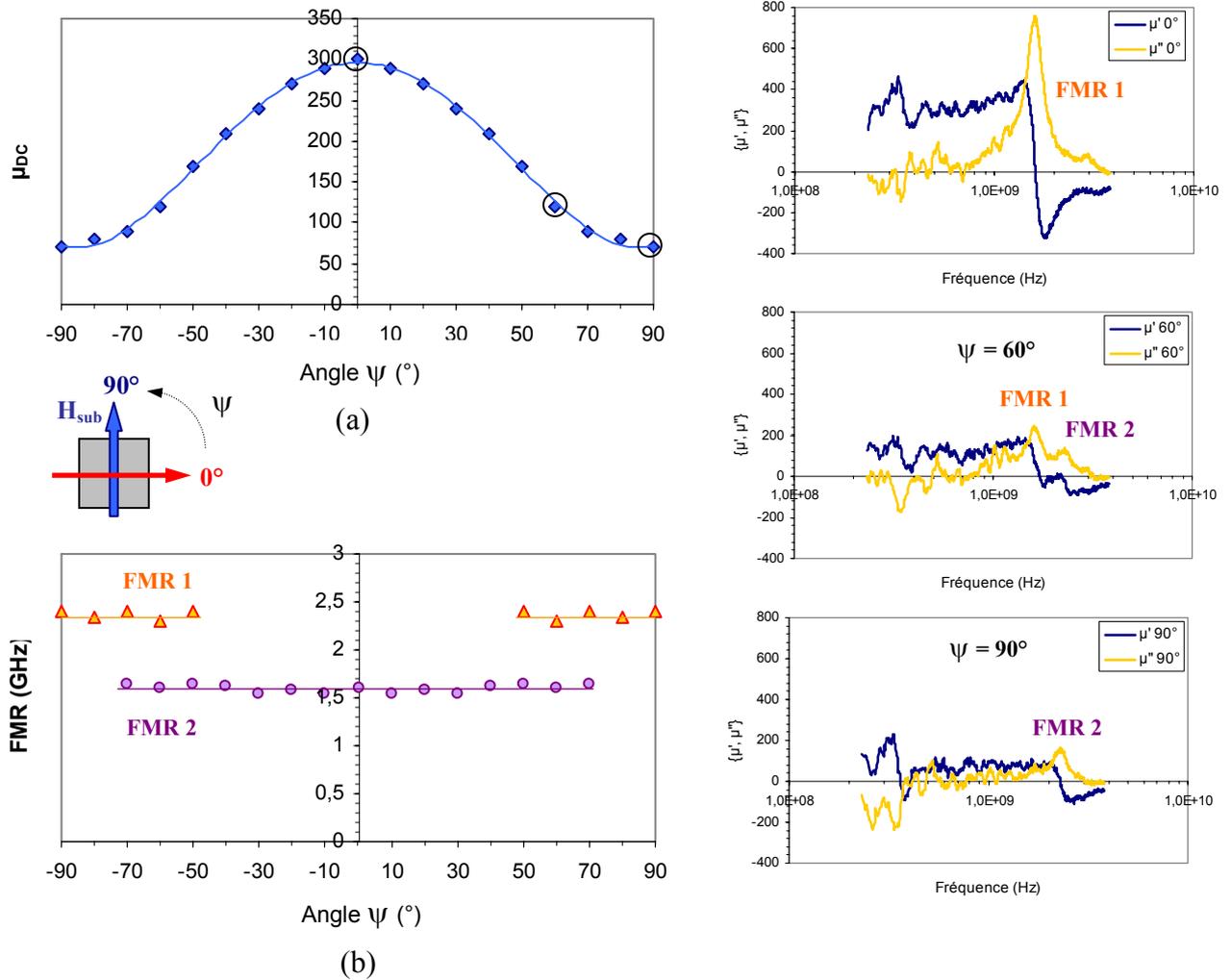


Figure III-31 : Perméabilité basse fréquence  $\mu_{DC}$  (a) et fréquence de résonance gyromagnétique FMR (b) pour le film C de composition approximative  $(FeHf)_{79}N_9O_{12}$  (1.1 % vol.  $O_2$  et 2 % vol.  $N_2$ ) d'épaisseur 100 nm et brut de dépôt mesuré dans le plan de l'échantillon selon différents angles  $\psi$  définis à partir de la direction du champ appliqué pendant l'élaboration du film.

## 2.5 Conclusion

Les films de FeHfO, contrairement à ceux généralement observés dans la littérature, possèdent d'excellentes propriétés magnétiques dynamiques dans l'état brut de dépôt. Ils possèdent cependant une direction d'axe facile qui ne correspond pas à celle du champ appliqué pendant le dépôt. Ce caractère antagoniste à celui des films de FeHfN (rotation de  $90^\circ$  des axes faciles) conduit à l'observation de propriétés dynamiques tout à fait inhabituelles pour les films de FeHfNO. Les propriétés de ces films semblent en effet régies par la superposition des effets propres aux deux procédés (avec N et avec O), à travers la coexistence de deux populations de grains de natures foncièrement différentes. En fonction de leur rapport, le comportement global du film peut résulter d'une simple addition vectorielle (caractère uniaxial) des composantes individuelles ou de la superposition de ces dernières (caractère bi-axial). Dans tous les cas, le comportement dynamique est satisfaisant mais c'est ce dernier cas qui reste le plus attractif puisque c'est la première fois à notre connaissance qu'un procédé conduise à un matériau véritablement bi-axial au sens dynamique en RF.

### 3 Influence de la température

L'étude de la stabilité thermique des films de FeHfO et FeHfNO a été menée pour comparaison avec les films de FeHfN. La motivation de cette partie porte sur l'éventualité d'un comportement moins sensible avec la température avec l'ajout d'oxygène. Le protocole expérimental est le même qu'au chapitre 2.

#### 3.1 FeHfO

##### 3.1.1 Recuits sous champ parallèle

Concernant l'aimantation à saturation (figure III-32), il y a peu de différences entre les films FeHO et FeHfN avec un comportement globalement stable jusqu'à 350°C. La très légère tendance à la diminution avec l'augmentation de la température de recuit peut être le signe d'une oxydation superficielle grandissante. Le champ coercitif est aussi globalement peu sensible à la température de recuit du moins jusqu'à 200°C (figure III-33). Ensuite, la dépendance est fonction du taux d'oxygène. Pour 1.0 %, 1.2 % et 1.3 % en O<sub>2</sub>, les températures, à partir desquelles, le champ coercitif commence à se dégrader significativement sont respectivement de 350°C, 300°C et > 350°C. La cause de cette dégradation est liée à l'augmentation de la taille des grains. L'enrichissement en O est donc favorable à une meilleure stabilité thermique qui dépasse celle des films de FeHfN. En ce sens, l'absence d'élément interstitiel fortement diffusant comme l'azote est favorable. A l'opposé du champ coercitif, le champ d'anisotropie présente une plus grande stabilité pour les composés les moins oxydés (figure III-34). Avec des taux plus importants en O<sub>2</sub>, des variations sont observées dès 150°C, suggérant un caractère métastable des oxydes formés.

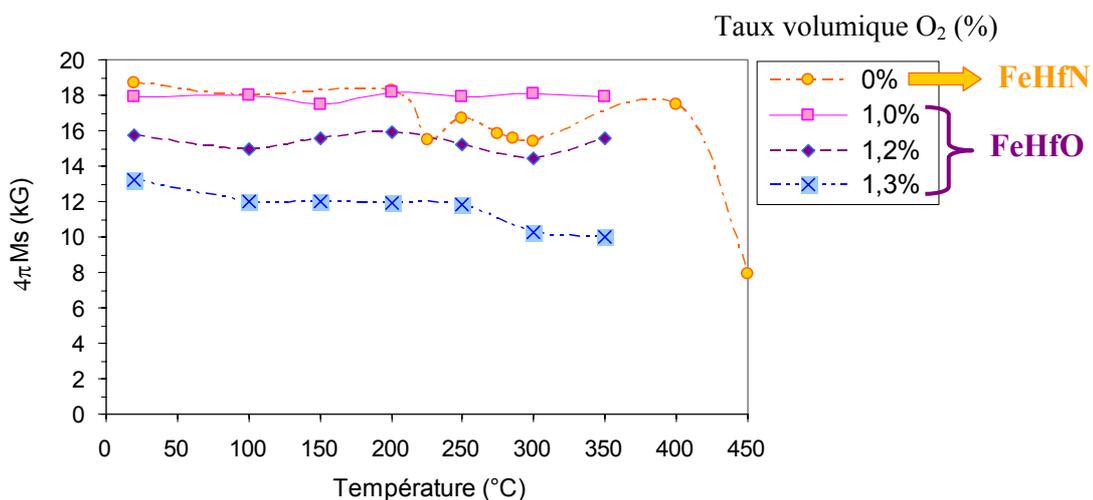


Figure III-32 : Aimantation à saturation ( $4\pi Ms$ ) en fonction de la température de recuit en champ parallèle pour les films de FeHfO et comparée avec celle des films de FeHfN (tous les films sont d'épaisseur  $\sim 100$  nm).

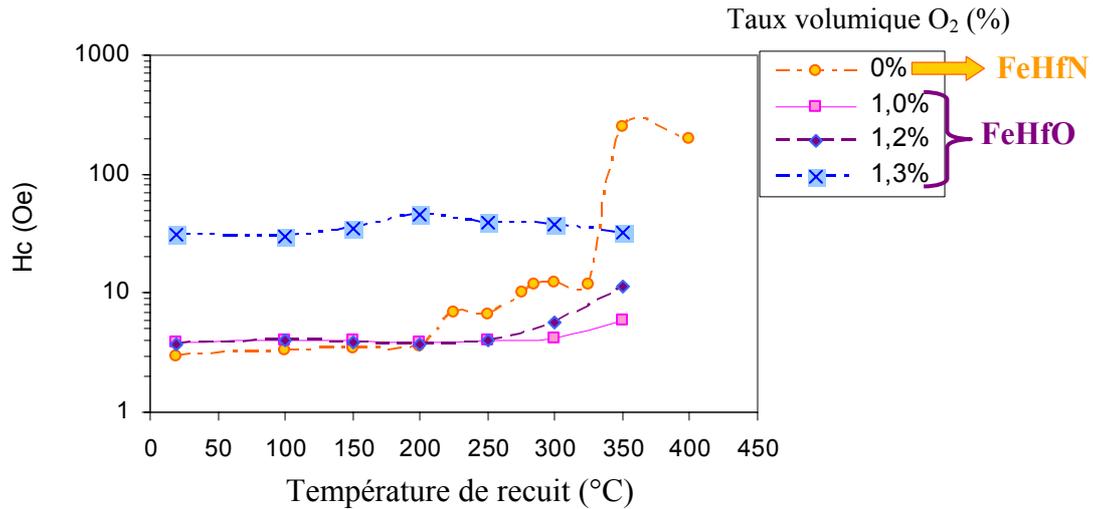


Figure III-33 : Champ coercitif sur l'axe facile ( $H_c$ ) en fonction de la température de recuit en champ parallèle pour les films de FeHfO et comparé avec celui des films de FeHfN (tous les films sont d'épaisseur  $\sim 100$  nm).

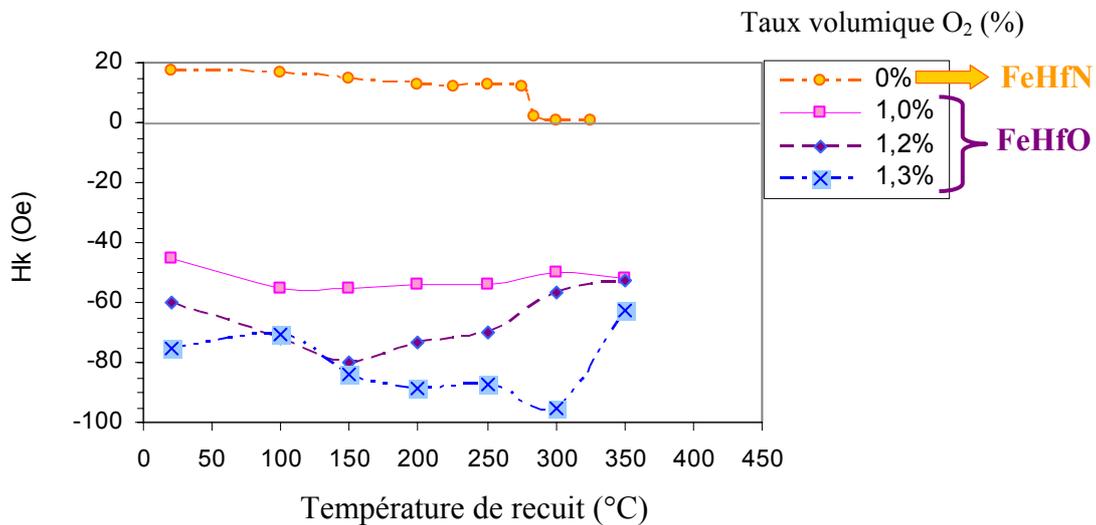


Figure III-34 : Champ d'anisotropie induite ( $H_k$ ) en fonction de la température de recuit en champ parallèle pour les films de FeHfO et comparé avec celui des films de FeHfN (tous les films sont d'épaisseur  $\sim 100$  nm).

### 3.1.2 Recuits sous champ transverse

Pour les recuits sous champ transverse, les variations de  $4\pi M_s$  et de  $H_c$  en fonction de la température sont les mêmes que pour les recuits en champ parallèle. Le résultat important concerne  $H_k$  qui est ici insensible au recuit quelque soit la température (figure III-35). Le comportement du FeHfO est donc foncièrement différent de celui du FeHfN parce qu'il n'y a pas de modification de l'anisotropie induite lors du dépôt, sous l'effet d'un champ magnétique transverse. Les variations observées sur  $H_k$  sont identiques au cas en champ parallèle. Cependant, ces observations ne permettent pas de clarifier l'origine de l'anisotropie induite dans les films de FeHfO qui reste inconnue.

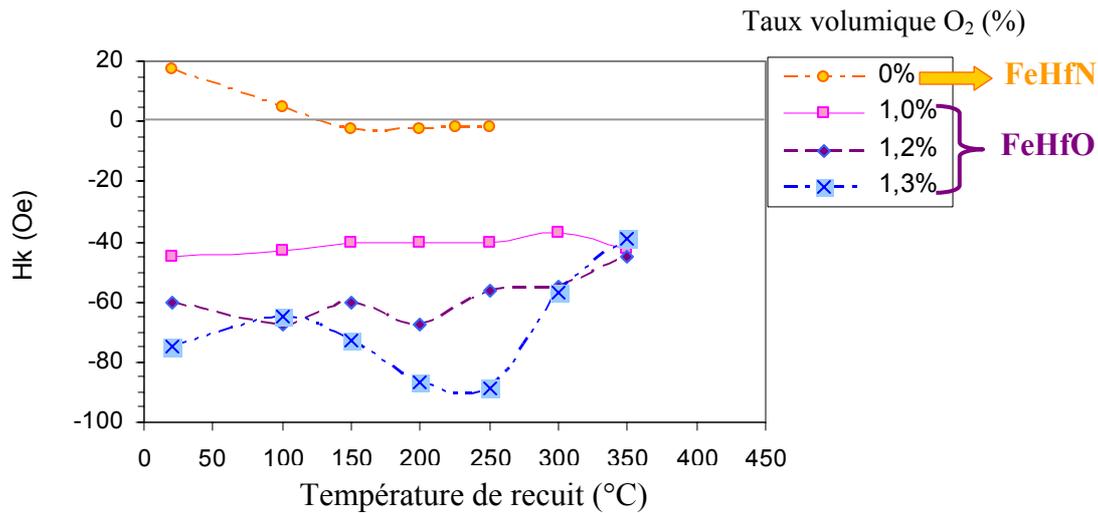


Figure III-35 : Champ d'anisotropie induite ( $H_k$ ) en fonction de la température de recuit en champ transverse pour les films de FeHfO et comparé avec celui des films de FeHfN (tous les films sont d'épaisseur  $\sim 100$  nm).

A ce stade, nous pouvons conclure que les films FeHfO possèdent une stabilité thermique meilleure que les films FeHfN. Cette différence est imputable à l'absence de caractère facilement diffusant de l'oxygène, contrairement à l'azote, bien que les oxydes formés puissent être métastables dans certaines conditions. Les films de FeHfO conservent donc leurs propriétés magnétiques douces et une anisotropie induite jusqu'à une température de recuit de plus de 300°C. A cet avantage, s'ajoute celui d'une insensibilité à la présence d'un champ magnétique perturbateur même à haute température. Ces films peuvent donc s'avérer d'excellents candidats pour un composant RF en termes de robustesse face aux procédés de réalisation et de fiabilité face aux conditions de fonctionnement.

## 3.2 FeHfNO

Nous allons maintenant nous intéresser à la stabilité thermique des films de FeHfNO élaborés à partir de la combinaison des deux procédés. Nous limitons l'étude aux films correspondant à 1.0 % vol. de O<sub>2</sub> et élaborés avec un taux volumique de N<sub>2</sub> de 0 %, 1 % et 2 %. Etant donné que ces films possèdent un caractère dual concernant l'anisotropie induite, il convient de préciser les dénominations de recuit sous champ parallèle ou transverse. Ainsi, la direction du champ pendant le recuit reste référencée sur celle de la direction de l'aimantation propre du film qui n'est pas forcément alignée avec la direction du champ de dépôt. Le recuit sous champ parallèle est donc effectué parallèlement à l'axe facile propre du matériau et le recuit sous champ transverse à l'axe difficile.

### 3.2.1 Recuits sous champ parallèle

Ici, les tendances observées séparément sur les films FeHfO et FeHfN restent vraies en ce qui concerne l'aimantation à saturation qui présente une bonne stabilité vis-à-vis de la température de recuit jusqu'à 350°C (figure III-36).

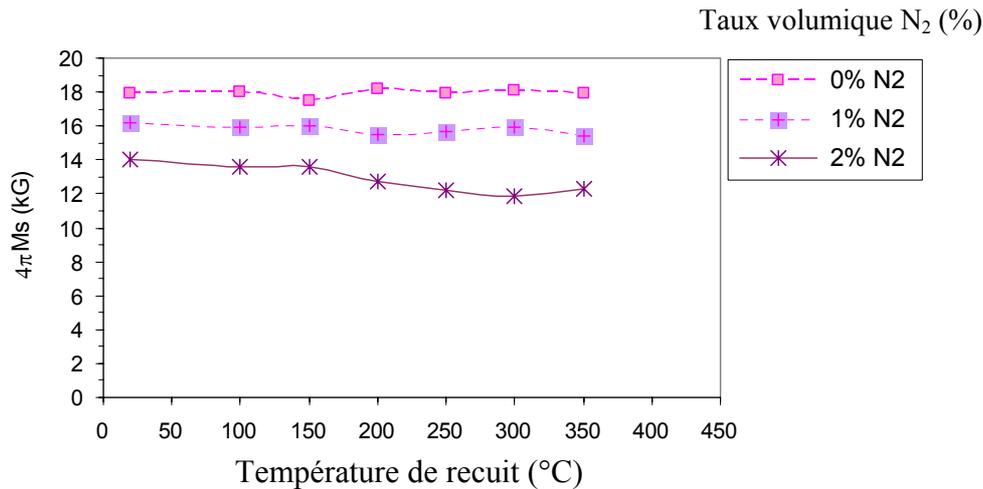


Figure III-36 : Aimantation à saturation ( $4\pi M_s$ ) en fonction de la température de recuit en champ parallèle pour les films de FeHfNO élaborés avec 1.0 % vol. en O<sub>2</sub> et pour différentes concentrations volumiques en N<sub>2</sub> (tous les films sont d'épaisseur ~ 100 nm).

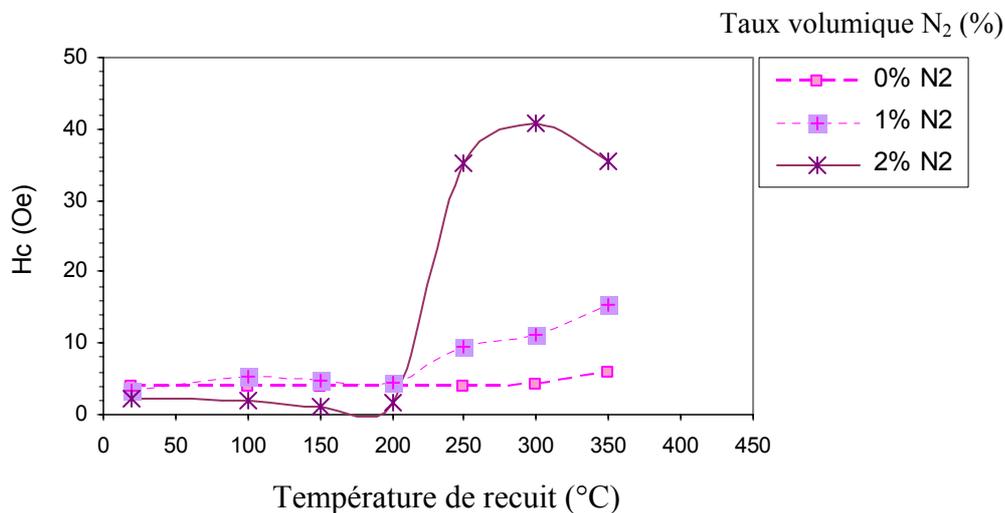


Figure III-37 : Champ coercitif ( $H_c$ ) en fonction de la température de recuit en champ parallèle pour les films de FeHfNO élaborés avec 1.0 % vol. de O<sub>2</sub> et pour différentes concentrations volumiques de N<sub>2</sub> (tous les films sont d'épaisseur ~ 100 nm).

Le champ coercitif reste stable jusqu'à 200°C dans tous les cas (figure III-37). Au-delà, seuls les films combinant O et N se détériorent avec un effet d'autant plus marqué qu'ils contiennent plus d'azote. Cette dégradation semble donc imputable à la diffusion des atomes d'azote. Elle intervient plus tôt que pour les films FeHfN (320°C). Ce constat est cohérent avec l'hypothèse d'une limite de solubilité en N réduite en présence d'oxygène par appauvrissement de la maille en Hf. En ce sens, les films de FeHfNO sont moins stables thermiquement que les films FeHfN. Par contre, la dénitruration de la maille des films FeHfNO ne peut expliquer, à elle seule, la perte des propriétés magnétiques douces puisque ces dernières existent en absence d'azote dans les films de FeHfO. La seule explication plausible porte sur la différence de microstructures entre les films FeHfNO et FeHfO qui consiste en la présence de la matrice amorphe avec N. Sous l'effet de la température, des modifications structurales ou chimiques de cette dernière pourraient entraîner un découplage ferromagnétique des grains qui n'existe pas dans les films de FeHfO. En ce sens, les films de FeHfNO sont cette fois, moins stables que les films de FeHfO. Ces constats peuvent être

étendus aux films élaborés avec des teneurs en O<sub>2</sub> plus importantes dans la limite des 1.3 % vol. qui marque le début de l'oxydation massive.

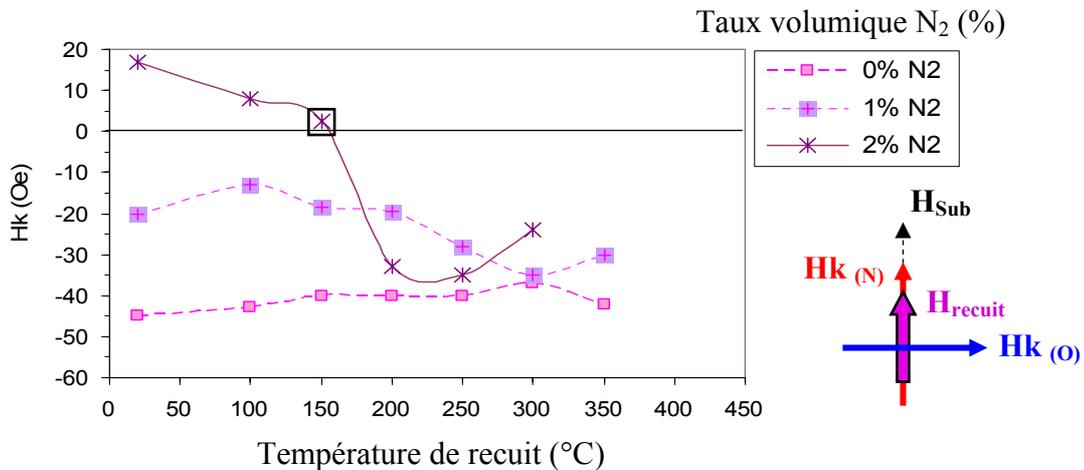


Figure III-38 : Champ d'anisotropie « apparent »  $H_k$  en fonction de la température de recuit en champ parallèle pour les films de FeHfNO élaborés avec 1.0 % vol. en O<sub>2</sub> et pour différentes concentrations volumiques en N<sub>2</sub> (tous les films sont d'épaisseur ~ 100 nm).

Il convient de dissocier deux cas d'anisotropie pour les films de FeHfNO : le premier concerne le film élaboré avec 1 % vol. en N<sub>2</sub> dont la direction de l'anisotropie est contrôlée essentiellement par l'oxygène et le second concerne le film élaboré avec 2 % vol. en N<sub>2</sub> dont l'anisotropie est principalement induite par l'incorporation de N. Les valeurs de  $H_k$ , brutes de dépôt, sont donc négatives dans le premier cas et positives dans le second. Le comportement du champ d'anisotropie en fonction de la température suit les mêmes explications en se rappelant qu'il résulte de la somme des contributions respectives relatives à l'azote et à l'oxygène qui sont donc opposées en signe (figure III-38). Il est important de rappeler que la direction du champ magnétique du recuit ( $H_{recuit}$ ) est ici parallèle à la direction du champ magnétique appliqué pendant le dépôt du film ( $H_{Sub}$ ). Pour les deux films de FeHfNO, à partir de 200°C, la dénitruration naturelle des grains affaiblit la contribution propre à l'azote et le champ d'anisotropie tend vers les valeurs des films de FeHfO. Nous qualifions ici la dénitruration de naturelle car elle a lieu avec un champ magnétique appliqué parallèlement à l'axe facile propre à N. L'effet est d'autant plus marqué que les films contiennent plus d'azote. Notons au passage que dans ce dernier cas (2 % vol. N<sub>2</sub>), le champ d'anisotropie résultant passe par zéro, ce qui correspond également à un minimum de champ coercitif sur la figure III- 37. Dans ces conditions, ce film est particulièrement original et intéressant de par un comportement en apparence isotrope et très doux dont l'absence (apparente) d'anisotropie résulte d'un équilibre presque parfait des effets de l'oxygène et de l'azote.

Cet intérêt a motivé l'examen de l'aspect dynamique d'un tel matériau. Nous avons donc procédé à des mesures de perméabilité de ce film en fonction de l'angle  $\psi$ . L'évolution de  $\mu_{DC}$  en fonction de l'angle de mesure est atypique montrant l'existence d'un plateau sur une plage angulaire de plus de 50°. On obtient bien un maximum de perméabilité ( $\mu_{DC} \sim 400$ ) autour d'une position médiane (45°) qui correspondrait à la somme vectorielle des contributions respectives qui sont égales ici. Cependant, il tout a fait surprenant de constater que ceci perdure au-delà de la position médiane et sur plus de  $\pm 25^\circ$ . Inversement, on a bien  $\mu_{DC} \sim 1$  pour la portion d'angle complémentaire. Du point de vue dynamique, ce film n'est donc pas isotrope mais se comporte comme un matériau pseudo-uniaxial qui aurait une

répartition spatiale (angulaire) très large. Enfin, pour les valeurs extrêmes de  $\psi$ , c'est-à-dire  $0^\circ$  et  $90^\circ$ , les spectres son identiques avec exactement le même niveau de perméabilité ( $\mu_{DC} \sim 200$ ) et la même FMR (1.5 GHz) (figure III-39). Cela confirme que les contributions respectives de N et de O sont bien équivalentes du point de vue dynamique mais montre aussi qu'elles restent indépendamment effectives selon ces directions. On pourrait donc imaginer que la caractéristique unique de ce film après recuit est bien le résultat d'une somme vectorielle mais à partir d'une pluralité de vecteurs d'aimantation perpendiculaires et caractérisés par un gradient d'amplitude. Ce résultat, singulier et novateur, a fait l'objet d'un dépôt de brevet.

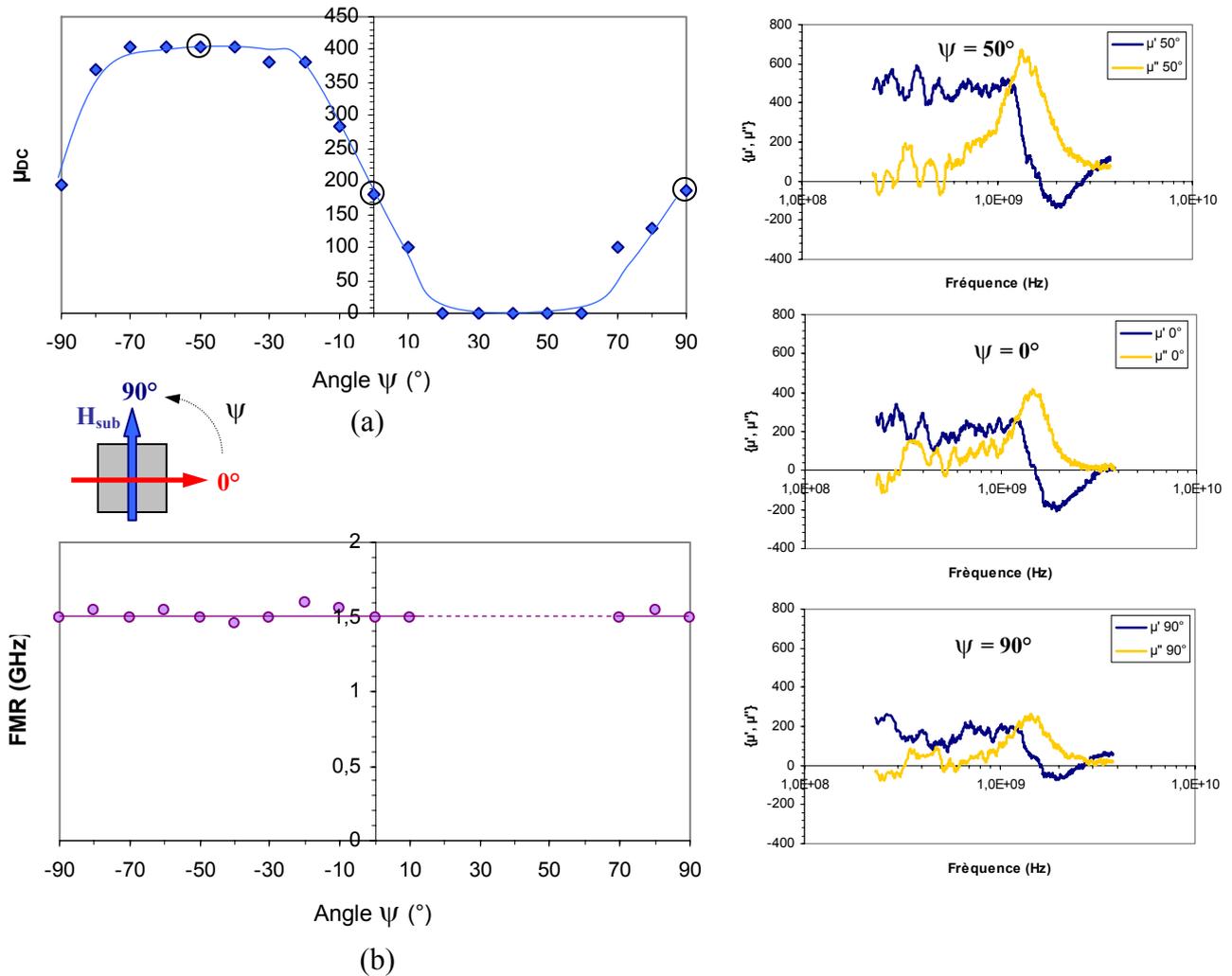


Figure III-39 : Perméabilité basse fréquence  $\mu_{DC}$  (a) et fréquence de résonance gyromagnétique FMR (b) pour un film de composition initiale  $(\text{FeHf})_{86}\text{N}_8\text{O}_6$  (1.0 % vol.  $\text{O}_2$  et 2 % vol.  $\text{N}_2$ ) d'épaisseur 100 nm recuit à  $150^\circ\text{C}$  avec un champ parallèle et mesuré dans le plan de l'échantillon selon différents angles  $\psi$  définis à partir de la direction du champ appliqué pendant l'élaboration du film.

### 3.2.2 Recuits sous champ transverse

Pour les recuits en champ transverse, les comportements précédents restent similaires et les causes de détériorations identiques. La seule différence concerne l'amplitude des effets propres à l'azote qui est beaucoup plus grande et qui interviennent ici dès  $\sim 100^\circ\text{C}$ . Ceci est

dû à la configuration transverse du recuit qui engendre cette fois-ci une dénitruration forcée. A la différence du cas précédent, celle-ci contribue maintenant de façon additive à l'anisotropie à cause du renversement de la direction facile propre à N (les deux sont négatives ici). Ceci justifie des valeurs maximales de  $H_k$  plus élevées que dans le cas précédent (figure III-40). A noter que le passage par zéro correspondant à l'équilibrage parfait des contributions respectives à N et O a lieu pour des températures très modérées ( $\sim 80^\circ\text{C}$ ) qui n'affectent pas la microstructure des films. On peut donc y voir un intérêt supplémentaire quant à l'obtention et l'optimisation du comportement singulier précédemment décrit.

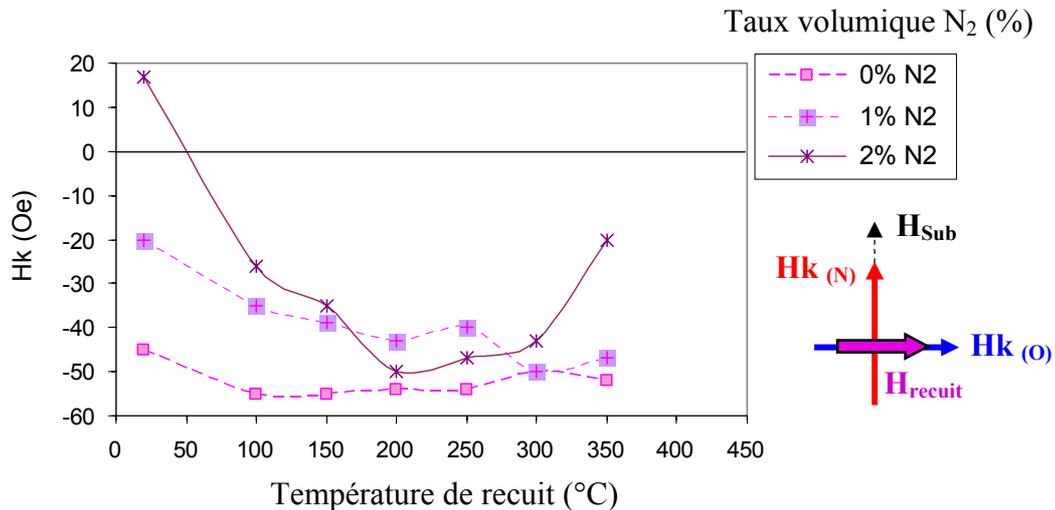


Figure III-40 : Champ d'anisotropie « apparent »  $H_k$  en fonction de la température de recuit en champ transverse pour les films de FeHfNO élaborés avec 1.0 % vol. de  $O_2$  et pour différentes concentrations volumiques de  $N_2$  (tous les films sont d'épaisseur  $\sim 100$  nm).

### 3.3 Conclusion

Les propriétés magnétiques des films de FeHfO ont montré une très faible sensibilité à la température jusqu'à  $300^\circ\text{C}$  et notamment en présence d'un champ magnétique perturbateur. En ce sens, ces films pourraient se positionner avantageusement face aux alliages de FeHfN au regard des contraintes de réalisation ou de fonctionnement. Ils restent cependant encore à optimiser du strict point de vue des performances. Les films de FeHfNO révèlent quant à eux un comportement plus complexe avec la température, résultant de la combinaison des effets propres aux deux espèces avec N et O, c'est-à-dire avec N diffusant très facilement et ce dès  $100^\circ\text{C}$  tandis qu'avec O la stabilité est grande jusqu'à  $300^\circ\text{C}$ . Ainsi, l'instabilité thermique du film sera d'autant plus marquée que celui-ci contiendra de l'azote en forte quantité. De plus, sachant que l'incorporation de N et O impose au film des directions d'anisotropie propres perpendiculaires entre elles, la diffusion d'une des espèces provoquera une modification des propriétés magnétiques résultantes. Nous avons montré que cela peut être mis à profit, par exemple, pour le contrôle de la direction finale d'anisotropie ou l'obtention d'un film au caractère singulier. De nouvelles perspectives d'études sont donc suggérées sur la base des résultats très nouveaux obtenus ici.

## 4 Mesure de la permittivité

Les films de FeHfO et FeHfNO développés dans ce projet ainsi que plus généralement tous les films magnétiques granulaires possèdent de fortes résistivités. Donc, ces matériaux tendent à s'apparenter à des matériaux diélectriques. C'est pourquoi, nous avons cherché à évaluer la permittivité ( $\epsilon$ ), ce qui n'a jamais été réalisé à notre connaissance. En effet, la combinaison d'une forte perméabilité et d'une forte constante diélectrique peut avoir des conséquences importantes sur la propagation micro-onde puisque la longueur d'onde est inversement proportionnelle à la racine carrée du produit de ces deux grandeurs. On y voit donc ici une motivation particulière à s'intéresser à  $\epsilon$ , ouvrant des discussions à venir sur le fonctionnement des inductances au chapitre 5 (simulations).

Des capacités sur silicium ont donc été fabriquées en intégrant le film de FeHfNO ayant une des résistivités les plus élevées ( $\rho \sim 10^3 \mu\Omega.cm$ ). Le film a une épaisseur de 100 nm représentative de celle d'une couche diélectrique de capacité conventionnelle. Les électrodes sont en platine (figure III-41).

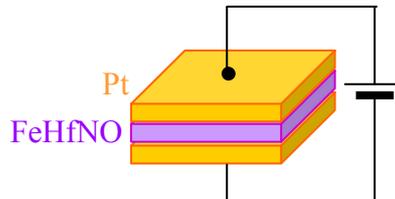


Figure III-41 : Schéma représentant une capacité intégrant une couche FeHfNO comme diélectrique.

Les mesures  $C(V)$  sont illustrées sur la figure III-42. La valeur de la constante diélectrique  $\epsilon$  est évaluée par la formule classique :

$$C = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r S}{d} \quad \text{(III-3)}$$

$\epsilon_0$  : permittivité du vide :  $\epsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12} \text{ C}^2 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$

$\epsilon_r$  : permittivité du diélectrique

S : surface des électrodes :  $S = 100 \mu\text{m}^2$

d : distance entre les deux électrodes épaisseur dépôt :  $d = 100 \text{ nm}$

Pour de faibles tensions (de  $\pm 0.7 \text{ V}$ ), la structure de test a un comportement capacitif avec  $C(0) \sim 20 \text{ nF}$  (figure III-42). Ce qui nous permet d'extraire une première estimation de la constante diélectrique pour ce type de film avec :  $\epsilon' \sim 230$ . Cette valeur est particulièrement élevée par rapport à celle d'oxydes conventionnels ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{HfO}_2$ ) ... et rejoint celle des oxydes spéciaux dits « high K » (STO, BTO ...).

Pour des tensions plus importantes, mais qui restent modérées au regard de la tension de claquage estimée à  $7 \text{ V}$ , le système devient rapidement inductif. C'est le signe de l'établissement prématuré de courants de fuite à l'intérieur du matériau caractérisant les « mauvais diélectriques ». En effet, on peut penser que les grains ou des agrégats de grains conservent majoritairement un caractère conducteur alors que l'aspect diélectrique est assuré par la matrice amorphe principalement oxydée. Au-delà d'une certaine tension, il peut

s'établir des ponts de conduction entre grains dus à des modifications structurales ou chimiques de la matrice environnante sous l'effet du champ électrique et de la température. En ce sens et en dépit d'une constante diélectrique particulièrement élevée, ce matériau reste un diélectrique à fortes pertes comme on peut le voir sur la figure III-43 (a). L'estimation de la tangente de pertes en fonction de la tension montre un comportement atypique avec un maximum centré sur la tension pour laquelle le matériau passe d'un comportement capacitif à inductif. Les pertes sont en dehors de ces points très élevées et caractérisent un courant de fuite. Ce courant de fuite apparaît aussi en mesure dynamique par une décroissance importante en fonction de la fréquence (figure III-43 (b)). La valeur de C reste quasi constante  $\sim 18$  nF jusqu'à 100 KHz. Les mesures pour de plus fortes fréquences sont cependant un peu faussées par l'appareil de mesure qui n'est précis que jusqu'à 100 MHz.

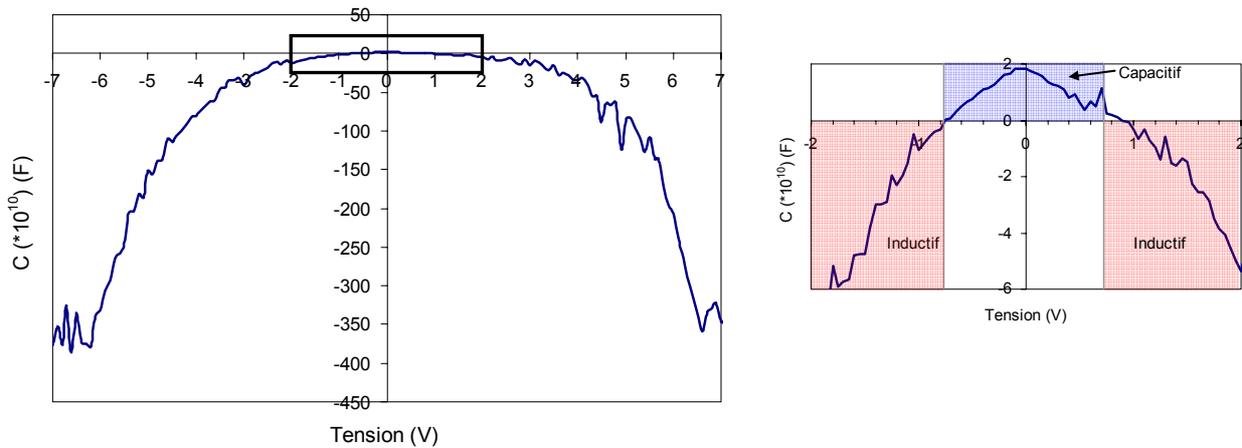


Figure III-42 : Capacité en fonction de la tension appliquée.

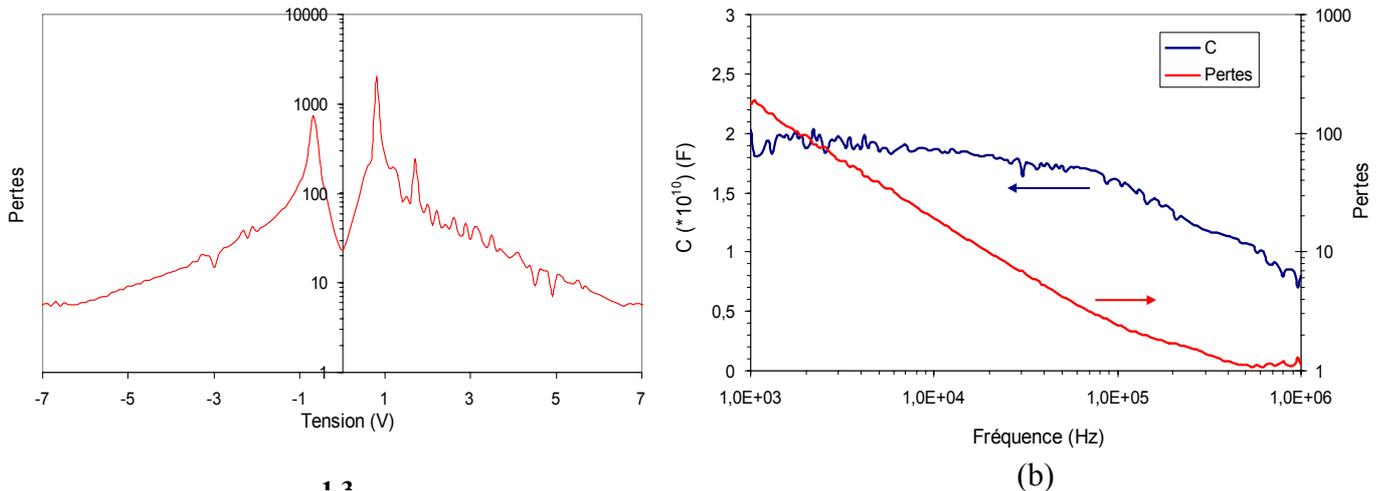


Figure III-43 : Pertes diélectriques en fonction de la tension appliquée (a) et capacité et pertes diélectriques en fonction de la fréquence pour  $V = 0$  V (b).

## 5 Analyses microstructurales détaillées par TEM

### 5.1 Films de FeHfO (oxydation seule sans nitruration) : étude avec taux d'oxygène croissant

#### 5.1.1 $(\text{FeHf})_{90}\text{O}_{10}$ – (~ 10 % at. O soit 1,2 % vol. en $\text{O}_2$ )

Ce film possède des propriétés magnétiques douces ( $H_c \sim 5$  Oe) et une anisotropie très marquée ( $H_k \sim -55$  Oe) avec une inversion des axes de facile et difficile aimantation par rapport à la direction du champ magnétique appliqué pendant le dépôt. Le film de FeHfO étudié (de 210 nm d'épaisseur), affiche une structure polycristalline avec des grains colonnaires s'élargissant de l'interface jusqu'à la surface (figure III-44). Pour la majorité de ces grains, leur diamètre moyen est compris entre 20 et 40 nm, mais quelques-uns ont un diamètre plus fin entre 10 et 15 nm (figure III-44 (a)) et d'autres, au contraire, sont très larges ~ 55 nm (figure III-44 (b)). Sur les images TEM en champ sombre, seuls les gains dont les plans sont dans les conditions de Bragg, choisies pour l'expérience ou quasiment, apparaissent en clair.

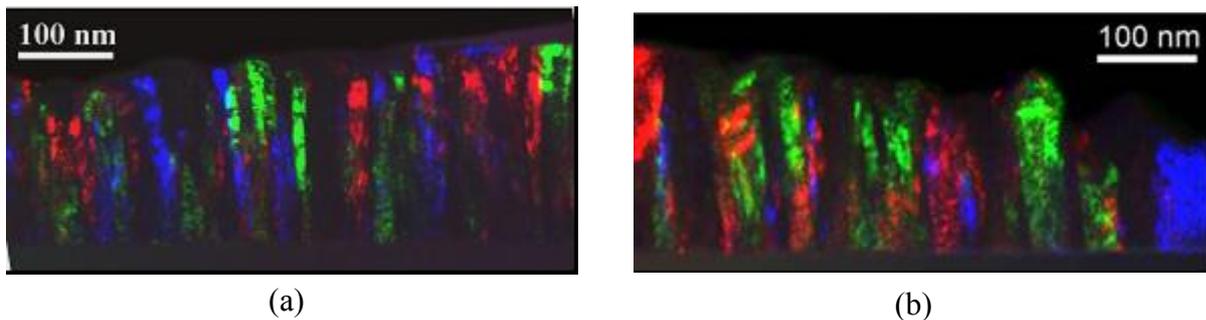


Figure III-44 : Images en couleur obtenue par superposition de trois images en champ sombre d'une coupe verticale d'un film de  $(\text{FeHf})_{90}\text{O}_{10}$  – (1,2 % vol. en  $\text{O}_2$ ).

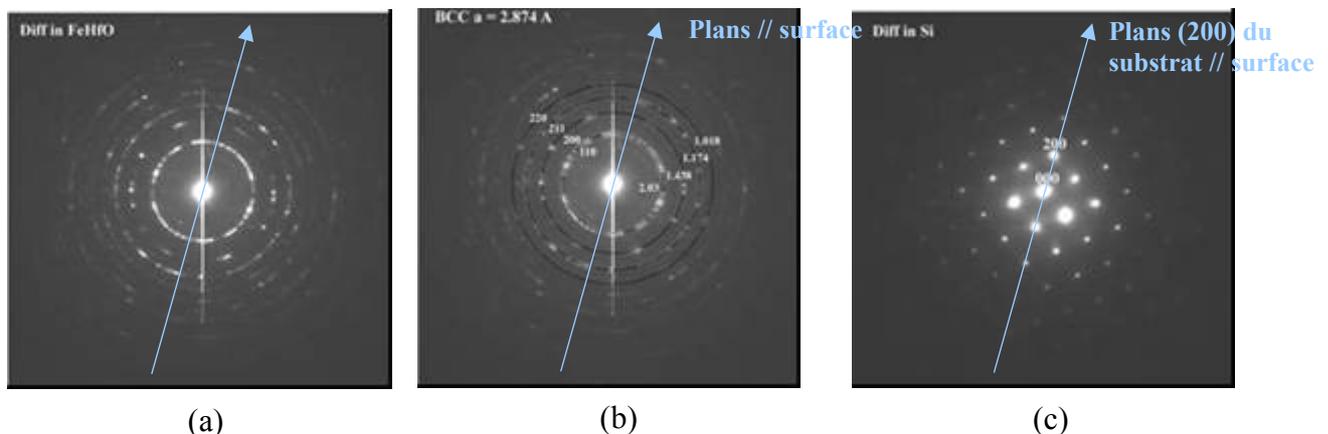


Figure III-45 : Figures de micro-diffraction TEM obtenues pour un film de  $(\text{FeHf})_{90}\text{O}_{10}$  – (1,2 % vol. en  $\text{O}_2$ ) en coupe verticale (a) avec repérage des anneaux les plus marqués (b) et comparées à la figure de diffraction du Si servant de référence (c).

Les figures de micro-diffraction révèlent une microstructure cristalline. Aucune phase amorphe ou contenant des petits grains n'est décelée. Ils montrent une série d'anneaux de diffraction des plans (110), (200), (211) et (220) du cristal cubique centré (bcc) et de paramètre  $a_0 = 2.875\text{\AA}$ . Aucune texture préférentielle n'est observée, exceptée peut être quelques grains texturés (110) et (211) dont les cercles sont un peu plus lumineux (figure III-45 (a) et (b)) mais dans l'ensemble, cet alliage ne possède pas de texture clairement définie.

La spectroscopie STEM (sonde fine balayée ou scannée sur une ligne) par EELS indique un profil du Fe et de O assez stable selon l'épaisseur du film. Les analyses n'ont pas été menées sur l'Hf car sa raie d'énergie se situe au niveau du pic du plasmon, donc non observable. La précision de cette quantification est d'environ 1 %. La quantité de Fe par rapport à l'oxygène est légèrement plus faible à l'interface avec le  $\text{SiO}_2$  qu'à la surface (figure III-46 (a)). Ceci est probablement dû à une variation de la largeur de l'échantillon, taillé en biseau. Le profil de l'oxygène montre que l'oxydation au cours de la croissance du film est constante. Cependant, le profil horizontal de spectroscopie montre des fluctuations de la teneur en Fe d'environ 35 % alors que la quantité d'oxygène reste constante (figure III-46 (b)). Cela pourrait suggérer la présence de précipités de  $\text{HfO}_2$  entre les grains. Une proportion de 90 % at. de Fe pour 10 % at. de O est estimée et si on considère qu'il y a environ 3,2 % at. de Hf par rapport au Fe, on en déduit la composition approximative du film :  $\text{Fe}_{87,5}\text{Hf}_{2,8}\text{O}_{9,7}$ .

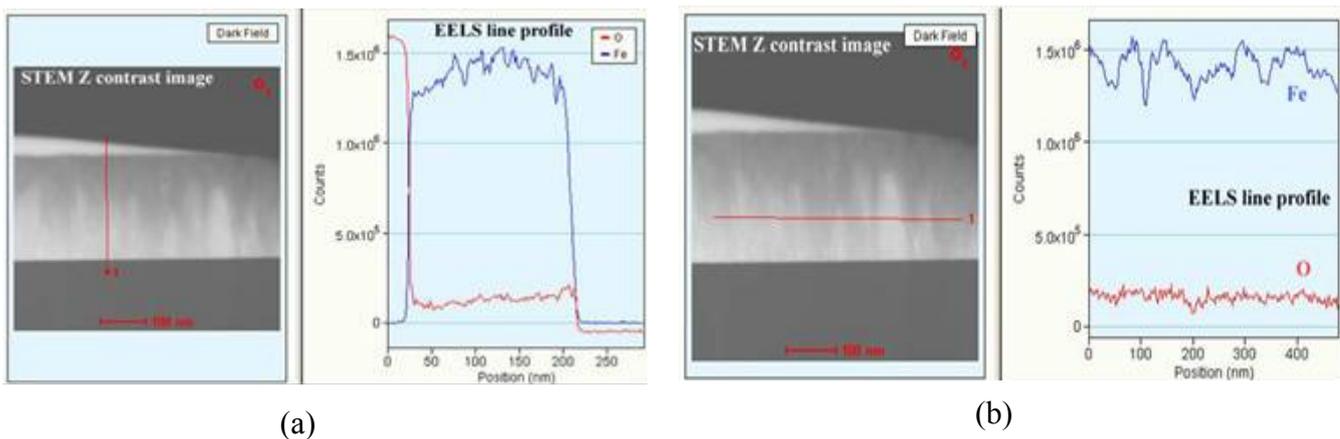


Figure III-46 : Analyse par spectroscopie STEM EELS de la composition en coupe verticale (a) et en coupe horizontale (b) selon l'épaisseur d'un film de  $(\text{FeHf})_{90}\text{O}_{10}$  – (1,2 % vol. en  $\text{O}_2$ ).

Le film de  $(\text{FeHf})_{90}\text{O}_{10}$  possède une microstructure entièrement cristalline bcc (pas de phase amorphe), pas vraiment texturée, avec un paramètre de maille estimé à  $2.875\text{\AA}$ . Les grains, riches en Fe et en Hf, sont colonnaires de large diamètre  $\sim 30\text{ nm}$  s'élargissant vers la surface et entourés probablement par des précipités de  $\text{HfO}_2$ . Aucune phase d'oxyde de Fe n'est détectée.

### 5.1.2 $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{20}$ – ( $\sim 20$ % at. O soit 1.3 % vol. en $\text{O}_2$ )

Ce film ne possède pas de propriétés magnétiques douces ( $H_c \sim 30\text{ Oe}$ ) mais présente néanmoins une anisotropie marquée ( $H_k \sim 80\text{ Oe}$ ). Les images en champ clair et en couleur révèlent deux couches de nature différente (figure III-47 (a) et (b)). La couche inférieure, de  $30\text{ nm}$  d'épaisseur, présente une structure assez désordonnée composée de grains assez larges

(10 - 15 nm de diamètre) isolés qui diffractent peu donc contenant peu de plans dans les conditions de Bragg. La couche supérieure, de 45 nm d'épaisseur, comporte des grains colonnaires assez larges ~ 15 - 30 nm de diamètre (figure III-47).

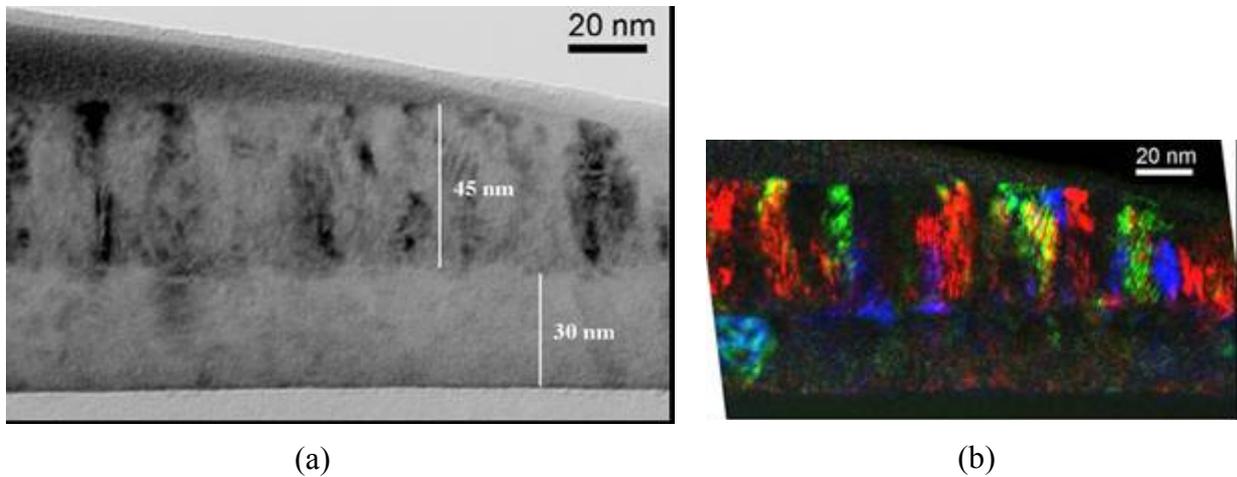


Figure III-47 : Images TEM en champ clair (a) et image TEM en couleur (b) obtenue par superposition d'images en champ sombre d'une coupe verticale d'un film de  $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{20}$  - (1,3 % vol. en  $\text{O}_2$ ).

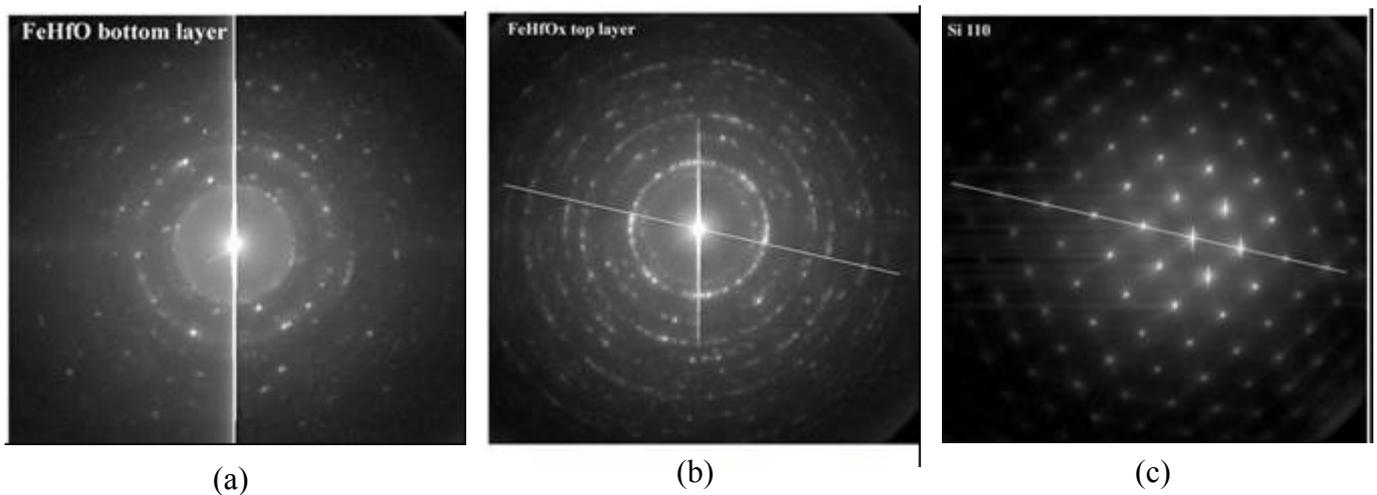


Figure III-48 : Figures de micro-diffraction TEM obtenues pour un film de  $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{20}$  - (1,3 % vol. en  $\text{O}_2$ ) en coupe verticale de la couche inférieure (a), de la couche supérieure (b) et comparées à la figure de diffraction du Si servant de référence (c).

Les analyses de micro-diffraction de la couche inférieure prouvent que l'alliage est cristallin mais pas de structure bcc il s'agit probablement d'un oxyde de Fe type FeO comme nous le verrons par la suite (figure III-48 (a)). La couche supérieure est cristalline bcc avec un paramètre de maille  $a_0 = 2.866 \text{ \AA}$ . Seul l'anneau intérieur, avec une distance inter-plan  $d = 2.45 \text{ \AA}$ , n'est pas bcc. Il s'agit peut être de la diffraction d'un grain d'oxyde de fer. La texture est principalement (110) puisque c'est l'anneau le plus intense, bien qu'il soit peu prononcé et avec une légère symétrie d'ordre 6 (figure III-48 (b)). Les plans (110) sont majoritairement alignés avec le substrat. La couche est principalement cristalline; un léger halo entourant les anneaux de diffraction est visible résultant probablement de la présence d'une phase amorphe intergranulaire.

La spectroscopie TEM EELS montre que les deux couches ont une composition différente en Fe et en O. La couche inférieure contient de O en plus grande quantité (et de l'Hf) (figure III-49). Ceci confirme qu'il s'agit bien d'un oxyde de Fe. La quantification en % atomique est Fe (55 %) O (45 %). Si on considère que la proportion de Hf dans le film est de 3,2 % at. par rapport au Fe, la composition de la couche inférieure est d'environ  $\text{Fe}_{54}\text{Hf}_{1,8}\text{O}_{44,2}$ . La couche supérieure contient plus de Fe et moins de O en quantité atomique Fe (80 %), O (20 %) (figure III-49) donc de composition approximative  $\text{Fe}_{78}\text{Hf}_{2,5}\text{O}_{19,5}$ .

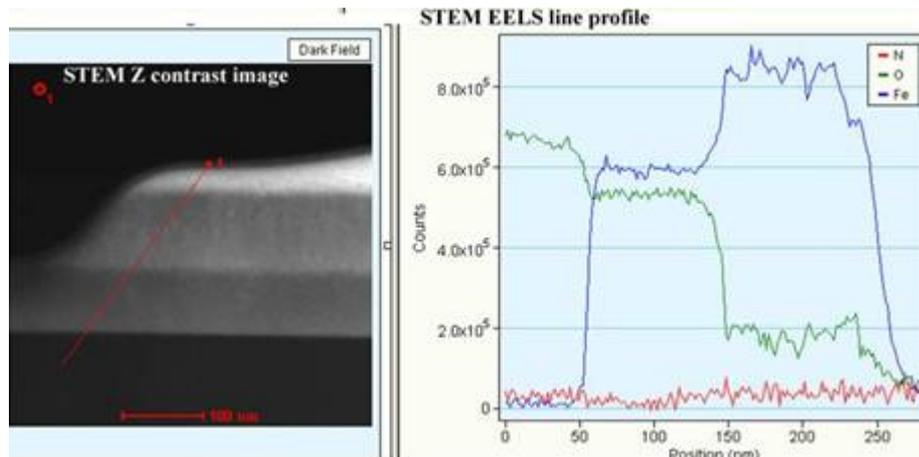


Figure III-49 : Analyse par spectroscopie STEM EELS de la composition en Fe, N et O pour une coupe horizontale selon l'épaisseur d'un film de FeHfNO - (1,3 %  $\text{O}_2$ ).

Le film est donc composé de deux sous-couches :

- 1) La première couche de  $\sim 30$  nm est un oxyde de fer  $(\text{FeHf})_{55}\text{O}_{45}$ . Sa microstructure est assez chaotique, composée de très petits grains et de larges grains isolés.
- 2) La seconde couche contient quelques précipités d'oxyde de Fe repérés par un anneau de diffraction. Sinon sa structure est cristalline avec des grains bcc colonnaires de texture préférentielle (110). Le paramètre de maille est  $a_0 = 2.866 \text{ \AA}$  et de composition :  $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{20}$ .

## 5.2 Oxydation et nitruration FeHfNO : étude avec taux vol. d' $\text{O}_2$ fixe (1,2 % $\text{O}_2$ ) et des taux vol. de $\text{N}_2$ croissants

### 5.2.1 $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{15}\text{N}_5$ - (1,2 % vol. en $\text{O}_2$ et 1 % vol. en $\text{N}_2$ )

Ce film possède des propriétés magnétiques douces et anisotropes. Pour ce film, l'image en champ clair révèle deux couches de nature différente. La couche inférieure, de 25 nm d'épaisseur, présente une structure assez désordonnée et la couche supérieure de 150 nm comporte des grains verticaux (figure III-50 (a)). Les images en champ sombre confirment la présence de grains nanométriques dans une phase diffractant très peu pour la première couche déposée et de gains verticaux s'élargissant au cours de la croissance de 5 - 10 nm jusqu'à plus de 20 nm en surface pour la deuxième couche (figure III-50 (b)). La délimitation entre les deux microstructures est particulièrement nette (figure III-50 (a)).

La figure de micro-diffraction pour la couche supérieure comporte une série d'anneaux quasiment continus avec quelques taches larges, plus lumineuses et de symétrie d'ordre 6 (figure III-51 (a)). Ces cercles correspondant aux plans (110), (200), (211) et (220) ... du cristal bcc avec un paramètre de maille  $a_0 = 2.91 \text{ \AA}$ . La texture est (110) et un peu (211) car ce sont les plans (110) alignés horizontalement. Les anneaux sont un peu flous, caractéristiques de la présence d'une phase amorphe entourant les grains.

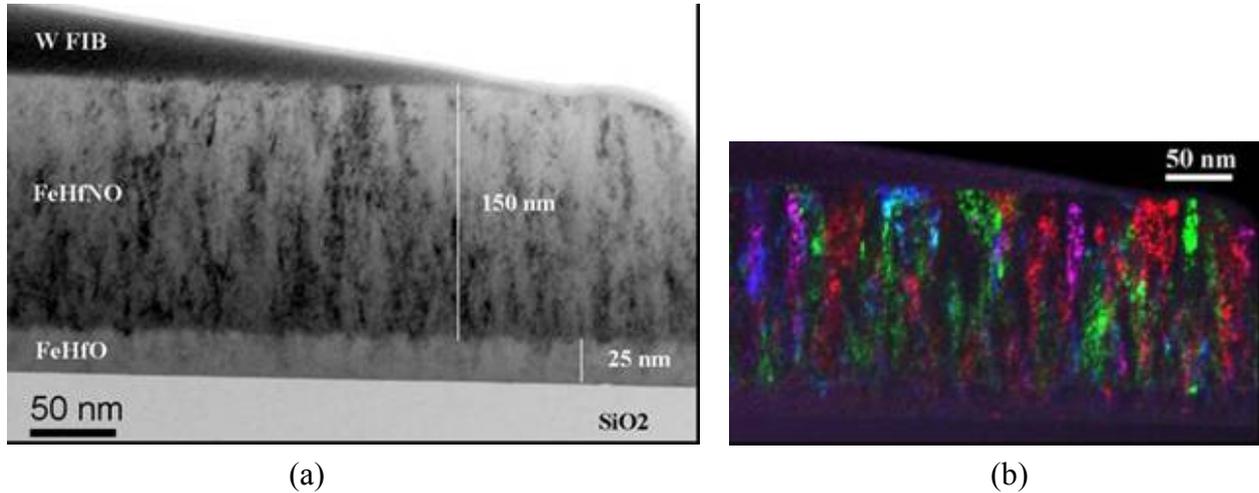


Figure III-50 : Images TEM en champ clair (a) et image TEM en couleur (b) obtenue par superposition d'images en champ sombre d'une coupe verticale d'un film de  $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{15}\text{N}_5 - (1,2\% \text{ O}_2 \text{ et } 1\% \text{ N}_2)$ .

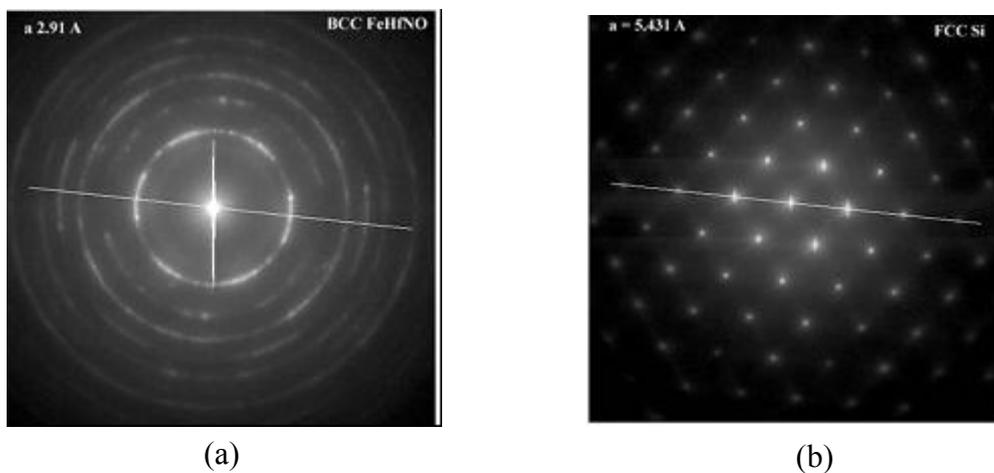


Figure III-51 : Figure de micro-diffraction TEM obtenue pour la couche supérieure du film de  $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{15}\text{N}_5$  (1,2 %  $\text{O}_2$  et 1 %  $\text{N}_2$ ) en coupe verticale (a) et comparé à la figure de diffraction du Si servant de référence (b).

La spectroscopie STEM EELS montre que les deux couches de microstructure différente ont en fait une composition différente (figure III-52). La couche inférieure contient seulement du Fe, de O (et de Hf non détecté ici) mais pas d'azote. La quantification en % atomique est Fe (55 %) O (45 %). Si on considère que la proportion de Hf dans le film est de 3,2 % at. par rapport au Fe (en absence de nitruration), la composition de la couche inférieure est d'environ  $\text{Fe}_{54}\text{Hf}_{1,8}\text{O}_{44,2}$ . La couche supérieure contient Fe, O et N en quantité atomique Fe (80 %), O (15 %), N (5 %) donc de composition approximative  $\text{Fe}_{78,5}\text{Hf}_{2}\text{O}_{14,5}\text{N}_5$  (Hf 2,4 % at. par rapport au Fe pour une couche nitrurée).

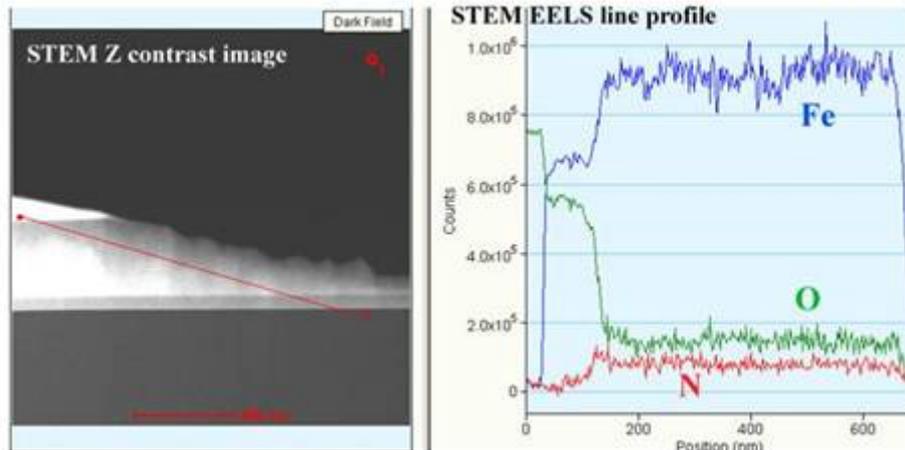


Figure III-52 : Analyse par spectroscopie STEM EELS de la composition en coupe horizontale selon l'épaisseur d'un film de  $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{15}\text{N}_5$  – (1,2 %  $\text{O}_2$  et 1 %  $\text{N}_2$ ).

Pour conclure, ce film est constitué de deux couches :

- 1) La première déposée est de composition  $(\text{FeHf})_{55}\text{O}_{45}$  et de microstructure très désordonnée avec des grains de taille nanométrique et peut-être la présence de précipités d'oxyde de Fe.
- 2) La couche supérieure est composée de  $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{15}\text{N}_5$  avec une structure colonnaire de grains de 5 nm à la base et s'élargissant jusqu'à plus de 15 nm en surface entourés par une phase amorphe probablement riche en  $\text{HfO}_2$  et en N. La phase cristalline est bcc de paramètre  $a = 2.91 \text{ \AA}$  et de texture préférentielle (110).

### 5.2.2 $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{15}\text{N}_5$ – (1,2 % vol. en $\text{O}_2$ et 2 % vol. en $\text{N}_2$ )

Cet alliage ne possède pas de propriétés magnétiques douces ( $\sim$  paramagnétique) à cause d'une phase amorphe très importante détectée par XRD qui découple les grains. Les images en couleur démontrent une microstructure constituée de deux couches de nature différente. La couche inférieure, de 50 nm d'épaisseur, présente une structure cristalline avec des grains assez larges (10 - 30 nm de diamètre) dispersés et verticaux. La couche supérieure de 100 nm, plus dense que la précédente (plus sombre) et plus homogène, ne comporte pas de grains (figure III-53 (a) et (b)).

La figure de micro-diffraction pour la couche (1) expose une multitude d'anneaux quasiment continus avec quelques taches larges plus lumineuses confirmant la présence de grains isolés dans une phase quasi-amorphe (figure II-54 (a)). Ces cercles correspondent aux distances interréticulaires :  $d = 2.43 \text{ \AA}$ ,  $2.19 \text{ \AA}$ ,  $1.61 \text{ \AA}$ ,  $1.47 \text{ \AA}$ , .... Une autre famille de plans avec  $d = 2.73 \text{ \AA}$  a aussi été observée par TEM Haute Résolution dans certains grains isolés (figure III-53 (c)). Aucune de ces distances inter- réticulaires ne coïncident avec celles de la maille cubique centrée du Fe. Il se pourrait que cette phase soit un oxyde de Fe. En effet, le paramètre de maille d'une phase cubique faces centrées de FeO (sans Hf), est  $a = 4,28 \text{ \AA}$  et cette phase possède une série de plans ayant des distances interréticulaire  $2.48 \text{ \AA}$ ,  $2.15 \text{ \AA}$ ,  $1.52 \text{ \AA}$ ,  $1.29 \text{ \AA}$  et  $1.24 \text{ \AA}$ . Ce qui concorde à 2 – 3 % près aux distances inter-plans mesurées par

diffraction. Les distances  $d = 2.73 \text{ \AA}$ ,  $2.43 \text{ \AA}$ ,  $2.19 \text{ \AA}$ ,  $1.61 \text{ \AA}$ ,  $1.47 \text{ \AA}$ ,  $1.325 \text{ \AA}$ ,  $1.215 \text{ \AA}$ ,  $1.058 \text{ \AA}$ ,  $0.953 \text{ \AA}$ ,  $0.8665 \text{ \AA}$  correspondent donc respectivement aux plans cristallins (110), (111), (200), (211), (220), (221), (222), (400), (420) et (224). Le paramètre de maille est compris entre  $3,85 \text{ \AA}$  et  $4,25 \text{ \AA}$ . La première couche déposée serait donc un oxyde de Fe avec probablement des précipités de  $\text{HfO}_2$  et de  $\text{FeHf}$  (non détectables par micro-diffraction car en trop faible quantité).

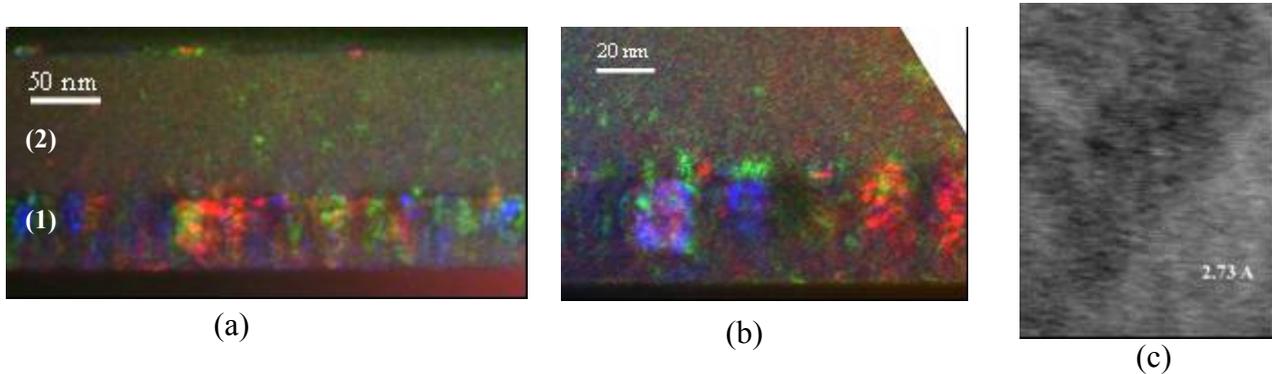


Figure III-53 : Images TEM en couleur (a et b) obtenue par superposition d'images en champ sombre d'une coupe verticale et image haute résolution d'un grain de la couche inférieure (c) pour un film de  $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{15}\text{N}_5 - (1,2 \% \text{ O}_2 \text{ et } 2 \% \text{ N}_2)$ .

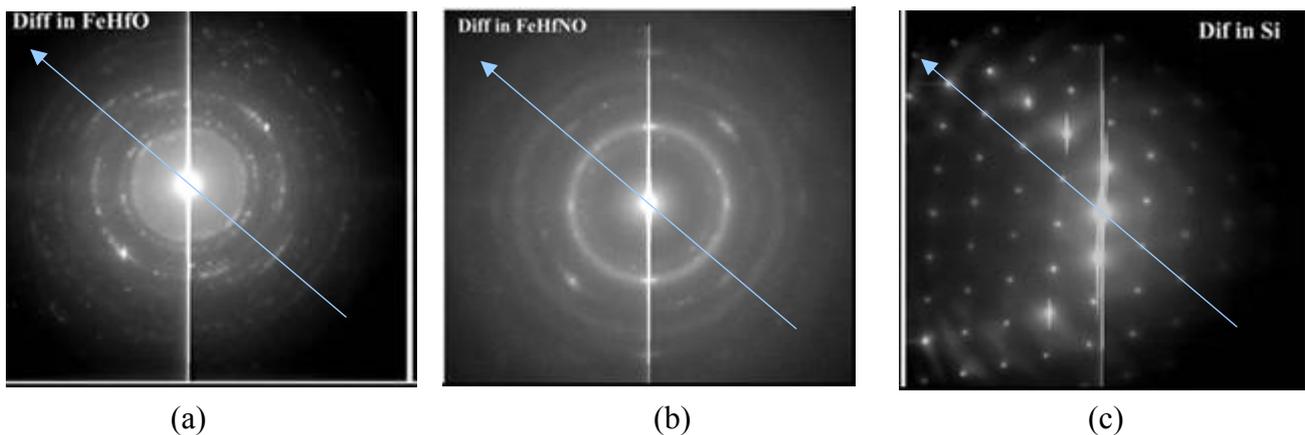


Figure III-54 : Figures de micro-diffraction TEM obtenues pour la couche supérieure d'un film de  $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{15}\text{N}_5 - (1,2 \% \text{ O}_2 \text{ et } 2 \% \text{ N}_2)$  en coupe verticale (a) avec repérage des anneaux les plus marqués (b) et comparées à la figure de diffraction du Si servant de référence (c).

La figure de micro-diffraction de la couche (2) montrent 4 types d'anneaux correspondant aux plans cristallins bcc (110), (200), (211) et (220) avec  $d = 2.08 \text{ \AA}$ ,  $1.47 \text{ \AA}$ ,  $1.22 \text{ \AA}$ ,  $1.04 \text{ \AA}$  respectivement et donc avec un paramètre de maille :  $a_0 = 2,94 \text{ \AA}$  (figure III-54 (b)). Il n'existe pas vraiment de texture favorisée. L'anneau est un peu flou, caractéristique de la présence d'une phase amorphe prédominante entourant les grains. La couche est quasi-amorphe avec des grains nanocristallins. Les quelques grains qui diffractent sont légèrement texturés (200). Cette texture (200) apparaît généralement avec la microstructure quasi-amorphe lorsque la maille du fer est saturée en N, comme dans les films de FeHfN de même structure (voir chapitre 2 paragraphe 5).

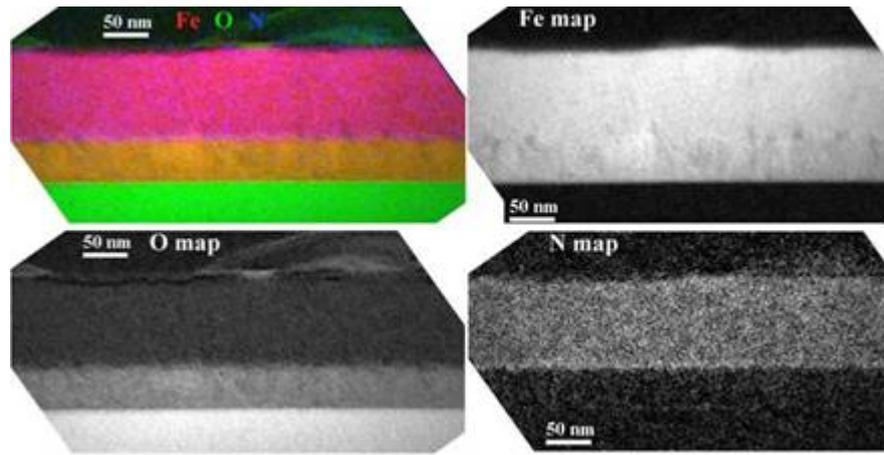


Figure III-55 : Cartographie EFTEM de la composition en Fe, O et N dans le film de  $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{15}\text{N}_5$  – (1,2 %  $\text{O}_2$  – 2 %  $\text{N}_2$ ). Toutes les images sont obtenues avec le même temps d'exposition : 12 s. Dans la couche inférieure ( $\text{FeHfO}$ ) : Fe = 380 coups, O = 170 coups; et dans la couche supérieure ( $\text{FeHfNO}$ ) Fe = 450 coups, O = 45 coups s, N = 65 coups.

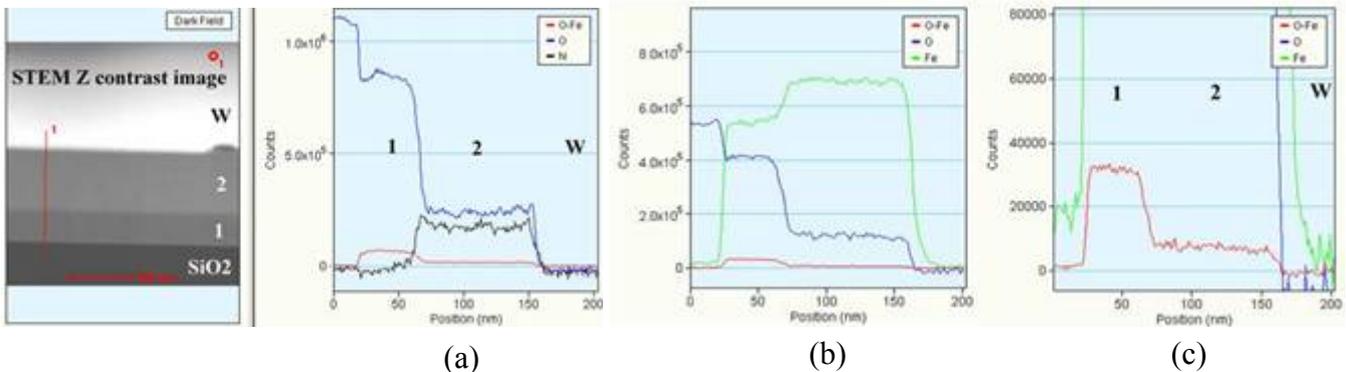


Figure III-56 : Analyse par spectroscopie TEM EELS de la composition en Fe, N et O et Fe-O pour coupe horizontale selon l'épaisseur d'un film de  $(\text{FeHf})_{80}\text{O}_{15}\text{N}_5$  – (1,2 %  $\text{O}_2$  – 2 %  $\text{N}_2$ ).

Les cartographies de composition pour le Fe, N et O obtenues avec le temps d'exposition de identique 12 s sont présentées sur la figure III-55. Les profils extraits des cartes de composition montrent une répartition assez homogène pour le Fe dans tout le film tandis que la couche inférieure (1) ne contient pas de N et de O en très grande quantité. La couche supérieure (2) est moins riche en O que la couche inférieure (1) et contient de l'azote. Les analyses spectroscopiques par EELS attestent, que pour chacune des couches, la composition est stable au cours de la croissance (figure III-56). La première couche (1) est riche en Fe et en O et ne contient pas d'azote. Elle comprend une quantité non négligeable d'oxyde de Fe repérée par la quantification de la liaison Fe-O. La couche supérieure (2) est moins riche en oxygène que (1) mais contient une quantité non négligeable de N (figure III-56). La quantification est Fe (56 %), O (44 %) pour la couche (1) et Fe (74 %) O (17 %), N (9 %) pour la couche (2). Ce qui correspond à une composition de  $\text{Fe}_{55}\text{Hf}_{1,8}\text{O}_{43,2}$  pour (1) et de  $\text{Fe}_{72,7}\text{Hf}_{1,8}\text{O}_{16,7}\text{N}_{8,8}$ .

Pour résumer, ce film est constitué de deux couches :

1) La première couche déposée est de composition  $(\text{FeHf})_{55}\text{O}_{45}$  et ne contient pas d'azote. Sa microstructure est majoritairement cristalline avec des grains d'oxyde de Fe, isolés, cristallin cubique faces centrées de 20 nm de diamètre, entourés par une phase quasi-amorphe et par d'éventuels précipités de  $\text{HfO}_2$ .

2) La couche supérieure est composée de  $(\text{FeHf})_{74}\text{O}_{17}\text{N}_9$  avec une structure quasi-amorphe comprenant des grains nanométriques entourés par une phase amorphe probablement riche en  $\text{HfO}_2$  et en N. Aucune phase d'oxyde de Fe n'est décelée. La phase cristalline est bcc de paramètre  $a_0 = 2.94 \text{ \AA}$  et de texture préférentielle (200). Cette texture caractéristique de la saturation de la maille de Fe en N montre bien qu'en présence d'azote, la limite de solubilité de N dans la maille de FeHf ( $< 9 \text{ \% at.}$ ) est plus faible comparée à celle des films de FeHfN ( $< 15 \text{ \% at.}$ ). Ceci prouve que le maille de FeHf s'appauvrit en Hf au cours de l'oxydation par affinité préférentielle de Hf avec O et donc le film se comporte face à l'incorporation de N comme un film de FeN.

### 5.2.3 $(\text{FeHf})_{50}\text{N}_{47}\text{O}_3 - (1,2 \text{ \% vol. en } \text{O}_2 \text{ et } 3 \text{ \% vol. en } \text{N}_2)$

Cet alliage a un comportement totalement paramagnétique. Les images en champ clair et en couleur obtenue par TEM révèlent une structure complexe, constituée de nanograins à la base et de larges grains de diamètre  $> 20 \text{ nm}$  au dessus (figure III-57). Les analyses de micro-diffraction prouvent que l'alliage est cristallin mais pas bcc. Il s'agit sûrement d'un oxyde de Fe comme observé précédemment (figure III-58). La composition étudiée par STEM EELS montre que le film ne contient presque pas d'azote ( $< 3 \text{ \% at.}$ ) et que la répartition en Fe et en O est homogène dans l'épaisseur de la couche (figure III-59). La quantification est Fe (51 %), O (46,5 %) N (2,5 %) ce qui correspond à une composition atomique :  $\text{Fe}_{50,3}\text{Hf}_{1,2}\text{O}_{46}\text{N}_{2,5}$ .

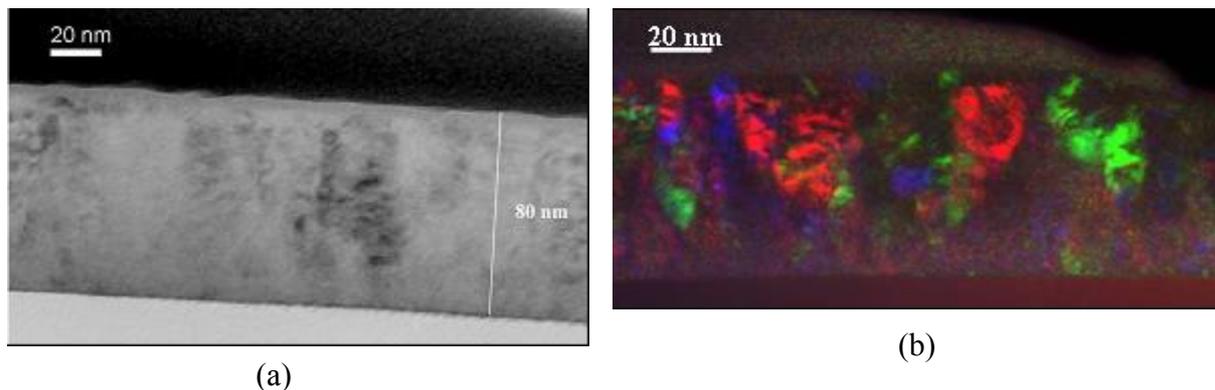


Figure III-57 : Images TEM en champ clair (a) et image TEM en couleur (b) obtenue par superposition d'images en champ sombre d'une coupe verticale d'un film de  $(\text{FeHf})_{50}\text{N}_{47}\text{O}_3 - (1,2 \text{ \% } \text{O}_2 \text{ et } 3 \text{ \% } \text{N}_2)$ .

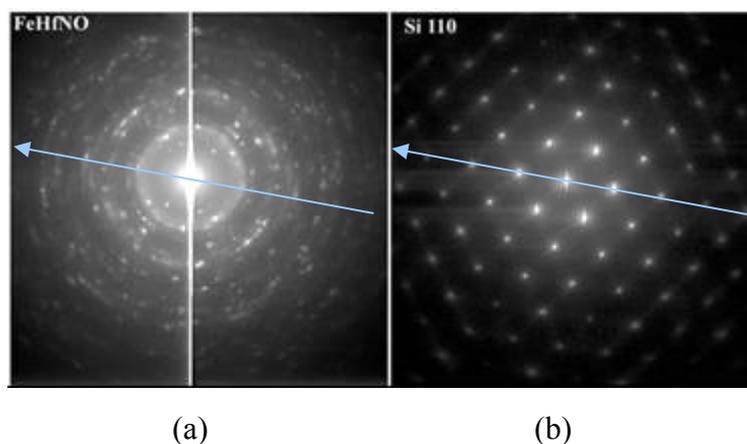


Figure III-58 : Figure de micro-diffraction TEM obtenue pour un film de  $(\text{FeHf})_{50}\text{N}_{47}\text{O}_3 - (1,2 \text{ \% } \text{O}_2 \text{ et } 3 \text{ \% } \text{N}_2)$  en coupe verticale (a) et comparée avec celle du Si servant de référence (b).

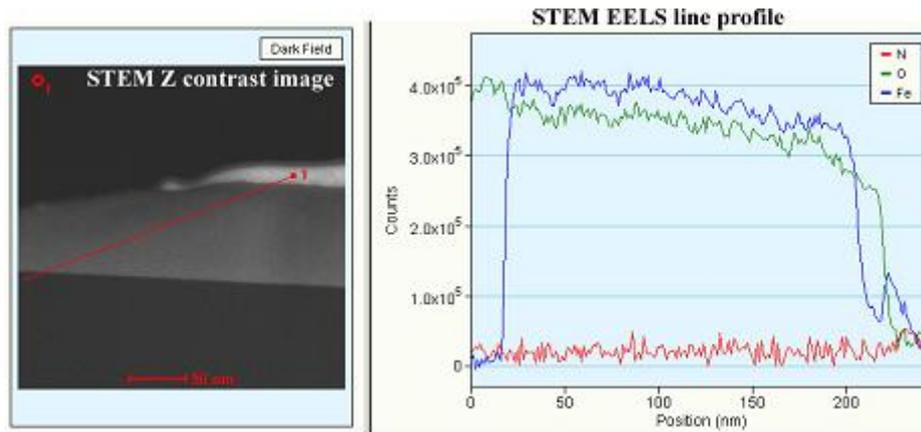


Figure III-59 : Analyse par spectroscopie TEM EELS de la composition en Fe, N et O pour coupe horizontale selon l'épaisseur d'un film de  $(\text{FeHf})_{50}\text{N}_{47}\text{O}_3$  – (1,2 %  $\text{O}_2$  et 3 %  $\text{N}_2$ ).

## 5.3 Synthèse des effets de l'oxydation seule et combinée à la nitruration

### 5.3.1 Oxydation seule

Tant que le pourcentage en  $\text{O}_2$  reste inférieur à 1,2 % vol., le film est cristallin bcc avec des grains colonnaires faiblement texturés (110). La microstructure est entièrement cristalline (pas de phase amorphe). L'incorporation d'oxygène conduit à une réduction du paramètre de maille ( $a_0$ ) de 2,910 Å à 2,875 Å et à une augmentation de la taille des grains de 20 nm (0 %  $\text{O}_2$ ) à 30 nm (1,2 %  $\text{O}_2$ ). Les effets de l'oxydation sont opposés à ceux de la nitruration puisque l'oxygène ne s'insère pas dans la maille. De plus, le paramètre de maille des films de FeHfO est même plus faible que celui des films de FeHf. Les grains de FeHf s'appauvrissent en Hf au cours de l'oxydation. C'est pour cette raison que la taille des grains est plus élevée. Il se peut se produire deux mécanismes : soit Hf reste en substitution dans la maille de fer et crée des précipités de  $\text{HfO}_2$ , soit Hf migre partiellement de la maille du Fe vers les joints de grains et crée des précipités d'oxydes. Cette phase intergranulaire s'étendrait donc avec le taux d' $\text{O}_2$  et entraînerait le découplage des grains magnétiques de Fe ce qui expliquerait l'augmentation de la valeur du champ coercitif. Aucune phase d'oxyde de Fe n'est détectée. Les films retiennent jusqu'à 10 % at. O. Dans notre cas, l'Hf représente 3 % at. par rapport au fer soit environ entre 2 et 5 % at. pour les différents films FeHfO élaborés. Le film reste cristallin tant que la quantité en O ne dépasse pas 25 % at.; sinon il se forme un oxyde de Fe [1]. Dans tous les cas, aucune phase amorphe n'apparaît car le film ne contient pas suffisamment d'Hf (élément amorphisant).

Quand le pourcentage en  $\text{O}_2$  atteint 1,3 % vol., le film est constitué de deux phases. Les premières couches déposées (sur 30 nm) sont suroxydées (~ 50 % at. d'O) sans texture marquée. Il s'agit d'un oxyde de Fe cristallin cfc. La structure est quasi-amorphe avec des larges grains isolés. La seconde couche contient moins d'oxygène (20 % at.) et seulement quelques précipités d'oxyde de Fe. Sinon sa structure est cristalline avec des grains bcc colonnaires, de texture (110) et de paramètre de maille  $a = 2,866$  Å. Le paramètre de maille équivaut à celui du Fe pur. Soit les premières couches déposées sont moins riches en Hf que

le reste du film soit l'oxydation est plus prononcée au début du dépôt ce qui conduit dans les deux cas à une oxydation massive du fer. Au-delà de 1,3 % vol. O<sub>2</sub>, le film est un oxyde de Fe. L'évolution de la microstructure avec l'incorporation d'oxygène est décrite par le schéma III-60 suivant.

La microstructure des films de FeHfO consiste donc en de larges grains colonnaires bcc texturés (110) contenant presque du Fe pur et entourés probablement par du HfO<sub>2</sub>. Jusqu'à 1,3 % vol. d'O<sub>2</sub>, la pulvérisation réactive sous flux d'oxygène est bien adaptée pour l'oxydation des films de FeHf grâce à l'oxydation préférentielle de l'Hf dans les joints de grains tout en évitant la formation d'oxyde de Fe en grande quantité. Cependant la composition en Hf de la cible est trop faible pour pouvoir incorporer suffisamment d'oxygène dans le matériau et donc augmenter significativement la résistivité sans détériorer le magnétisme. Un oxyde de fer se forme dès que le film contient plus de 25 % at. d'O. Pour améliorer le rendement de l'oxydation, il serait intéressant d'utiliser une cible plus riche en Hf soit entre 10 % et 15 % atomique.

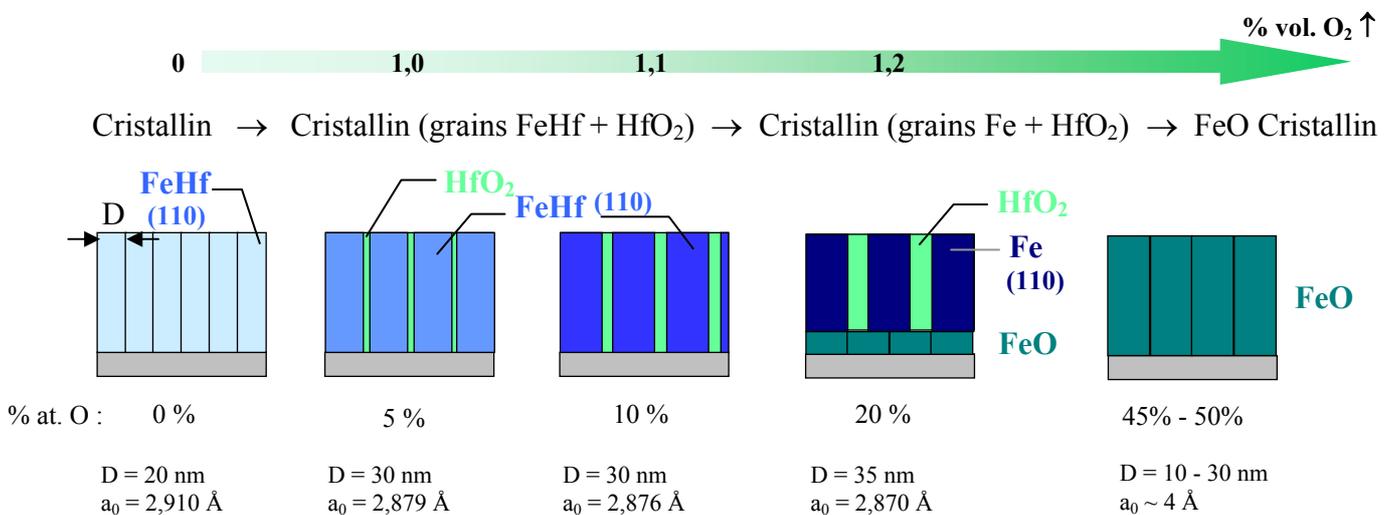


Figure III-60 : Schéma illustrant l'effet de l'incorporation d'oxygène sur la microstructure des films de FeHfO.

### 5.3.2 Oxydation combinée à la nitruration

Pour de faibles taux volumiques en O<sub>2</sub> ( $\leq 1,1$  % vol.) et pour un taux d'azote croissant (de 0 à 4 % vol.), les films de FeHfNO se comportent comme des films de FeHfN avec l'incorporation de N suggérant que la nitruration est dominante par rapport à l'oxydation du matériau. Les films sont bcc texturés (110) et l'azote s'insère dans la maille au niveau des sites octaédriques. La maille cristalline se dilate de 2,1 % au maximum conduisant à une réduction de la taille des grains de  $\sim 30$  nm à  $\sim 1$  nm. Jusqu'à 2 % vol. en N<sub>2</sub>, la microstructure initialement cristalline devient nanocristalline avec des grains colonnaires de FeHfN enrobés probablement d'une phase amorphe riche en N, Hf et O et par d'éventuels précipités de HfN, HfO<sub>2</sub> et HfNO. A partir de 2 % volumique d'azote, le matériau devient quasi-amorphe. La transition entre les états nanocristallin et amorphe, sous l'effet de la nitruration, est d'autant plus prématurée que le taux de O<sub>2</sub> augmente puisque les atomes d'oxygène forment préférentiellement un oxyde avec Hf en raison de leurs affinités chimiques. La formation des précipités de HfO<sub>2</sub> (a priori aux joints de grains) a pour

conséquence l'appauvrissement en Hf de la maille cristalline de Fe. Il s'en suit une diminution de la limite de solubilité en azote de la phase cristalline.

Pour de plus forts pourcentages volumiques en O<sub>2</sub> (≥ 1,2 % vol.), l'oxygène a consommé ou presque tous les atomes de Hf de la maille du Fe. Le mécanisme de nitruration la phase cristalline s'apparente à celui du fer pur et la limite de solubilité de N est donc fortement réduite. Dans ces conditions, l'oxydation naturelle du fer devient préférentielle et l'emporte devant la nitruration. Jusqu'à 2 % vol. de N<sub>2</sub>, les films sont nanocristallins avec des grains colonnaires puis quasi-amorphes avec un changement de texture des grains. Les premières couches déposées (30 - 50 nm) sont constituées de précipités d'oxyde de Fe (contenant ~ 50 % at. O et pas d'azote). A partir de 3 % volumique d'azote, le matériau est un oxyde de Fe cristallin cubique face centrée sans aucune texture particulière. Pour le 1,3 % vol. O<sub>2</sub>, dès l'ajout d'une faible quantité d'azote, l'alliage est un oxyde de Fe.

Le mécanisme d'oxydation des films de FeHf en présence de N est décrit par la figure III-61.

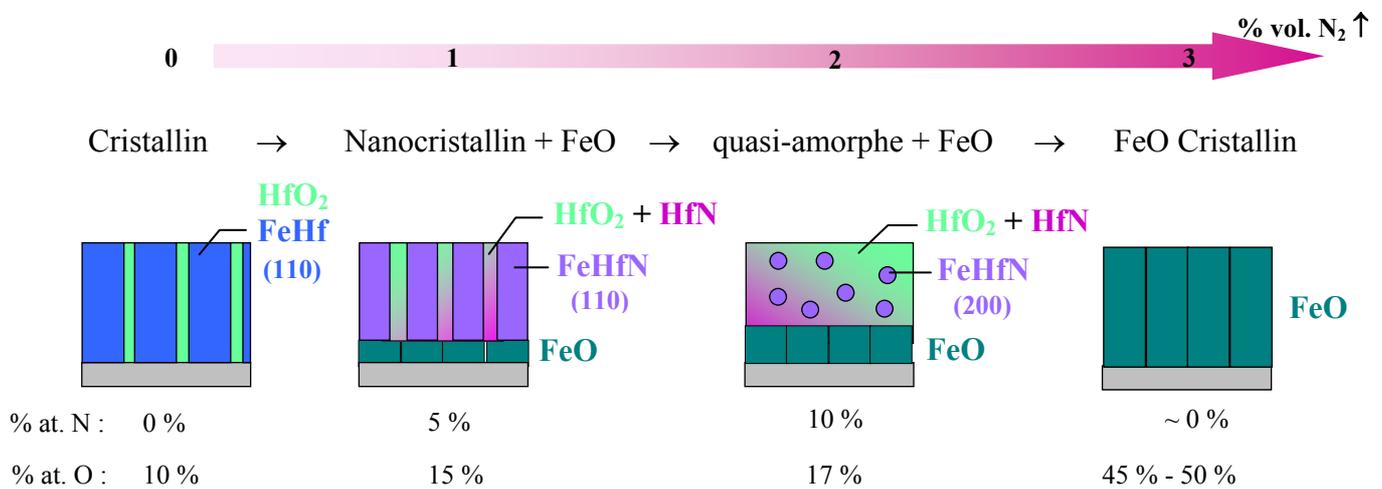


Figure III-61 : Schéma illustrant l'effet de l'incorporation d'azote sur la microstructure de films de FeHfNO.

## 6 Conclusion

L'objectif premier était de synthétiser un matériau magnétique granulaire à résistivité élevée et à forte aimantation à partir des films de FeHfN. Ceci a été réalisé avec un certain succès mais souffre aussi de limitations importantes. La combinaison  $N_2 + O_2$  a permis d'atteindre les niveaux de résistivité souhaités ( $\geq 10^4 \mu\Omega.cm$ ) mais les films n'ont retenu qu'une aimantation modérée ( $\leq 10$  kG). Le compromis le plus acceptable semble être  $\rho \approx 500 \mu\Omega.cm$  et  $4\pi M_s \approx 12$  kG, ce qui est mieux que l'état de l'art mais confirme aussi la difficulté à concilier ces deux grandeurs. Nous avons anticipé correctement le caractère sélectif de l'oxydation au profit de Hf (et non de Fe) et supposé à juste titre que la microstructure propre au film nitruré, notamment de part la présence de la phase amorphe riche en Hf, était favorable à l'augmentation de  $\rho$  tout en conservant un  $4\pi M_s$  élevé. Ceci s'est effectivement vérifié mais a été nuancé par un autre effet non prévu. L'oxydation sélective s'accompagne en effet d'un appauvrissement en Hf des grains FeHfN qui finissent alors par s'oxyder (bien que partiellement), ce qui est rapidement défavorable à l'aimantation.

Cette étude a également établi des résultats importants et révélé des propriétés totalement inattendues. Parmi les résultats importants, on confirme le caractère très sélectif de l'oxydation avec l'élément Hf alors que la nitruration de la maille de Fe continue à être effective. Ceci permet de préserver l'aimantation dans une certaine mesure en évitant son oxydation massive. Par ailleurs, on a montré que l'oxygène est à l'origine d'une limitation du rendement de nitruration et d'une autre source d'anisotropie induite totalement méconnue. L'oxygène conduit en effet à la formation de précipités de  $HfO_2$  a priori dans la phase intergranulaire. Il s'en suit une migration des atomes de Hf vers les joints de grains provoquant l'appauvrissement en Hf de la maille de Fe et donc limitant sa capacité à incorporer de l'azote, ce qui peut devenir pénalisant du point de vue du contrôle des propriétés magnétiques douces et anisotropes. Cependant, ces limitations sont contrebalancées par deux avantages inattendus propres à l'oxydation de l'alliage FeHf et qui perdurent également en même temps que la nitruration lors de l'élaboration des films de FeHfNO. Ainsi, contre toute attente, la phase FeHfO s'est avérée intrinsèquement douce ( $H_c < 8$  Oe) et possédant une anisotropie marquée ( $H_k \sim 45 - 70$  Oe) mais dont la direction est cependant perpendiculaire à celle que l'on pouvait attendre (direction du champ de dépôt  $H_{sub}$ ). Les films de FeHfNO restent donc très doux malgré leur concentration en azote modérée et affiche un comportement uniaxial mais qui résulte de la somme vectorielle des vecteurs d'aimantation relatifs aux deux procédés. Ceci amène à un comportement final atypique mais parfaitement exploitable du point de vue dynamique relevant de compromis intéressants entre aimantation élevée, forte résistivité et amortissement faible. On a pu également obtenir un film « faussement » isotrope avec  $H_k = 0$  qui résulte en fait d'un équilibrage des contributions des axes faciles propres aux deux mécanismes et qui du point de vue dynamique offre l'avantage d'un comportement rotationnel sur une très large plage angulaire (plus de  $50^\circ$ ).

Par ailleurs, l'étude spécifique des films de FeHfO, motivée en premier lieu par un souci de compréhension des phénomènes mis en jeu dans les films de FeHfNO, a révélé aussi des résultats nouveaux et pouvant encourager une autre voie d'étude. En effet, les films de FeHfO, contrairement à l'état de l'art, possèdent un comportement magnétique dynamique intrinsèque très satisfaisant qui en fait des candidats à part entière pour des applications RF. L'origine de l'anisotropie de ces films reste cependant non établie. Un autre résultat important concerne la très faible dépendance des propriétés de ces films avec la température jusqu'à environ  $300^\circ C$  qui les différencie des films de FeHfN sujet à des détériorations dès  $100^\circ C$ . Du

point de vue thermique, les films de FeHfNO sont régis par les deux phénomènes. Ils restent donc d'autant moins stables qu'ils possèdent beaucoup d'azote. Par contre, ceci offre des possibilités d'ajustement de l'anisotropie résultante et d'obtention de comportements dynamique atypiques à haute fréquence, jamais observées jusqu'alors.

Enfin, face au caractère dual des films granulaires qui peuvent s'apparenter à des diélectriques magnétiques, nous avons pour la première fois pu estimer la permittivité de tels matériaux qui s'est avérée particulièrement élevée ( $\epsilon' \sim 230$  pour un film de FeHfNO de résistivité  $\sim 10^3 \mu\Omega.cm$ ). Cependant, ce matériau reste un diélectrique à fortes pertes qui sont dues à des courants de fuite très importants.

## Références

- [1] Y. Hayakawa, A. Makino, H. Fujimori, A. Inoue, “High resistive nanocrystalline Fe-M-O (M = Hf, Zr, rare-earth metals) soft magnetic films for high-frequency applications”, *J. Appl. Phys.*, **81**, (8), pp. 3747 - 3752, (1997).
- [2] Y. Hayakawa, A. Makino, “Soft magnetic properties of Fe-M-O (M=Hf, Zr, Y, Ce) films with high electrical resistivity”, *Nanostructured Materials*, **6**, pp. 989 - 992, (1995).
- [3] W. D. Li, O. Kitakami, Y. Shimada, “Study on the in-plane uniaxial anisotropy of high permeability granular films”, *J. Appl. Phys.*, **83**, (11), pp. 6661 - 6663, (1998).
- [4] T. Morikawa, M. Suzuki, Y. Taga “Magnetic properties of granular Fe-Cr-O and Fe-X-Cr-O (X = Cu, Rh) films”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **38**, pp. 718 - 721, (1999).
- [5] P. J. H. Bloemen, B. Rulkens, “On the frequency dependence of the magnetic permeability of FeHfO thin films”, *J. Appl. Phys.*, **84**, (12), pp. 6778 - 6781, (1998).
- [6] J. Huijbregste, F. Roozeboom, J. Sietsma, J. Donkers, T. Kuiper, E. Van de Riet, “High-frequency permeability of soft magnetic Fe-Hf-O films with high resistivity”, *J. Appl. Phys.*, **83**, (3), pp. 1569 - 1574, (1998).
- [7] S. Ikeda, Y. Uehara, I. Tagawa, N. Takeguchi, M. Kakehi, “Soft magnetic properties and microstructure of high moment Fe-N-Al-O films for recording heads”, *IEEE Trans. Mag.*, **36**, (5), pp. 3470 – 3472, (2000).
- [8] K. Katori, K. Hayashi, H. Ohmori, M. Hayakawa, K. Aso, “Soft magnetic properties for Fe-Al-Nb-N-O films”, *IEEE Trans. Mag.*, **26**, (5), pp. 1497 - 1499, (1990).
- [9] R. D. Pehlke, J. F. Elliott, “Solubility of nitrogen in liquid Iron alloys”, *Trans. Metal. Soc. AIME*, 1088 – 1101 – 1218, (1960).
- [10] S. Honda, T. Shimizu, T. Une, M. P. Sakamoto, K. Kawabata, T. Tanaka, “X-Ray photoelectron spectroscopy and magnetic properties in Fe-SiO<sub>2</sub> granular films”, *J. Appl. Phys.*, **94**, (7), pp. 4279 - 4284, (2003).
- [11] B. Bian, Y. Hirotsu, A. Makino, “Microstructure and magnetic property of Fe-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> granular films”, *Nanostruc. Mat.*, **8**, (8), pp. 1057 - 1066, (1997).
- [12] B. D. Culity, “Element of X-ray Diffraction”, Addison-Wesley, Reading, MA, p. 284, (1979).
- [13] H. Hoffmann, “Magnetic properties of thin ferromagnetic films in relation to their microstructure”, *Thin Solid Films*, **58**, pp. 223 - 233, (1979).
- [14] S. G. Wang, H. B. Nie, C. K. Ong, Z. W. Li, G. P. Zhao, J. P. Wang, “Thickness dependence of the magnetic anisotropy and 90° switch of the easy axis in FeTaN thin films”, *Physica B*, **334**, pp. 193 - 201, (2003).
- [15] S. E. Russek, P. Kabos, T. Silva, F. B. Mancoff, D. Wang, Z. Qian, J. M. Daughton, “High frequency measurements of CoFeHfO thin films”, *IEEE Trans. Mag.*, **37**, (4), pp. 2248 - 2250, (2001).





荒海や佐渡に横たふ天の川

芭蕉

La mer agitée !  
La Voie lactée s'allonge...  
Sur l'île de Sado.

Bashô



# Chapitre 4 : Intégration de matériaux magnétiques à forte aimantation FeHfN dans des architectures inductrices RF

Introduction.....	222
<b>1 Optimisation du matériau pour l'intégration.....</b>	<b>223</b>
1.1 Choix de l'oxyde pour le matériau laminé .....	223
1.2 Propriétés magnétiques du matériau laminé .....	224
1.2.1 Etude dynamique de macrostructures laminées.....	224
1.2.2 Etude dynamique de microstructures laminées.....	225
1.2.3 Conclusion.....	229
<b>2 Conception des inductances .....</b>	<b>230</b>
2.1 Rappels des enjeux .....	230
2.2 Motifs de base .....	231
2.3 Filière technologique AICMAG - FeHfN .....	234
2.4 Principe du test RF .....	236
2.4.1 Notion de paramètres $S$ .....	236
2.4.2 Mesure des paramètres $S$ : mesure sous pointes.....	237
2.4.3 Méthode de de-embedding pour la correction des éléments parasites.....	238
2.5 Essais préliminaires de réalisation .....	238
2.5.1 Motivations.....	238
2.5.2 Bilan des plaques réalisées et des tests .....	239
<b>3 Tests RF : résultats et interprétations.....</b>	<b>242</b>
3.1 Résultats de la fabrication .....	242
3.2 Résultats des tests RF .....	243
3.2.1 Comparaison entre mesures "brutes" et mesures "corrigées".....	243
3.2.2 Influence de l'orientation des plans magnétiques .....	244
3.2.3 Effet de l'élargissement des plans magnétiques.....	247
3.2.4 Effet de forme du bobinage et des plans magnétiques.....	249
3.2.5 Effet du nombre de tours de la bobine.....	251
3.2.6 Effet de la fréquence de résonance des plans magnétiques.....	254
3.2.7 Dispositifs d'étude du "cross talk" entre deux selfs.....	256
3.3 Interprétation du caractère bidirectionnel.....	257
3.3.1 Observation de la structure en domaines .....	258
3.3.2 Effet de la géométrie à fermeture de flux.....	258
3.3.3 Effets magnétoélastiques .....	259
3.3.4 Effets de contributions spécifiques à l'ECW .....	260
3.3.5 Conclusion.....	264
<b>4 Conclusion .....</b>	<b>265</b>
Références.....	267

## **Introduction**

Ce chapitre est consacré à l'intégration du matériau magnétique dans les architectures inductrices RF et à l'analyse des résultats de tests électriques. Le matériau magnétique, qui présente à ce stade de l'étude le meilleur compromis, est le FeHfN car il bénéficie d'une plus grande maturité et d'une compréhension plus aboutie de ces propriétés. Ce choix est également stratégique au sens où il doit répondre aussi à des motivations contractuelles en lien avec le projet industriel associé à cette thèse. De plus, la maîtrise et la validation des outils de simulation, nécessitant des résultats expérimentaux, sont également des objectifs importants qui, comme nous le verrons au chapitre 5, permettront d'explorer beaucoup plus de scénarii que ceux exploitables par fabrication. Ainsi, la composition retenue correspond à  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  car elle offre, à la fois, la plus forte aimantation (18,5 kG), une anisotropie uniaxiale très bien définie (20 Oe) et des propriétés magnétiques extrêmement douces se traduisant par des pertes limitées et un coefficient d'amortissement très faible ( $\alpha \sim 0.01$ ). A l'inverse, ce choix a été fait principalement au détriment de l'épaisseur, limitée à 100 nm pour des raisons intrinsèques comme on l'a vu au chapitre 2, et aussi de la résistivité qui ne dépasse pas  $120 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ . Cependant, on savait ces limitations contournables du point de vue de la fonctionnalité des dispositifs par l'utilisation d'un matériau laminé alternant par exemple dix fois ce film avec une couche diélectrique de faible épaisseur. Ceci nous a donc amené à un développement spécifique avant l'intégration proprement dite du matériau.

La première partie de ce chapitre est donc dédiée à la validation des propriétés de la version lamellée du matériau par rapport aux résultats obtenus sur le film unitaire (propriétés magnétiques, adhérence, tenue thermique ....). Elle sera suivie par une seconde partie consacrée à la conception et à la fabrication des inductances ferromagnétiques avec une description des différentes étapes technologiques de la filière « AIC-MAG » et une explication du principe du test RF. Dans cette seconde partie, un paragraphe exploitera succinctement les résultats de tests électriques des différents lots réalisés montrant l'évolution des améliorations apportées au procédé de fabrication en vue de la réalisation des prototypes finalisés. La troisième partie sera quant à elle consacrée à l'étude et à l'analyse détaillée des résultats expérimentaux correspondant au dernier lot fabriqué (celui présentant les meilleures performances).

# **1 Optimisation du matériau pour l'intégration**

Nous reprenons ici le principe d'un film laminé, alternant couche magnétique et isolant mince, qui a largement été utilisé pour l'élaboration des têtes magnétiques [1][2]. Ceci permet généralement d'atteindre des épaisseurs cumulées de matériau magnétique jusqu'à plus de 1  $\mu\text{m}$  en conservant les propriétés intrinsèques de la monocouche et de s'affranchir des courants de Foucault de façon naturelle. Nous allons commencer par le choix de l'oxyde nécessaire à cette réalisation.

## **1.1 Choix de l'oxyde pour le matériau laminé**

L'oxyde de silicium  $\text{SiO}_2$  fait partie des candidats les plus courants car largement présent dans les filières CMOS ou MEMS. Il possède une grande stabilité de part sa stoechiométrie et une grande facilité d'élaboration. Néanmoins, la technique de dépôt de cet oxyde a souvent recouru à des températures de procédé élevées, par exemple 400°C en PECVD. En raison de la limitation en température de notre composé ( $< 250^\circ\text{C}$ ), cette technique a du faire l'objet d'adaptations spécifiques. Une autre méthode pour le dépôt de l'isolant, moins conventionnelle pour la microélectronique mais qui offre l'avantage d'être compatible in situ avec le dépôt du matériau magnétique, reprend la technique de la PVD. Ces deux techniques sont décrites en annexe 2.

Nous nous sommes d'abord intéressés aux conséquences des bilans thermiques respectifs à ces deux méthodes sur les propriétés de la couche magnétique de FeHfN.

- Par PVD, les dépôts de  $\text{SiO}_2$  peuvent s'effectuer dans le même bâti de dépôt que le FeHfN qui possède trois cathodes RF dont une a été équipée d'une cible de silice commerciale. Ce procédé est très avantageux en termes de facilité et de rapidité d'élaboration du lamellé. Par contre, à cause de la configuration de la machine, ce dépôt se fait aussi sous champ magnétique puisque les aimants sont solidaires du plateau supportant le porte substrat. Il est donc important d'analyser les conséquences de l'échauffement sous champ dû aux dépôts successifs de  $\text{SiO}_2$  sur les propriétés magnétiques des couches de FeHfN qui sont particulièrement sensibles à cette situation comme on l'a vu au chapitre 2. De plus, pour des raisons de continuité et d'uniformité, les couches de  $\text{SiO}_2$  doivent au minimum posséder une épaisseur d'environ 100 nm. Dans ces conditions, la température du substrat atteint  $\sim 130^\circ\text{C}$  ce qui est parfaitement acceptable bien que légèrement supérieur à la température de dépôt de la couche de FeHfN ( $\sim 110^\circ\text{C}$ ).

- Par PECVD, les dépôts de  $\text{SiO}_2$  peuvent s'effectuer jusqu'à des températures de l'ordre de 220°C sans difficulté. En deçà, la stoechiométrie n'est plus respectée et des effets de contamination importants au niveau du réacteur deviennent pénalisants. Toutefois, la température de procédé peut être abaissée jusqu'à 120°C environ. Un avantage intrinsèque à cette technique, renforcée par l'absence de champ magnétique au niveau du substrat, repose sur des dépôts plus homogènes et une meilleure continuité jusqu'à 50 nm qui suffisent à isoler électriquement deux couches magnétiques.

Sachant que l'épaisseur de FeHfN est limitée au maximum à 200 nm, différentes configurations de laminage ont été étudiées avec les épaisseurs minimales de  $\text{SiO}_2$  propres à chaque procédé (100 nm en PVD et 50 nm en PECVD), en faisant varier l'épaisseur de la

couche magnétique et le nombre de bicouches [FeHfN / SiO<sub>2</sub>]. Les variations sont résumées dans le tableau IV-1.

Empilement	Ep FeHfN (nm)	Type SiO <sub>2</sub>	Ep SiO <sub>2</sub> (nm)	Nb bicouches
1a	100	PVD	100	5
1b	100	PECVD (220°C)	50	10
1c	100	PECVD (120°C)	50	10
2	150	PVD	100	6
3a	200	PVD	100	5
3b	200	PECVD (220°C)	50	5

Tableau IV-1: Synthèse des différentes couches laminées étudiées.

## 1.2 Propriétés magnétiques du matériau laminé

### 1.2.1 Etude dynamique de macrostructures laminées

Les premières études se sont portées sur des échantillons de taille millimétrique (4×2 mm<sup>2</sup> et 4×4 mm<sup>2</sup>), de façon à déterminer les caractéristiques magnétiques statiques puis dynamiques de ces empilements. Les mesures au VSM ont permis d'abord de démontrer que tous ces empilements (avec SiO<sub>2</sub> PVD ou PECVD) conservaient les propriétés magnétiques douces optimisées de la monocouche de FeHfN correspondante. Concernant les caractéristiques dynamiques, nous nous sommes focalisés sur les séries 1a et 3a.

En adoptant la solution classique de laminage par un isolant, nous avons cherché, d'une part, à nous affranchir des limitations dues aux « ripples » et, d'autre part, à minimiser l'effet de peau qui sont dans notre cas les limitations principales à l'utilisation de couches épaisses dans la plage de fréquence étudiée (1 - 5 GHz). Les figures suivantes illustrent la réponse dynamique des empilements 1a et 3a pour les macro motifs de dimension 4×2 mm<sup>2</sup>. Chaque spectre est corrélé avec le modèle des courants de Foucault (CF) pour une couche massive de même épaisseur et avec le modèle LLG appliqué à partir des caractéristiques mesurées au VSM.

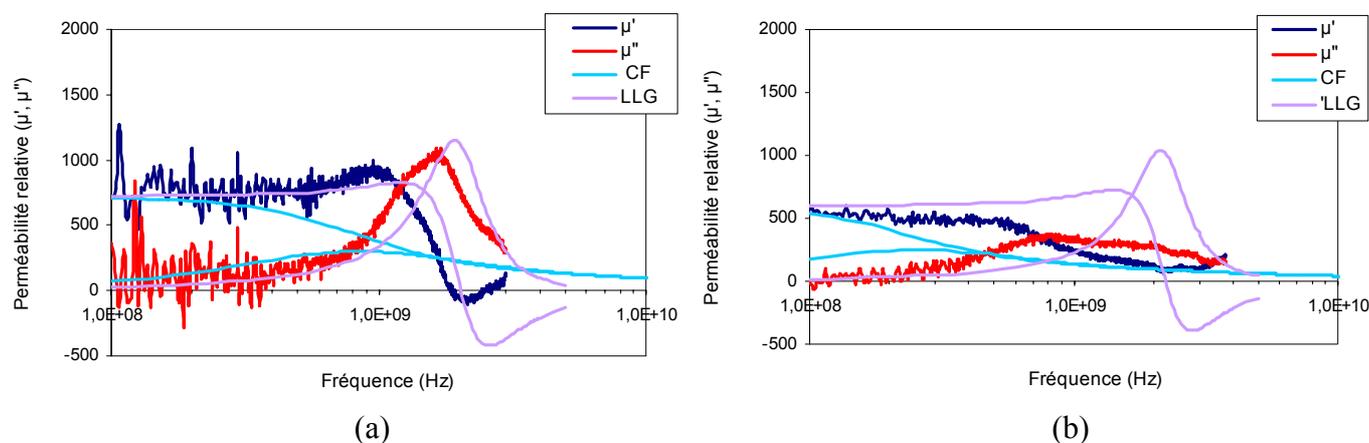


Figure IV-1 : Spectres de perméabilité mesurés pour les empilements 1a : [FeHfN<sub>100nm</sub>/SiO<sub>2</sub><sub>100nm</sub>]<sup>\*5</sup> (a) et 3a : [FeHfN<sub>200nm</sub>/SiO<sub>2</sub><sub>100nm</sub>]<sup>\*5</sup> (b) - SiO<sub>2</sub> déposé par PVD. Comparaison avec le modèle théorique des courants de Foucault pour la même épaisseur de matériau mais non lamellé (monocouche) et le modèle LLG établi à partir des données mesurées au VSM. Motif de largeur  $W = 2$  mm.

Dans les deux cas, l'effet bénéfique du laminage vis à vis des courants de Foucault, dont une couche massive de même épaisseur serait l'objet, est totalement vérifié. L'avantage est bien évidemment à l'échantillon *1a* qui utilise les couches de FeHfN les plus minces. A l'inverse, les deux cas ne reflètent pas le même comportement vis à vis des effets gyromagnétiques attendus. En effet, seul le spectre de perméabilité de l'échantillon *1a* présente un pic de résonance gyromagnétique vers 1.6 GHz bien que légèrement plus faible que la valeur théorique estimée à 1.9 GHz (figure IV-1 (a)) et avec un coefficient d'amortissement sensiblement élevé ( $\alpha = 0.025$  contre  $\alpha = 0.01$  pour une couche de 100 nm d'épaisseur). Le comportement en fréquence du lamellé *3a* est beaucoup plus dégradé avec une amplification importante des deux effets précédents qui se traduisent par une chute de la perméabilité dès 600 MHz (figure IV-1 (b)) dont l'origine n'est clairement plus gyromagnétique. Ce constat nous a donc amenés à considérer le phénomène de résonance dimensionnelle dont les structures laminées avec isolant peuvent être le siège notamment dans le cas de macrostructures.

Ce phénomène traduit l'apparition de modes stationnaires de l'onde électromagnétique dans le matériau lorsque la dimension physique de l'échantillon est du même ordre de grandeur que la longueur d'onde. Or, on rappelle que cette dernière est inversement proportionnelle à la racine carrée du produit  $\mu \times \varepsilon$ . Par conséquent, on comprend donc qu'elle diminue plus rapidement à l'intérieur d'une structure magnétique lamellé du fait des effets cumulés de la perméabilité et de la constante diélectrique. Cet effet peut également être interprété par analogie avec un résonateur LC où C dépend directement des surfaces mises en jeu (voir chapitre 1). L'expression de la résonance dimensionnelle est donnée par :

$$f = \frac{c}{2W \sqrt{\frac{e_m}{e_i} \varepsilon_r \mu_r}} \quad (\text{IV-1})$$

Dans cette expression,  $c$  est la célérité de la lumière,  $W$  la largeur du motif,  $e_m$  l'épaisseur du matériau magnétique,  $e_i$  l'épaisseur d'isolant,  $\varepsilon_r$  la permittivité relative du diélectrique ( $\varepsilon_r = 4,4$  pour du  $\text{SiO}_2$ ) et  $\mu_r$  la perméabilité relative du matériau magnétique.

Cette fréquence de la résonance parasite est évaluée à environ 1.3 GHz et 800 MHz pour l'empilement *1a* et *3a* respectivement donc très proche de celles observées expérimentalement à 1.6 GHz et à 850 MHz (figure IV-1). Ainsi, nous n'avons pas observé le comportement gyromagnétique dans les mesures précédentes et nous ne pouvons pas conclure quant à la validation des caractéristiques dynamiques des couches laminées par rapport à celles des couches élémentaires. Il est donc nécessaire de s'affranchir de cet "artefact" et d'étudier le comportement dynamique sur des micro motifs. La largeur du motif ( $W$ ) sera alors fixée à 50  $\mu\text{m}$  par exemple, ce qui permet de repousser la fréquence de résonance dimensionnelle à plus de 20 GHz. De plus, nous serons plus proches des dimensions des futurs plans magnétiques intégrés.

### 1.2.2 Étude dynamique de microstructures laminées

Pour contourner le problème précédent, l'étude s'est poursuivie sur des échantillons équivalents aux précédents (*1a* et *3a*) mais constitués maintenant d'un réseau de 20 micromotifs de 4 mm de long et 50  $\mu\text{m}$  de large. Précisons que l'axe de facile aimantation est

orienté selon la largeur du motif (figure IV-2) de façon à ce que l'on mesure la perméabilité intrinsèque selon la grande longueur (axe difficile).

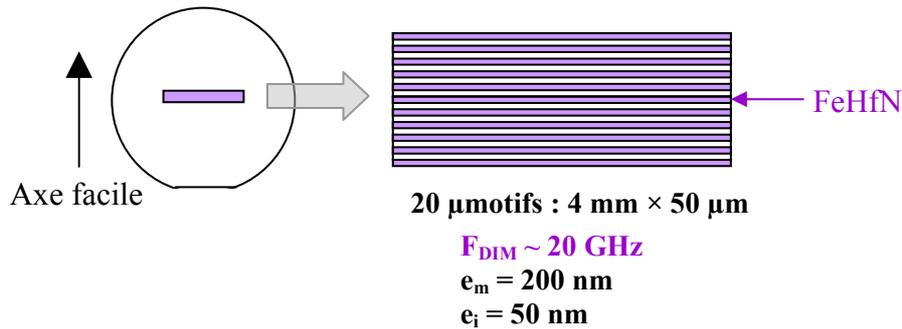


Figure IV-2 : Schéma en vue de dessus d'un échantillon de mesure constitué d'un réseau de 20 barreaux de 50 µm de large et de 4 mm de long allongés selon l'axe difficile du matériau

Ces conditions expérimentales permettent à la résonance dimensionnelle théorique d'être repoussée à plus de 20 GHz, ce qui doit rendre visible la résonance gyromagnétique que l'on cherche à caractériser. Par contre, elles conduisent aussi à la formation d'une structure en domaines spécifique de part les faibles dimensions latérales mises en jeu. Chaque barreau est alors le siège de domaines de fermeture en bords de l'échantillon qui peuvent devenir très pénalisants du point de vue de la réponse dynamique globale du barreau. En effet l'aimantation dans les domaines de fermeture est en configuration d'axe facile ne participant donc pas à la propagation du flux magnétique à haute fréquence. De plus, les domaines mettent en jeu une sollicitation à 45° des parois les constituants qui ont, dans ces conditions, une fréquence de résonance propre [3] beaucoup plus faible que la résonance gyromagnétique. On peut estimer cette valeur à 100 MHz pour le FeHfN. Il est donc nécessaire de s'affranchir de ce nouvel "artefact" pour la validation du caractère gyromagnétique du matériau laminé par rapport à celui de la couche unitaire de référence. Ceci nous amène à considérer le concept de fermeture de flux par "edge curling" [1] dont il a été démontré dans [4] qu'il permet effectivement d'accéder à une configuration quasi monodomaine sur ce type de micromotifs autorisant donc pleinement la caractérisation que l'on cherche à faire.

#### a) Fermeture de flux par "Edge Curling Wall" (ECW)

L'ECW, dont la théorie a été exposée dans le chapitre 1 (paragraphe 1.2.2 (f)), correspond à une région du feuilleté magnétique en bordure du motif dans laquelle l'aimantation se reboucle préférentiellement à travers l'isolant qui sépare deux des couches magnétiques adjacentes. Ceci évite au flux de se refermer dans le plan de chaque couche conduisant à la formation de domaines de fermeture. Cette configuration apparaît lorsque son énergie est minimale devant toutes les autres. Ce minimum peut être obtenu par optimisation des épaisseurs respectives d'isolant et de matériau magnétique dans le lamellé pour une géométrie donnée. En se basant sur le modèle énergétique présenté au chapitre 1, nous avons réalisé le diagramme de phase pour le FeHfN représentant les différents états d'énergie pour un motif de largeur 50 µm en fonction de l'épaisseur d'oxyde et de matériau magnétique (figure IV-3). On rappelle que "EA" est la configuration d'ECW transverse souhaitée, "HA" la configuration d'ECW transverse à éviter (l'axe de facile aimantation est alors aligné avec la grande longueur des barreaux) et "DF" la configuration standard avec domaines de fermeture.

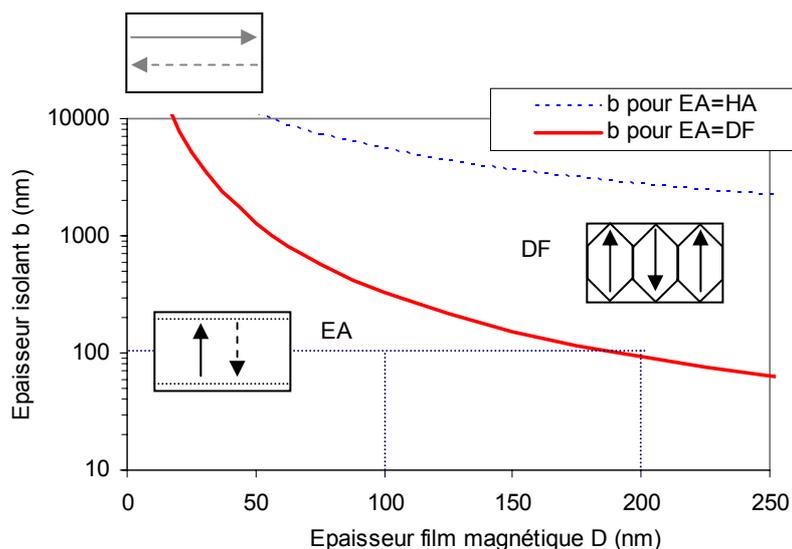


Figure IV-3 : Diagramme de phase théorique du FeHfN pour un motif de  $50 \mu\text{m}$  de largeur. Les configurations d'aimantation EA et DF sont repérées et la configuration HA est hors échelle.

Le diagramme de phase est calculé pour un champ d'anisotropie représentatif de 20 Oe. Cette valeur relativement élevée a tendance à rigidifier naturellement l'aimantation en position transversale (en EA et en DF), ce qui explique que le renversement en état HA ne soit pas observable dans les conditions qui nous intéressent ici. A l'inverse, la transition entre les états EA et DF est parfaitement illustrée. Elle montre clairement que pour une épaisseur d'isolant de 100 nm (ce qui est la limite basse en PVD), les couches magnétiques doivent posséder une épaisseur inférieure à 200 nm pour satisfaire pleinement au critère d'ECW. En ce sens, les configurations *1a* et *2* du laminé sont favorables (*3a* en DF). Cette contrainte se relâche avec une épaisseur d'isolant de 50 nm (réalisable uniquement en PECVD) qui rend la configuration *3b* exploitable et sécurise fortement les configurations *1b* et *1c*.

### b) Validation des propriétés magnétiques dynamiques

Pour l'empilement optimal *1a*, la fréquence de résonance gyromagnétique apparaît clairement à 2 GHz et avec une perméabilité DC de l'ordre de 800 (figure IV-4). Après soustraction de l'influence du champ démagnétisant (2 à 3 Oe), bien qu'il demeure faible le long du grand axe du barreau (HA), ces résultats sont conformes à ceux que l'on attendait sur la base des mesures au VSM. Le spectre expérimental est bien décrit par le modèle LLG avec un coefficient d'amortissement d'environ 0.02 à 0.025. Si les autres grandeurs pour le matériau lamellé sont satisfaisantes par rapport à celles de la couche unitaire,  $\alpha$  semble cependant plus élevé ( $\alpha \sim 0.011$  pour une couche FeHfN de 100 nm).

Pour la configuration *3a* mettant en jeu une épaisseur de FeHfN plus importante (200 nm), deux fréquences de résonance sont observables, une vers 1.2 – 1.4 GHz et l'autre vers 2.5 – 2.7 GHz (figure IV-5). De plus, le modèle de LLG ne s'applique pas. Le caractère gyromagnétique (second pic) est partiellement écranté par une première résonance parasite qui pourrait être associée, ici, à la résonance des parois des domaines de fermeture puisque ces derniers sont présents. Cependant, un tel effet est plutôt attendu dans la gamme des 100 MHz pour cet alliage [3]. De plus, cette double fréquence a été aussi observée sur l'échantillon 2 utilisant 150 nm de FeHfN qui est en configuration EA (sans domaines de fermeture). Ce phénomène semble identique à celui observé sur les couches unitaires de

FeHfN relativement épaisses ( $\geq 250$  nm). Dans ce cas, cette fréquence parasite pourrait donc associée aux ripples ou au début de la formation des « stripes domains » comme indiqué au chapitre 2. Cette limitation semble néanmoins prématurée ici en terme d'épaisseur limite, ce qui pourrait suggérer que l'empilement multiple de couches magnétiques et d'oxyde tende à accentuer l'effet des ripples. Cet effet est probablement provoqué par l'échauffement successif du substrat au cours des différentes étapes de dépôt du matériau laminé qui modifie les conditions de croissance et l'état des contraintes. Des observations similaires ont été faites sur des structures laminées en NiFe avec différents isolants (AlN, SiO<sub>2</sub>, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [5].

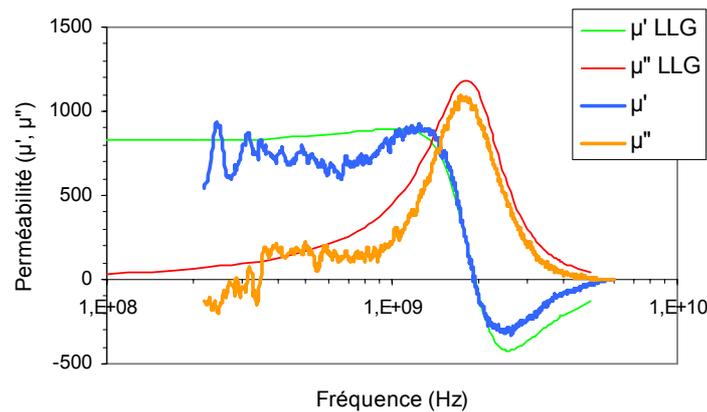


Figure IV-4 : Spectres en fréquence pour un empilement 1a :  $[FeHfN_{100nm} / SiO_2_{100nm}]^{*5}$  - SiO<sub>2</sub> déposé par PVD – Ensemble de 20 micro-motifs de dimension 4 mm × 50 μm.

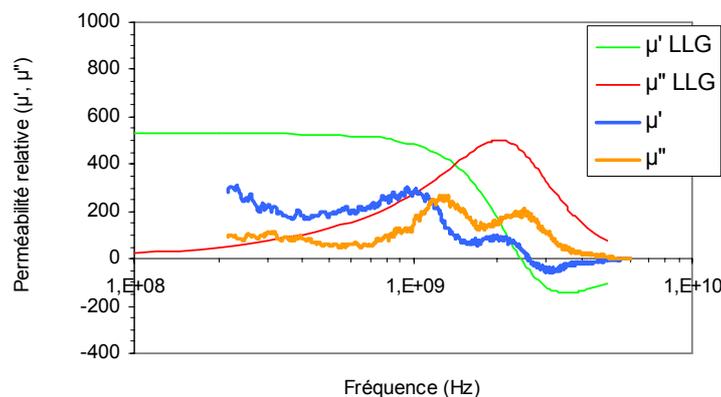


Figure IV-5 : Spectres en fréquence pour un empilement 3a :  $[FeHfN_{200nm} / SiO_2_{100nm}]^{*5}$  - SiO<sub>2</sub> déposé par PVD – Ensemble de 20 micro-motifs de dimension 4 mm × 50 μm.

### c) Validation de la structure en domaines

Les résultats théoriques ont été pleinement confirmés par l'observation systématique de la structure en domaines des échantillons correspondants. Les images au MOKE pour les configurations 1a et 3a sont illustrées à titre d'exemple sur la figure IV-6 (a) et (b) respectivement. Pour le lamellé 1a, un état d'ECW en EA apparaît clairement, caractérisé par des domaines principaux anormalement larges et par l'absence de domaines de fermeture. Pour l'échantillon 3a, les domaines principaux sont nettement plus nombreux et plus fins et terminés par des domaines secondaires, s'apparentant aux DF, preuves que le couplage magnétostatique est insuffisant ici. Toutefois, les domaines secondaires ont une apparence très peu conventionnelle ici, du moins en comparaison avec le NiFe, ce qui est en fait une

caractéristique intrinsèque des couches unitaires de FeHfN, comme le montre la figure IV-7. Les domaines de fermeture, d'habitude homogènes et avec une direction d'aimantation alignée selon l'axe difficile, sont ici fortement subdivisés en sous branches qui, à l'inverse, restent principalement alignées selon l'axe facile. Ce phénomène est le signe révélateur d'une énergie locale supplémentaire venant contrarier l'alignement naturel selon l'axe difficile dans ces zones. Son origine (magnétostrictive, anisotropie perpendiculaire ...) reste indéterminée.

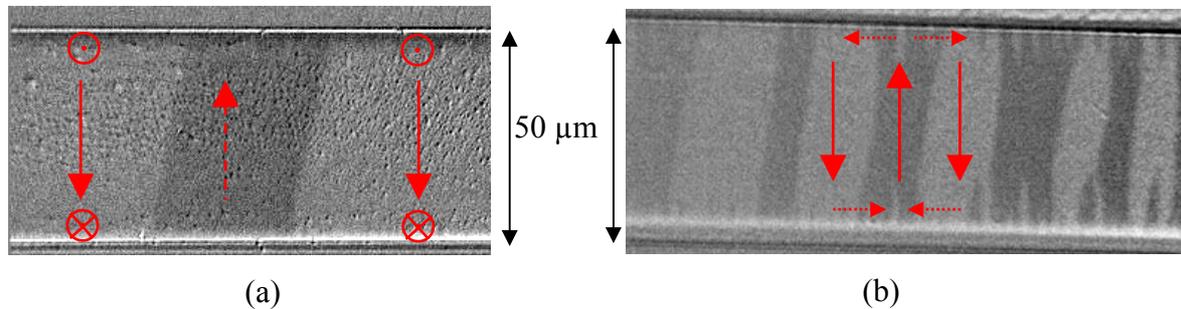


Figure IV-6 : Configuration des domaines magnétiques observés par MOKE pour un empilement 1a :  $[FeHfN_{100nm}/SiO_2_{100nm}] * 5$  (a) et 3a :  $[FeHfN_{200nm}/SiO_2_{100nm}] * 5$  (b) -  $SiO_2$  PVD.



Figure IV-7 : Configuration des domaines magnétiques observés par MOKE pour une couche de FeHfN de 100 nm d'épaisseur (configuration domaines de fermeture).

Ainsi la caractérisation précise du comportement dynamique au sens du gyromagnétisme pour un matériau laminé exige d'éliminer les courants de Foucault, ce qui est relativement naturel, de s'affranchir des effets de résonance dimensionnelle en réduisant les dimensions et enfin de forcer la structure magnétique à rester quasi monodomaine. Ces conditions étant maintenant réunies (échantillon 1a), nous pouvons procéder aux mesures dynamiques. Une comparaison sera faite avec l'échantillon 3a dont le couplage est partiel.

### 1.2.3 Conclusion

Nous avons pu valider le potentiel de la version laminée du  $(FeHf)_{90}N_{10}$  en terme de réponse dynamique et cela pour des dimensions comparables à celles qui seront utilisées pour les dispositifs. Cette alternative satisfait aux critères que nous nous étions fixés dont celui d'une épaisseur cumulée de l'ordre de  $1 \mu m$ . Par contre, sa mise en œuvre semble entraîner une dégradation du point de vue du facteur d'amortissement mais qui reste acceptable et abaisser plus encore le niveau critique en épaisseur, ce qui nous limitera à l'utilisation de couches de FeHfN de 100 nm au maximum. De plus, nous avons montré que les épaisseurs d'oxyde techniquement accessibles sont pleinement satisfaisantes. L'intégration du matériau pourra donc se faire sur la base des configurations  $[FeHfN_{100nm}/SiO_2_{100nm}]^{x10}$  en PVD ou  $[FeHfN_{100nm}/SiO_2_{50nm}]^{x10}$  en PVD/PECVD, la première présentant l'avantage d'une réalisation totalement in situ.

## 2 Conception des inductances

### 2.1 Rappels des enjeux

L'enjeu de ce travail est d'obtenir un gain d'au moins 30 % sur la valeur d'inductance d'une self spirale conventionnelle dans l'optique de gagner suffisamment en compacité après redimensionnement. Ceci devra se faire avec la contrainte de respecter un facteur de qualité après redimensionnement au moins égal à celui de la self d'origine.

Rappelons que notre approche est basée sur le concept de plans magnétiques trapézoïdaux et continus (voir designs SMP vs. PMP au chapitre 1) s'adaptant plus naturellement et plus efficacement aux spirales plutôt que les réseaux de barreaux étroits et allongés habituellement utilisés. Par contre, cela nécessite un matériau à forte aimantation (~ 19 kG) puisque les effets démagnétisants devront être déterminants ici, d'autant plus que les largeurs des motifs seront relativement importantes (de 30 à 100  $\mu\text{m}$ ). En effet, cette forte aimantation permettra le contrôle des performances à haute fréquence à travers la fréquence de FMR effective ( $> 5$  GHz), tout en assurant un niveau de perméabilité élevé. De plus, une épaisseur significative (de 0.5 à 1  $\mu\text{m}$ ) s'avère indispensable à l'augmentation d'inductance. Le matériau lamellé que nous avons développé va dans ce sens. Par contre, un des compromis qui ne s'est pas avéré satisfaisant concerne la résistivité intrinsèque du FeHfN qui reste faible (~ 110  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ ) et impose la nécessité d'une épaisseur d'isolation importante avec la self de manière à minimiser la capacité en regard. Nous verrons que cela nous amènera à utiliser entre le matériau magnétique et l'inductance un matériau organique isolant à faible constante diélectrique pour réduire cette distance qui conditionne également le gain en inductance.

Du point de vue de la conception même des inductances, nous rappelons aussi que pour qu'une couche magnétique soit active du point de vue de la canalisation du flux magnétique, il faut que son axe de forte perméabilité soit dans la même direction que le champ magnétique généré par les spires de la bobine. Comme dans une inductance spirale planaire, la distribution du champ électromagnétique est radiale, seulement 50 % des spires recouvertes par une couche magnétique seront réellement amplifiées malgré la forte perméabilité du matériau utilisé. La solution la plus naturelle consiste donc à superposer deux niveaux de couches magnétiques dont les directions d'anisotropie respectives sont orientées à  $90^\circ$  l'une de l'autre (figure IV-8 (a)). La direction d'anisotropie de chaque couche magnétique étant correctement orientée par rapport aux spires, on doit s'attendre à ce que 100 % de la surface du bobinage soit maintenant amplifiée. Cette approche a déjà été exploitée avec succès au LETI [6] dans le cadre de l'intégration du CoNbZr développé au CEA le Ripault, ce que nous allons chercher à confirmer et à dépasser ici. Il existe dans l'état de l'art des tentatives pour obtenir une bidirectionnalité avec une seule étape de dépôt mais cette méthode utilise des effets de forme élevés que nous n'utiliserons pas ici [7] (figure IV-8 (b)).

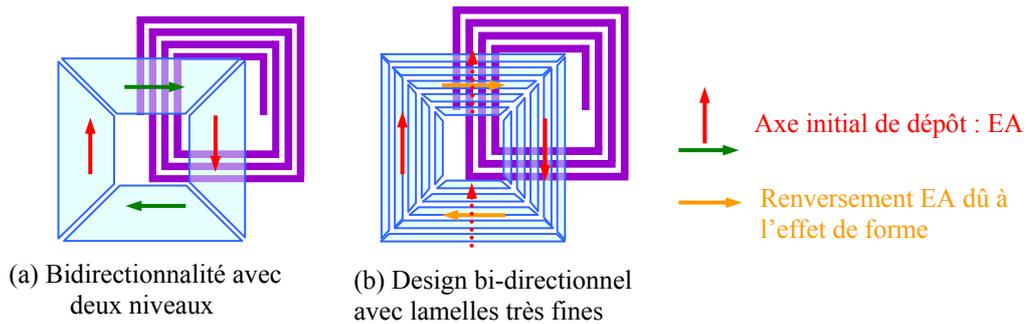


Figure IV-8 : Designs de plans magnétiques : (a) bidirectionnalité induite par le dépôt de deux niveaux magnétiques avec une anisotropie orientée à  $90^\circ$  l'une de l'autre et (b) bidirectionnalité induite par l'effet de forme des plans [7].

## 2.2 Motifs de base

Nous reprenons ici le motif de base issu de l'étude avec le CoNbZr [6] reposant sur une bobine deux ports, de géométrie carrée et recouverte par quatre plans magnétiques trapézoïdaux de type SMP. La géométrie de ces derniers résulte de plusieurs critères dont :

- un recouvrement optimal des quatre branches de la self
- des directions d'anisotropie appropriées pour les quatre branches de la self
- un fractionnement des boucles de courant induits dans le plan
- une minimisation des capacités en regard avec la self, le substrat ...

La figure IV-9 suivante détaille la structure de base comprenant une self carrée de 3.5 tours, avec  $10\ \mu\text{m}$  de largeur de piste et  $10\ \mu\text{m}$  d'interspire, les lignes d'accès et les plots de mesure, l'"underpass" nécessaire à la connexion de la partie centrale de la self à une des lignes d'accès, les cadres de masse et les plots correspondants nécessaires à la mesure trois pointes "ground - signal - ground" et enfin les quatre plans magnétiques trapézoïdaux. On précise que la distance de séparation entre les plans est de  $5\ \mu\text{m}$  et que les dépassements intérieur et extérieur par rapport aux spires concernées sont limités à la valeur de l'interspire soit,  $10\ \mu\text{m}$ .

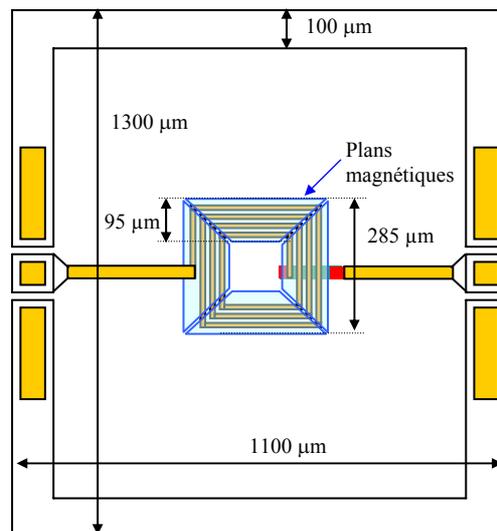


Figure IV-9 : Vue de la self deux ports de référence avec quatre plans magnétiques.

A partir de cette structure de référence, un certain nombre de variations ont été définies :

### 1) Combinaison "orientation magnétique" et nombre de plans

- les quatre plans sont réalisés en deux niveaux de métallisation, notés MAG1 + MAG2, chacun avec une direction d'aimantation appropriée (EA parallèle aux spires de chaque branche) imposée par la direction du champ magnétique appliqué pendant le dépôt ( $H_{sub}$ ). Ainsi, 100% de la surface des plans magnétiques est fonctionnelle vis à vis de l'excitation radiale générée par la self. Cette configuration est définie par la notation "4P\_BO" pour *4 Plans Magnétiques Bien Orientés*. Une variante consiste à ne réaliser que les 2 plans supérieur et inférieur par rapport à l'horizontale (ligne d'accès), notée "2P\_BO" pour *2 Plans Magnétiques Bien Orientés* (figure IV-10).

- les quatre plans sont réalisés en un seul niveau, noté MAG1, avec la direction de  $H_{sub}$  choisie parallèle aux spires des deux branches supérieure et inférieure par rapport à l'horizontale. Ici, seulement ces deux plans ont une orientation appropriée; les 2 autres (gauche et droite par rapport à la verticale) ne seront pas fonctionnels (EA parallèle à la direction d'excitation). Seul 50 % de la surface totale des plans est active. Cette configuration est définie par la notation : 4P\_MO pour *4 Plans Magnétiques Mal Orientés* (figure IV-10).

- les quatre plans sont réalisés en un seul niveau mais avec une direction de  $H_{sub}$  inclinée à  $45^\circ$ . La configuration est définie par la notation : 4P\_45° pour *4 Plans Magnétiques à 45°*. Une variante consiste à ne réaliser que les 2 plans supérieur et inférieur par rapport à l'horizontale (ligne d'accès), notée "2P\_45°" pour *2 Plans Magnétiques à 45°* (figure IV-10).

L'ensemble de ces combinaisons sont faites uniquement sur la base de la spirale carrée à 3.5 tours.

Niveau de métallisation et direction de $H_{sub}$						
Nomenclature	4P_BO	2P_BO	4P_MO	4P_45°	2P_45°	

Figure IV-10 : Schéma montrant les variations sur l'orientation de l'aimantation des plans magnétiques.

### 2) Combinaison des fréquences de FMR et de fonctionnement ( $Q_{max}$ )

La deuxième série combine variations sur la fréquence de travail de la bobine par le biais du nombre de tours (1.5, 3.5 et 5.5) (figure IV-11) et sur la fréquence de résonance des plans magnétiques par effet de fractionnements multiples (1F, 2F et 3F) (figure IV-12). Les combinaisons sont faites sur le motif de référence 4P\_BO à partir de la spirale carrée.

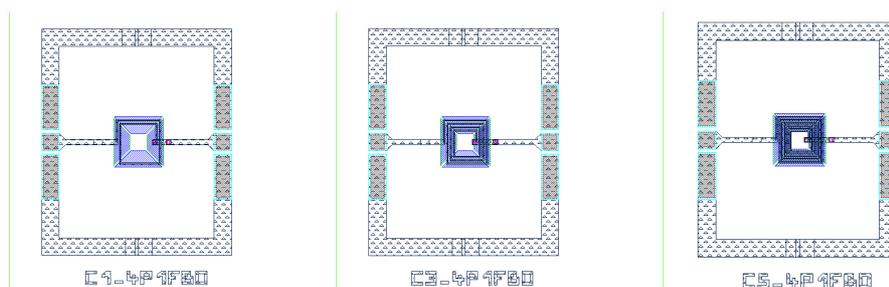


Figure IV-11 : Schéma présentant les variations du nombre de tours des inductances : 1.5, 3.5 et 5.5 tours.

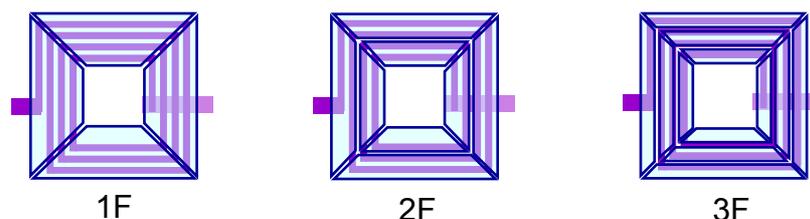


Figure IV-12 : Schéma illustrant la segmentation des plans magnétiques.

### 3) Combinaison sur le recouvrement des plans magnétique avec la self

La troisième série vise à voir l'impact d'un élargissement des plans magnétiques (fixé à 50  $\mu\text{m}$ ) vers le centre (N) et/ou vers l'extérieur (E) du bobinage sur l'efficacité du confinement des lignes de champs (figure IV-13). La configuration de base correspond à la spirale carrée à 3.5 tours avec quatre plans bien orientés.

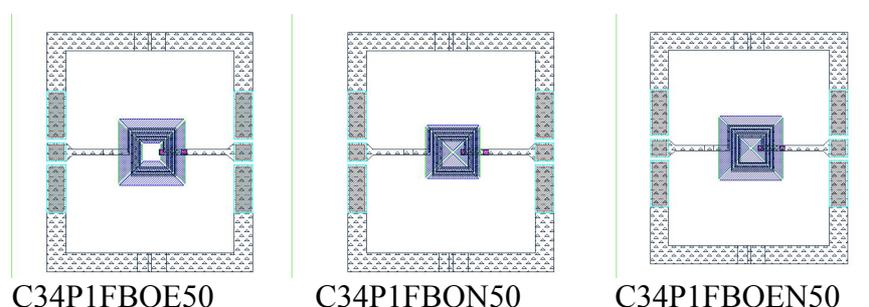


Figure IV-13 : Schéma montrant l'élargissement des plans magnétiques.

### 4) Combinaison sur les formes des plans magnétique et de la self

La quatrième série a pour but de voir si l'adaptation de la forme des plans – trapèze (P) ou disque (D) - par rapport à celle du bobinage – rond (R), carré (C) ou octogonal (O) - est importante ou non (figure IV-14). La configuration de base correspond à la spirale carrée à 3.5 tours avec quatre plans bien orientés.

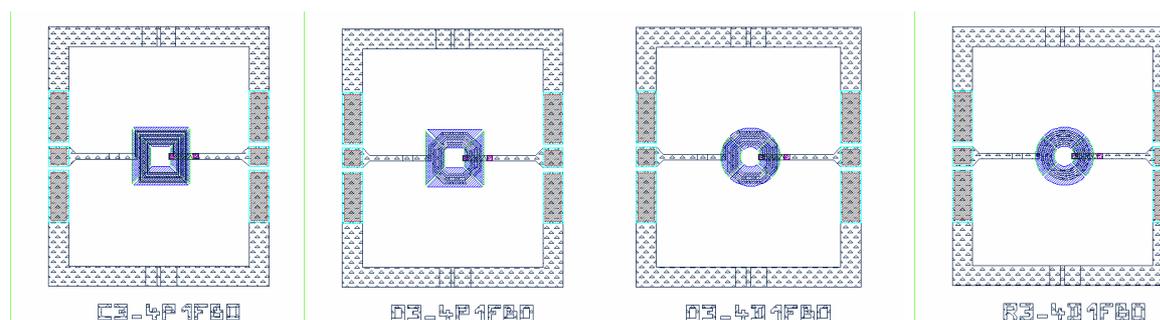


Figure IV-14 : Schéma résumant les différentes géométries de bobines étudiées.

Pour plus de clarté, la nomenclature finale utilisée est illustrée sur l'exemple suivant : **C3\_4P1FBO**

- **C** : self carrée, **R** : self ronde, **O** : self octogonale
- **1** : 1.5 tours, **3** : 3.5 tours, **5** : 5.5 tours
- **4P** (ou 2P) : 4 (ou 2) plans trapèzes, **4D** (ou 2D) : 4 (ou 2) plans quart de disque
- **1F** : fréquence de résonance magnétique de base  $f_0$  (plan non fractionné), **2F** :  $\sim f_0 \times \sqrt{2}$  (plan coupé en 2 séparé de  $5 \mu\text{m}$ ), **3F** :  $\sim f_0 \times \sqrt{3}$  (plan coupé en 3 séparé de  $5 \mu\text{m}$ ).

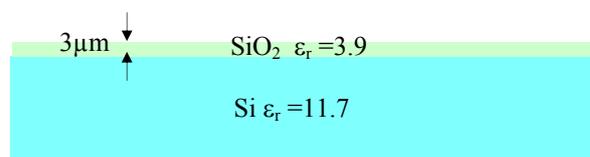
### 2.3 Filière technologique AICMAG - FeHfN

La filière est construite selon des procédés technologiques génériques « Back-End Above IC » dont certains ont dû être adaptés du point de vue de la nature spécifique du FeHfN. Les réalisations ont été faites sur la ligne de fabrication 100 mm du LETI. L'empilement technologique est décrit plus loin dans son ensemble mais quelques précisions sont nécessaires ici pour justifier le choix des orientations qui ont été prises.

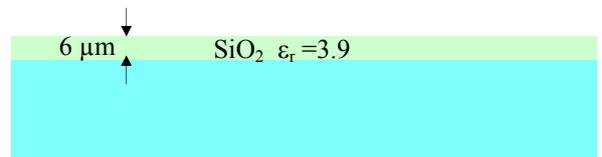
Nous avons tout d'abord choisi de réaliser les composants sur des substrats de silicium conventionnels mais hautement résistifs (HR) avec  $\rho \sim 3$  à  $5 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$ . Ce choix a été motivé par soucis de simplifier l'analyse des performances à haute fréquence en s'affranchissant notamment des "effets substrats" que l'on a décrit au chapitre 1. Ces derniers peuvent effectivement écranter ou compliquer fortement l'analyse de l'impact des pertes purement gyromagnétiques sur le facteur de qualité qui est une de nos préoccupations majeures. D'autre part, pour bénéficier d'un facteur de qualité de départ élevé (20 à 30), nous avons choisi de recourir aux inductances en cuivre épais ( $5 \mu\text{m}$ ) réalisées par électrolyse (ECD). Ensuite, pour réduire plus encore les effets dissipatifs non magnétiques à haute fréquence, nous avons privilégié l'utilisation du composé organique BCB (Benzocyclobutène) pour chaque isolation intermétallique. Enfin, pour conserver une bonne qualité morphologique du matériau laminé en raison des faibles épaisseurs mises en jeu et dans un souci de préserver ses caractéristiques magnétiques, nous avons procédé à une planarisation mécano-chimique (CMP) du BCB avant le dépôt du matériau magnétique. La gravure du matériau magnétique nous a contraints à utiliser la technique d'usinage ionique, peu conventionnelle pour la microélectronique, car les techniques classiques de gravures chimiques réactives assistées par plasma ne sont pas compatibles à ce jour avec le fer et ses dérivés. Toutes les techniques d'élaboration sont décrites en annexe 2. Les étapes de lithographie et de gravure ont été validées au préalable et n'ont révélé aucun effet marqué sur

les propriétés magnétiques. Enfin, dans l'objectif de déposer le matériau magnétique sur BCB, nous avons cherché à s'assurer d'une bonne adhérence, ce qui fait généralement défaut à beaucoup de métaux sur cette surface, risque d'autant plus grand que les contraintes mises en jeu avec le matériau laminé épais sont importantes. Après un étuvage à 150°C pendant une heure pour désorption d'eau à la surface du polymère (BCB), nous avons regardé l'effet d'une sous-couche de 20 nm de SiO<sub>2</sub> ou de Ti sur l'adhérence du FeHfN sur BCB. La dernière solution s'est avérée la meilleure, renforcée par une pré-pulvérisation (etch de 2 mn à 150 W) de la surface du titane avant le dépôt de la première couche de FeHfN. Dans ces conditions, nous avons remarqué que la présence de Ti a également tendance à améliorer les propriétés magnétiques d'une couche unitaire de FeHfN par effet probable de texturation, ce que l'on perd rapidement avec la version laminée mais qui conserve cependant toutes ses performances originales.

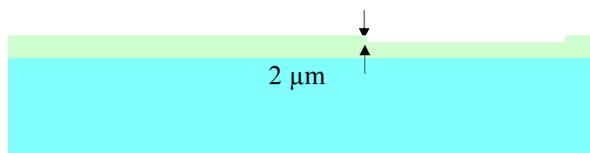
Nous présentons ici les différentes étapes de la filière AIC MAG (6 niveaux de masques) :



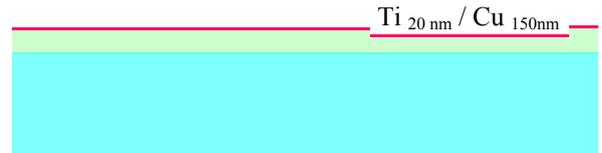
Wafer Si <100> épaisseur 525 μm – ρ = 3 - 5 kΩ.cm + oxydation thermique 3 μm



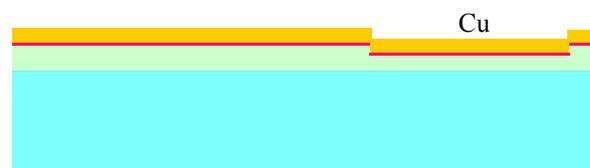
Dépôt SiO<sub>2</sub> PECVD 3 μm



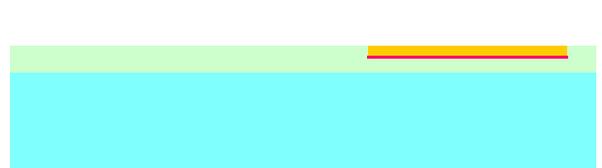
Litho niveau "underpass" et gravure caisson SiO<sub>2</sub> 2 μm



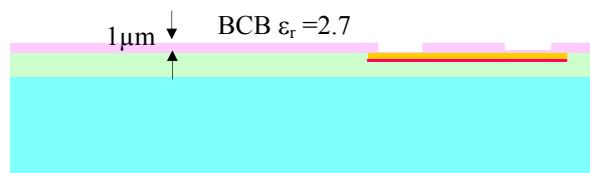
Dépôt sous couche Ti/Cu PVD



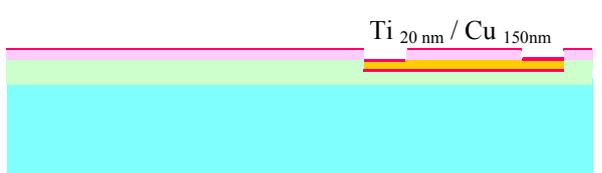
Dépôt Cu par électrolyse pleine tranche e ~2,3 μm



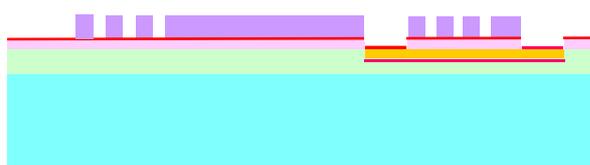
CMP Cu



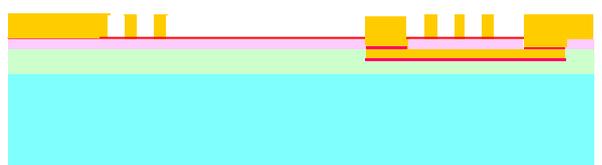
Dépôt BCB photosensible 1 μm + litho vias



Dépôt sous couche Ti/Cu PVD



Lithographie niveau "bobinage"



Dépôt Cu 5 μm par électrolyse

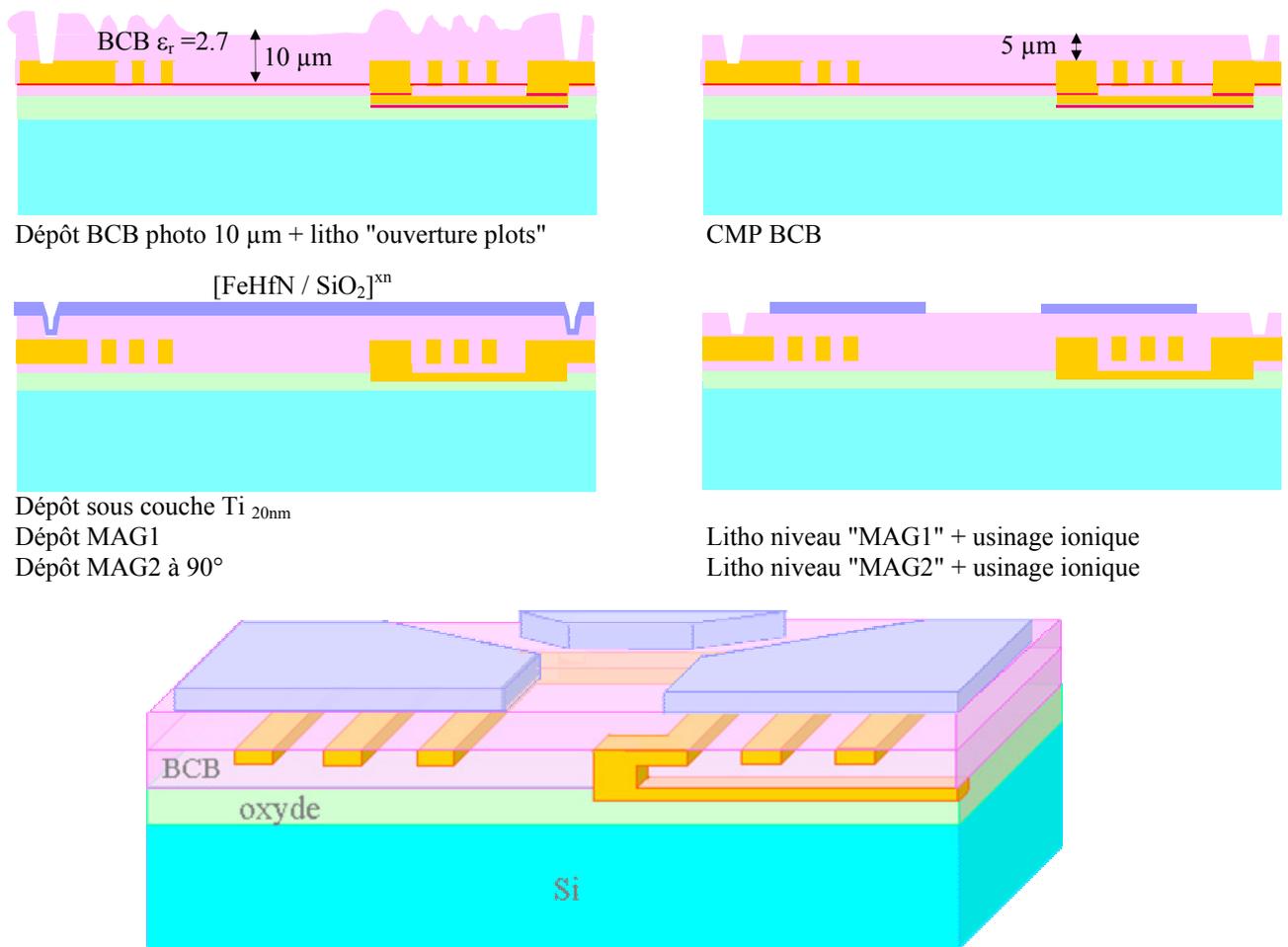
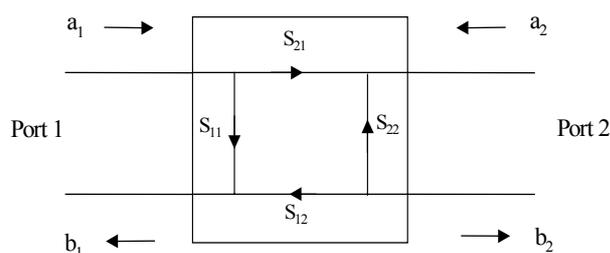


Figure IV-15 : Coupe en 3D montrant les étapes d'élaboration de l'inductance ferromagnétique.

## 2.4 Principe du test RF

### 2.4.1 Notion de paramètres S

Lorsque la fréquence devient élevée, c'est-à-dire lorsque la longueur d'onde du signal devient du même ordre de grandeur que celui des composants, il faut tenir compte des phénomènes de propagation. Un quadripôle est alors décrit avec des éléments distribués et on définit les variables comme des ondes incidentes ( $a$ ) et émergentes ( $b$ ). Celles-ci sont reliées par les paramètres de dispersion ou encore paramètres S (figure IV-16).



$$b_1 = S_{11}a_1 + S_{12}a_2 \quad (\text{IV-2})$$

$$b_2 = S_{21}a_1 + S_{22}a_2 \quad (\text{IV-3})$$

$$[b] = [S] \cdot [a] \quad (\text{IV-4})$$

Figure IV-16 : définition des paramètres S d'un quadripôle.

Les ondes  $a_i$  et  $b_i$  ( $i = 1, 2$ ) sont définies (équation IV-5) en fonction des tensions  $v_i$  et des courants correspondants  $i_i$  par l'intermédiaire d'une impédance de référence  $Z_0$ , appelée impédance caractéristique qui correspond à la charge de sortie du quadripôle.

$$a_i = \frac{v_i + Z_0 i_i}{2\sqrt{Z_0}} \quad b_i = \frac{v_i - Z_0 i_i}{2\sqrt{Z_0}} \quad (\text{IV-5})$$

L'équation (IV-5) indique qu'à partir de la matrice des paramètres S, il est possible de retrouver les paramètres tels que l'impédance ou la conductance grâce à des relations simples de passage entre les différentes matrices. D'après l'équation (IV-4), les paramètres S sont déductibles par des mesures dans des conditions particulières :

$$S_{11} = \left. \frac{b_1}{a_1} \right|_{a_2=0} : \text{coefficient de réflexion lorsque le port de sortie est adapté à l'impédance caractéristique } Z_0, \text{ c'est-à-dire } Z_L=Z_0.$$

$$S_{12} = \left. \frac{b_1}{a_2} \right|_{a_1=0} : \text{coefficient de réflexion lorsque l'entrée est adaptée à } Z_0 (a_1=0), \text{ c'est-à-dire lorsque } Z_S=Z_0.$$

$$S_{21} = \left. \frac{b_2}{a_1} \right|_{a_2=0} : \text{coefficient de transmission du port 1 vers le port 2 lorsque la sortie est adaptée à } Z_0.$$

$$S_{22} = \left. \frac{b_2}{a_2} \right|_{a_1=0} : \text{coefficient de transmission du port 2 vers le port 1 lorsque l'entrée est adaptée à } Z_0.$$

### 2.4.2 Mesure des paramètres S : mesure sous pointes

Les paramètres S des inductances ont été mesurés au LETI/DCIS sur un prober automatique (PA 300) à l'aide d'un analyseur vectoriel ANRITSU. La plage de fréquence de mesure s'étend de 40 MHz à 10 GHz. Le principe de la mesure est basé sur la comparaison entre l'onde incidente et les ondes réfléchies ou transmises à l'accès considéré. Pour amener le signal jusqu'au dispositif, il faut prendre contact avec les plots d'accès. Pour des circuits travaillant en très basses fréquences ou en statique, ceci se fait à l'aide de cartes pointes. A hautes fréquences, des sondes spécifiques hyperfréquences sont utilisées. Ces sondes sont constituées d'une transition coaxiale - coplanaire à leur extrémité. Elles sont adaptées à 50  $\Omega$ , impédance de référence du réseau. Lorsque le dispositif est planaire, la ligne de transmission est coplanaire et les accès aux plans de masse sont de part et d'autre de la ligne signal (figure IV-17).

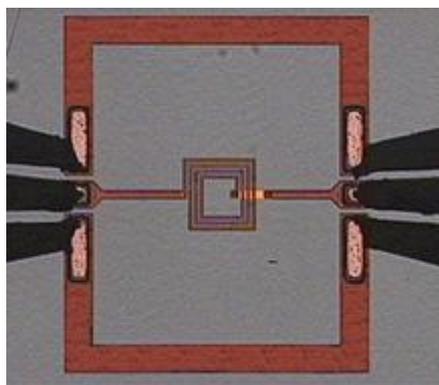


Figure IV-17 : Test sous pointes.

L'analyseur vectoriel est géré par une station Sun équipée du logiciel IC-CAP, développé par Agilent Technologies, qui permet le pilotage du prober, la récupération des mesures de paramètres S, l'extraction des mesures et des paramètres du modèle. Dans notre cas, nous avons extrait des paramètres S, l'inductance série  $L_{11}$ , le facteur de qualité Q. A partir d'un schéma électrique en «  $\pi$  » (voir contexte paragraphe 2.2), il est possible de calculer les matrices d'impédance Z et d'admittance Y de la bobine 2-ports. Il s'en suit une série d'équations desquelles nous déduisons la résistance série globale des selfs ( $R_S$ ).

Les mesures des composants doivent impérativement être précédées d'un calibrage étant donné le nombre de sources d'erreurs en HF. La méthode de calibrage la plus utilisée est la **S.O.L.T** nécessitant la mesure des quatre standards : "Short" (Court-circuit), "Open" (Circuit ouvert), "Load" (Charge 50  $\Omega$ ) et "Thru" (Ligne de transmission de longueur nulle) réalisés en technologie planaire.

### 2.4.3 Méthode de de-embedding pour la correction des éléments parasites

Un de-embedding (ou encore méthode de « l'épluchage ») a été réalisé grâce à la mesure d'un circuit ouvert (Open) et d'un court-circuit (Short). Cette correction permet de s'affranchir des capacités dues aux plots de contact, des lignes de masses et des lignes d'accès. On a donc la mesure de la self seule avec ou sans plans magnétiques (figure IV-18).

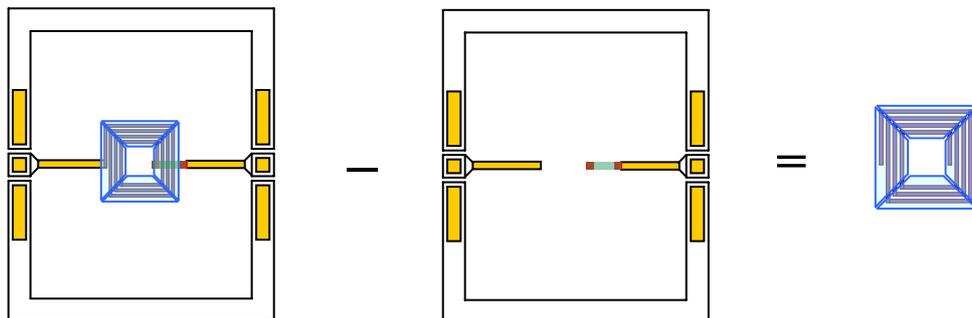


Figure IV-18 : Principe du de-embedding.

## 2.5 Essais préliminaires de réalisation

### 2.5.1 Motivations

Des essais préliminaires de réalisations technologiques reprenant la filière que l'on vient de décrire ont été nécessaires, en particulier, pour stabiliser les conditions d'intégration des deux niveaux magnétiques nécessaires à la réalisation des quatre plans "bien orientés". En effet, ceci met en jeu des conditions particulières selon lesquelles la couche de FeHN constituant le premier niveau MAG1 voit l'équivalent d'un recuit transverse lors du dépôt de la couche du niveau MAG2 qui entraîne comme on l'a vu un échauffement naturel ( $\sim 110^\circ\text{C}$ ) auquel se superpose éventuellement celui de la couche d'isolant lorsqu'elle est réalisée in situ. Or, les conclusions du chapitre 2 nous ont clairement montré que le FeHfN était particulièrement sensible à ces conditions du fait d'un caractère fortement diffusant des

atomes d'azote interstitiels. Nous avons donc accordé en premier lieu une attention particulière au bilan thermique et thermomagnétique subi par la première couche pendant l'intégration de la seconde.

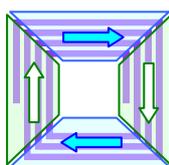
Les premiers résultats de test concernent des prototypes intégrant trois types d'oxyde (PVD, PECVD 220°C et PECVD 120°C) utilisé pour la réalisation du matériau lamellé. Les deux derniers cas se différencient du premier par le fait que seules les couches FeHfN du lamellé sont réalisées sous champ, ce qui réduit environ par deux le bilan thermomagnétique. Le dernier cas permet en plus de réduire le bilan purement thermique à son minimum.

### 2.5.2 Bilan des plaques réalisées et des tests

Les résultats présentés dans cette partie ne concernent que la bobine carrée de 3.5 tours avec (et sans) quatre plans magnétiques trapézoïdaux bien orientés et non fractionnés (C3\_4PBO 1F) réalisés avec les deux niveaux successifs MAG1 et MAG2 (figure IV-19). Les différentes configurations sont rappelées ci-dessous (tableau IV-2).

Prototype n°	Type SiO <sub>2</sub>	e <sub>FeHfN</sub> (nm)	e <sub>totale</sub> FeHfN (μm) ⇒ nb bicouches	e <sub>SiO2</sub> (nm)	Type de dépôt
I	PVD	100	0.5 ⇒ 5	75	MAG1 + MAG2
II	PECVD	100	0.8 ⇒ 8	50	MAG1 + MAG2
III	PECVD BT	100	1 ⇒ 10	50	MAG1 + MAG2

Tableau IV-2: Synthèse des plaques élaborées.



4PBO

Figure IV-19 : Schéma de la structure testée.

#### a) Prototypes I : SiO<sub>2</sub> PVD (sous champ)

Le matériau est ici constitué de 5 bicouches de [FeHfN<sub>100nm</sub> / SiO<sub>2</sub> PVD<sub>100nm</sub>] réalisées in situ donc sous champ magnétique. L'épaisseur cumulée de FeHfN est donc de 0.5 μm pour chaque niveau. Les résultats montrent bien une augmentation sur la valeur de L par rapport à la self de référence (à l'air) mais dans une proportion modérée ~ 12 % (figure IV-20 (a)). De plus, le facteur de qualité est faible (~ 11 à 1 GHz) (figure IV-20 (b)). La FMR estimée théoriquement à 4.5 GHz n'est pas visible sur le spectre expérimental. Les plans magnétiques sont donc globalement détériorés au sens d'une perméabilité fortement affaiblie et de pertes magnétiques très largement en excès dès les basses fréquences.

Les causes de dégradation sont ici imputables au bilan thermomagnétique qui est le plus défavorable pour cette version du lamellé. Le premier niveau (MAG1) subit effectivement l'équivalent d'un recuit transverse sous champ de plus d'une heure à  $\sim 150^\circ\text{C}$ , ce qui est totalement préjudiciable comme on l'a vu au chapitre 2. En conséquence, seuls les deux plans issus du deuxième niveau sont fonctionnels du point de vue de la perméabilité à haute fréquence. Le rendement des plans est donc réduit à 50 %. De plus, on peut considérer que les propriétés de second niveau ne sont pas optimales puisque l'on devrait observer le signe de la FMR vers 4.5 GHz, ce qui n'est pas le cas. Le contrôle des pertes magnétiques n'est pas assuré à cause d'une dégradation probable de l'anisotropie du matériau sur ce second niveau. On peut donc penser que cette version du lamellé n'est pas avantageuse en terme de bilan thermique propre qui peut la rendre sensible aux moindres conditions d'élévation de température ( $\sim 100^\circ$  à  $150^\circ\text{C}$ ) avec les étapes de fabrication concernées (lithographie, usinage ionique, délaquage par plasma d'oxygène). Nous allons donc chercher en priorité à abaisser le bilan thermomagnétique par le remplacement du  $\text{SiO}_2$  PVD (avec champ) par du  $\text{SiO}_2$  PECVD (sans champ) et réduire à la fois le bilan thermique propre en jouant sur la température (de  $220^\circ\text{C}$  à  $120^\circ\text{C}$ ).

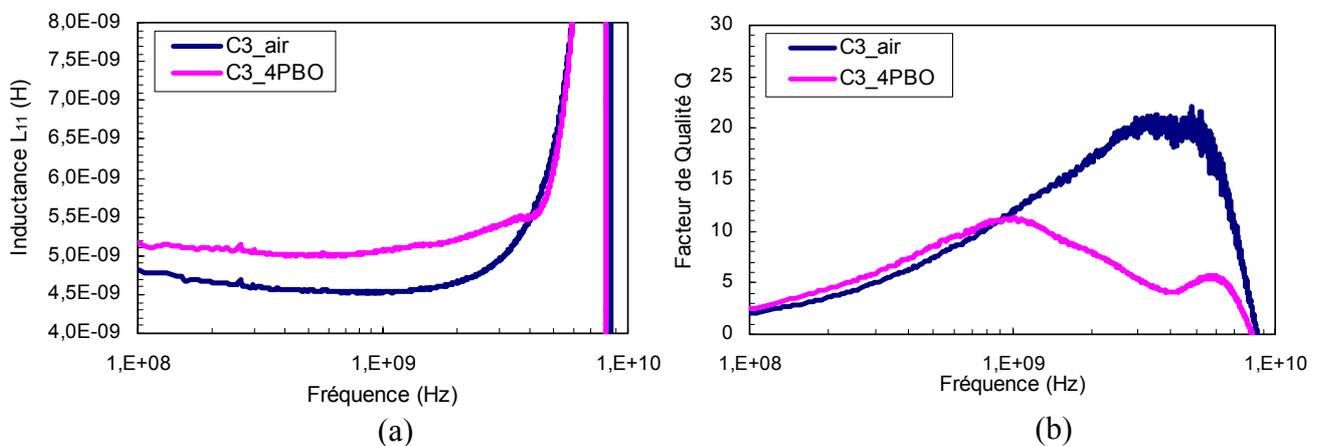


Figure IV-20 : Mesures de l'inductance  $L_{11}$  (a) et du facteur de qualité (b) pour la bobine de 3.5 tours dans l'air et avec un plan magnétique trapézoïdal Bien Orienté ( $0.5 \mu\text{m}$ ) – Plaque n° I (valeurs non corrigées).

### b) Prototypes II : $\text{SiO}_2$ PECVD "standard" ( $220^\circ\text{C}$ )

Ces bobines intègrent cette fois des plans magnétiques constitués de 8 bicouches de  $[\text{FeHfN}_{100\text{nm}} / \text{SiO}_2 \text{ PECVD}_{50\text{nm}}]$  donc cumulant  $0.8 \mu\text{m}$  d'épaisseur de FeHfN. Le bilan thermomagnétique est réduit de plus de 50 % avec pour le niveau inférieur l'équivalent d'un recuit transverse à  $\sim 105^\circ\text{C}$  pendant moins d'une heure. Le bilan purement thermique est sensiblement équivalent puisque le dépôt  $\text{SiO}_2$  est environ deux fois plus rapide par PECVD que par PVD et la température est presque le double mais sans champ. L'augmentation de  $L$  est plus significative avec 23 % (figure IV-21). A noter que cela n'est pas dû à l'augmentation d'épaisseur ( $0.8 \mu\text{m}$  ici contre  $0.5 \mu\text{m}$ ) puisque la perméance reste la même à cause de l'effet dominant du champ démagnétisant (voir chapitre 5 paragraphe 2.2.2). Contrairement au cas précédent, les deux niveaux semblent donc bien fonctionnels. La FMR est également bien visible vers 5 GHz, ce qui confirme la conservation de l'anisotropie intrinsèque renforcée ici par les effets démagnétisants. Le procédé avec PECVD semble donc satisfaisant, notamment, du point de vue thermomagnétique. Nous allons cependant chercher à l'améliorer encore le bilan thermique propre en réduisant la température de  $220^\circ\text{C}$  à  $120^\circ\text{C}$ , ce qui a demandé un développement spécifique de procédé, de façon à pouvoir déposer un empilement plus épais ( $1 \mu\text{m}$  voire  $2 \mu\text{m}$ ) en toute sécurité.

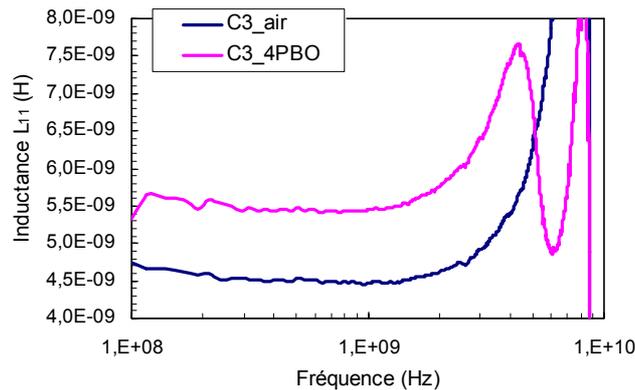


Figure IV-21 : Mesures de l'inductance  $L_{11}$  pour la bobine de 3.5 tours dans l'air et avec un plan magnétique trapézoïdal Bien orienté ( $0.8 \mu\text{m}$ ) – Plaque n° II (valeurs brutes).

### c) Prototypes III : $\text{SiO}_2$ PECVD "Basse Température" ( $120^\circ\text{C}$ )

Le  $\text{SiO}_2$  PECVD déposé à "Basse Température" ( $120^\circ\text{C}$ ) a quasiment les mêmes propriétés structurales et d'uniformité que le  $\text{SiO}_2$  PECVD déposé à  $220^\circ\text{C}$ . La seule difficulté tient au contrôle du procédé réactif qui a un rendement très faible à cette température. Une partie du Si se redépote sous forme de poudre à l'intérieur du réacteur, ce qui nécessite des reconditionnements répétés qui ne permettent pas d'enchaîner un très grand nombre de dépôts. Le but recherché ici est avant tout de démontrer la fonctionnalité des dispositifs même si le procédé n'est pas totalement industriel de ce point de vue là.

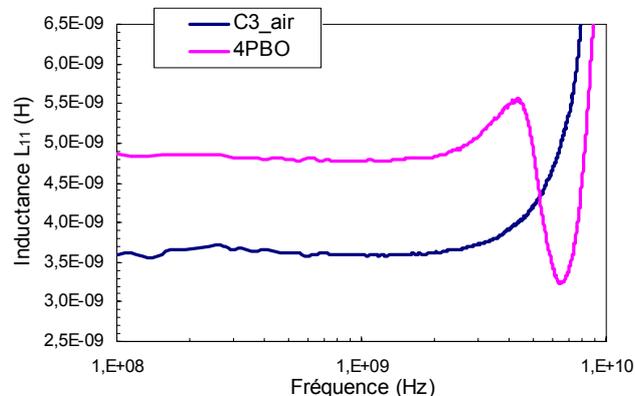


Figure IV-22 : Mesures de l'inductance  $L_{11}$  pour la bobine de 3.5 tours dans l'air et avec un plan magnétique trapézoïdal Bien orienté ( $1 \mu\text{m}$ ) – Plaque n° III (valeurs brutes).

Cette dernière mise au point a permis de réaliser une série de prototypes intégrant des plans magnétiques constitués de 10 bicouches de  $[\text{FeHfN}_{100 \text{ nm}} / \text{SiO}_2 \text{ PECVD BT } 50 \text{ nm}]$  soit cumulant  $1 \mu\text{m}$  de FeHfN et des bilans thermomagnétique et thermique minimisés. L'augmentation sur L par rapport à la self à l'air est alors de  $\sim 28 \%$  (figure IV-22). La fréquence de FMR est mesurée vers 5.3 GHz en accord avec la valeur théorique calculée à 5.6 GHz. Cette dernière réalisation est de loin la plus performante et présente des caractéristiques qui semblent conformes à nos prévisions. Par conséquent, nous allons consacrer le reste de ce chapitre à une analyse fine de l'ensemble des résultats. De plus, précisons aussi que l'épaisseur réduite de  $\text{SiO}_2$  est favorable puisqu'elle permet un couplage magnétostatique plus fort et donc en théorie un meilleur contrôle d'une structure monodomaine pour les plans magnétiques.

### 3 Tests RF : résultats et interprétations

#### 3.1 Résultats de la fabrication

Les résultats montrés dans cette partie concernent donc le lot III qui est chronologiquement le dernier à avoir été réalisé avec le procédé le plus abouti. Les figures suivantes illustrent les résultats de cette fabrication en vue de dessus (figure IV-23) et en coupe transversale (figure IV-24). Cette dernière est issue d'une coupe physique de la structure par faisceau d'ions focalisés (FIB) qui permet ensuite une observation précise des différents niveaux de fabrication par MEB. On peut donc y distinguer en partant du bas : le substrat et son oxydation, l'"underpass" en Cu, les spires également en Cu, les différents niveaux d'isolation ici en BCB et le matériau magnétique laminé  $[\text{FeHfN}_{100 \text{ nm}} / \text{SiO}_2 \text{ PECVD BT}_{50 \text{ nm}}]$ . Un zoom sur l'interface BCB / plan magnétique montre les excellentes planéité et état de surface de la couche finale de BCB qui recouvre les spires ainsi que la grande qualité morphologique qui en résulte au niveau du lamellé lui même. L'observation au MEB permet d'en distinguer avec précision chaque couche grâce au contraste de charge naturel entre matériaux diélectriques ( $\text{SiO}_2$ ) et conducteurs ( $\text{FeHfN}$ ). On constate que les couches sont parfaitement continues et isolées entre elles et présentent une bonne planéité. On peut noter cependant une dégradation progressive de la rugosité d'interface pour les dernières couches mais qui reste toutefois très modérée.

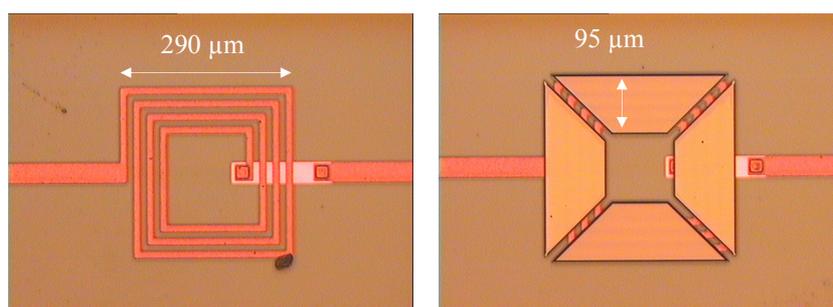


Figure IV-23 : Images optiques en vue de dessus à travers la couche d'encapsulation de BCB d'une self planaire en cuivre (y compris l'underpass) sans (a) et avec (b) quatre plans magnétiques trapézoïdaux supérieurs, de type entier (SMP : Solid Magnetic Plane) et réalisés en deux étapes (niveau MAG1 et MAG2 avec des directions d'anisotropie à  $90^\circ$ ).

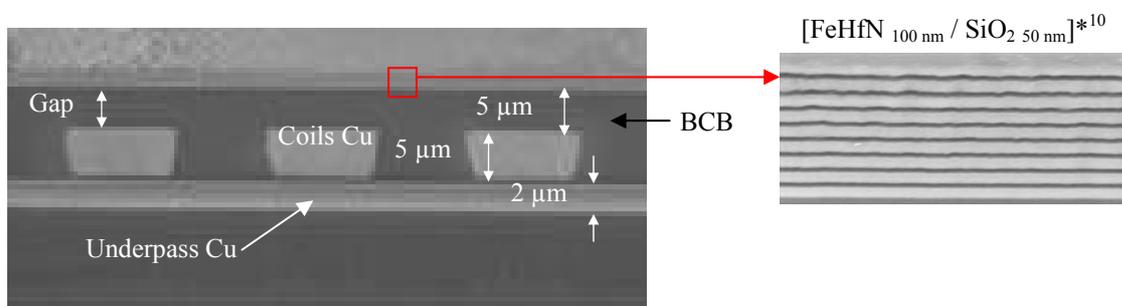


Figure IV-24 : Observations au MEB à partir d'une coupe structurale transversale au FIB des différents niveaux technologiques constituant l'inductance avec plans magnétiques supérieurs et zoom sur le matériau magnétique laminé constitué ici de la version  $[\text{FeHfN}_{100 \text{ nm}} / \text{SiO}_2 \text{ PECVD BT}_{50 \text{ nm}}]$ .

## 3.2 Résultats des tests RF

### 3.2.1 Comparaison entre mesures "brutes" et mesures "corrigées"

Les résultats de la mesure brute sur la self de référence avec ou sans plans magnétiques (C3\_air et C3\_4P1FBO) sont tout d'abord comparés à ceux obtenus par de-embedding de la structure de test 2-ports complète. Ces derniers reflètent plus précisément le comportement intrinsèque du bobinage avec ou sans couches magnétiques puisque les effets des lignes d'accès (inductances séries) et des plans de masse (capacités) sont supprimés. Cette comparaison suscite quelques commentaires d'ordre général.

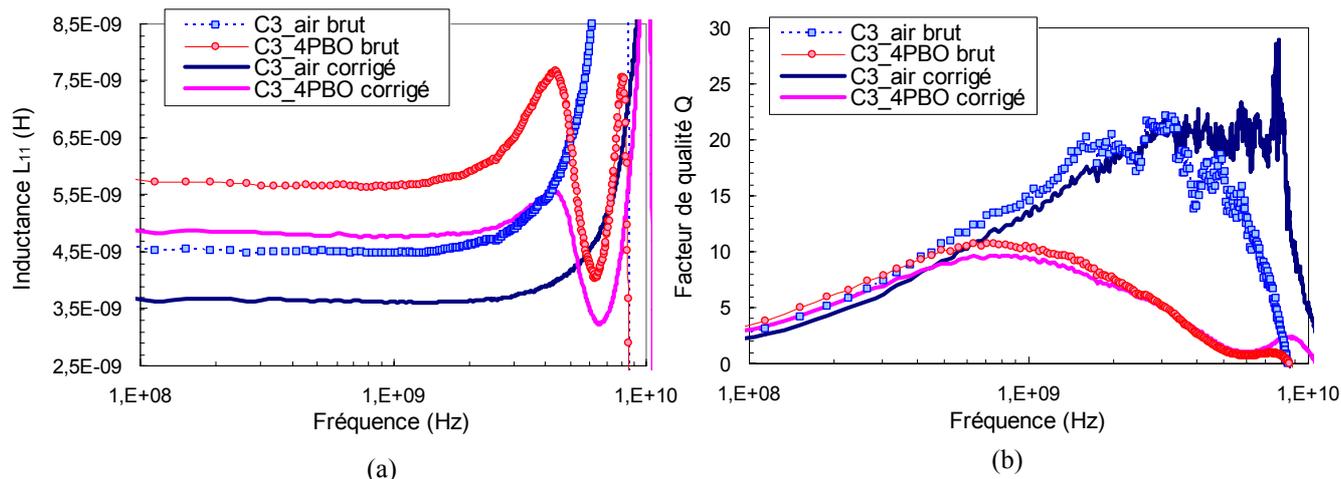


Figure IV-25 : Comparaison entre mesures brutes et corrigées (de-embedded) de l'inductance série (a) et du facteur de qualité (b) pour la self de référence avec plans magnétiques (C3\_4PBO) et sans (C3\_Air)

#### ○ Valeurs d'inductance

Après de-embedding, les valeurs de  $L$  sont plus faibles, d'environ 0.8 nH, puisque la longueur déroulée totale de cuivre est réduite par la suppression des lignes d'accès. En présence des plans magnétiques, il est important d'évaluer le gain relatif sur  $L$  après de-embedding, ce dernier est alors plus grand (32 % contre 28 % sans de-embedding) puisque les longueurs de lignes, qui ne sont pas amplifiées par le matériau magnétique, ont été supprimées.

La fréquence de coupure propre du bobinage (avec et sans couches magnétiques) qui est de l'ordre de 8.5 GHz remonte vers les hautes fréquences de plus de 2 GHz avec le de-embedding (figure IV-25 (a)). Ces valeurs élevées montrent, d'abord, que l'utilisation systématique du BCB pour les isolations entre métaux est bénéfique au fonctionnement à très haute fréquence, en minimisant les effets capacitifs liés, notamment, à l'underpass et aux plans magnétiques. L'augmentation de la fréquence de coupure prouve, ensuite, qu'une contribution non négligeable des effets capacitifs à haute fréquence vient de la structure même de test 2-ports et peuvent affecter la mesure. Le de-embedding est donc nécessaire afin de dissocier ces phénomènes dissipatifs, notamment, de ceux des plans magnétiques à haute fréquence. Les fréquences de résonance des plans magnétiques ne sont quant à elles presque pas modifiées par le de-embedding (0.5 GHz au maximum), ce qui confirme l'absence d'interaction significative (pas d'effet capacitif) des plans magnétiques avec les plots, les plans de masses et les lignes d'accès. La contribution des pertes purement gyromagnétiques à haute fréquence n'en sera que plus identifiable.

Enfin, la stabilité quasi parfaite des inductances ferromagnétiques jusqu'à 2 GHz montre que l'effet des boucles de courant qui peuvent être induites dans les plans est également négligeable, confirmant la bonne adéquation entre paramètres relatifs au design et au matériau dont : la distance de séparation entre plans magnétiques, les épaisseurs mises en jeu ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ) et le choix du matériau lamellé. Ceci permettra également de mieux dissocier les contributions d'origine purement gyromagnétique et devraient contribuer à un meilleur facteur de qualité.

○ *Facteur de qualité*

L'influence directe du de-embedding sur le facteur de qualité est limitée. On remarque juste un décalage vers les hautes fréquences du comportement de Q dû à l'augmentation de la fréquence de coupure (figure IV-25 (b)), en particulier sans plan magnétique. En présence des plans magnétiques, Q est réduit de façon significative dès 1 GHz, ce qui semble totalement indépendant du de-embedding. Nous étudierons cet effet plus en détails par la suite. Pour des fréquences inférieures à 500 MHz, la valeur de Q est augmentée d'environ 25 % par la présence des plans magnétiques, puisque le gain apporté sur la valeur d'inductance (via  $\mu'$ ) est prédominant devant les pertes à ces fréquences là.

A ce stade et sans parler encore des performances proprement dites des selfs ferromagnétiques, nous pouvons établir que la conception des structures de test 2-ports, les conditions de test et les procédures de traitement des données sont pleinement satisfaisantes. Elles remplissent, en effet, l'objectif premier de disposer d'inductances ferromagnétiques totalement fonctionnelles (électriquement) jusqu'à environ 10 GHz, ce qui faisait défaut à l'état de l'art où les contributions purement magnétiques étaient le plus souvent rapidement écartées soit par un comportement prématuré de type "LC", soit par des effets préjudiciables liés aux courants induits. On peut, par conséquent, passer maintenant à une analyse beaucoup plus fine des effets à partir du jeu complet de résultats corrigés.

### 3.2.2 Influence de l'orientation des plans magnétiques

Comme on l'a déjà mentionné, le gain maximal sur l'inductance dépendra principalement de la capacité des plans magnétiques à amplifier le champ magnétique sur l'intégralité de la surface de la spirale par le biais de la perméabilité (BO). Or, la configuration BO ne sera réalisée qu'à condition d'utiliser deux dépôts successifs orientés à  $90^\circ$  l'un de l'autre (MAG1 + MAG2). Nous allons comparer les performances associées à cette configuration, en principe idéale mais coûteuse en étapes technologiques, à d'autres cas, a priori moins favorables, mais utilisant un procédé simplifié reposant sur un dépôt unique (MAG1). Ainsi, nous allons comparer les résultats corrigés du motif de référence, c'est-à-dire, de la self carrée de 3.5 tours (C3) comportant quatre plans trapézoïdaux, dans les cas suivants illustrés par la figure IV-26 :

- MAG1 + MAG2 : 100 % Bien Orientés (4P\_BO)
- MAG1 seul : 50 % Bien Orientés (4P\_MO)
- MAG1  $45^\circ$  : compromis MO / BO à  $45^\circ$  (4P\_45°)

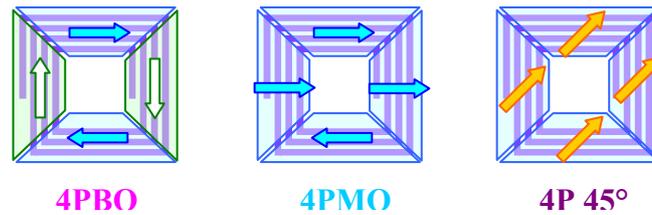


Figure IV-26 : Schéma illustrant les différentes orientations magnétiques des plans.

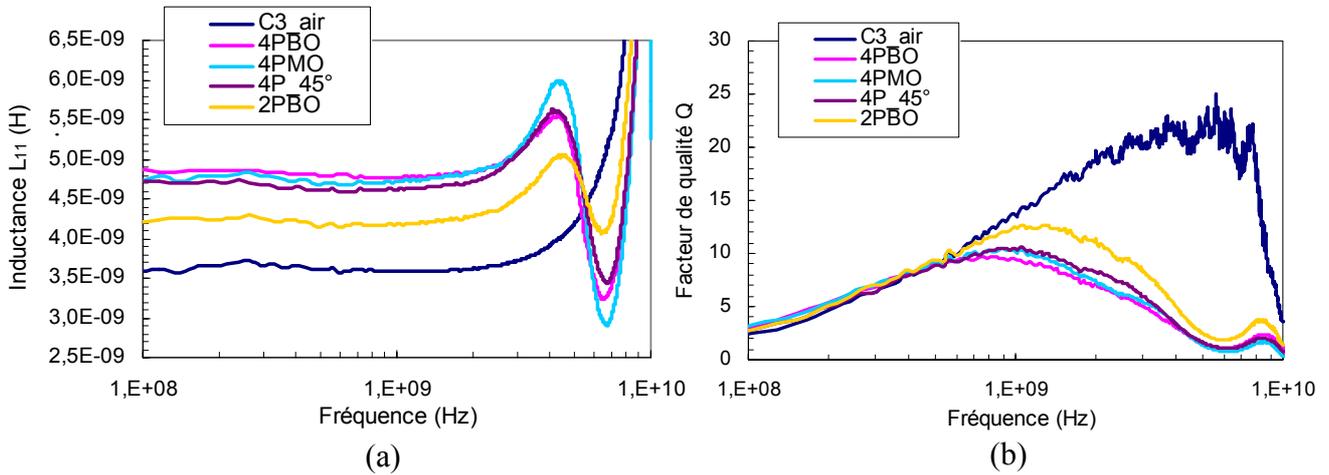


Figure IV-27 : Mesures de l'inductance  $L_{11}$  (a) et du facteur de qualité  $Q$  (b) pour les bobines carrées de 3,5 dans l'air, avec 4 plans magnétiques Bien Orientés 4P\_BO réalisés aux niveaux MAG1 et MAG2, avec seulement deux plans bien orientés 4P\_MO réalisés au niveau MAG1 seul et avec 4 plans utilisant le niveau MAG1 seul mais déposés à 45° (toutes les valeurs sont avec de-embedding).

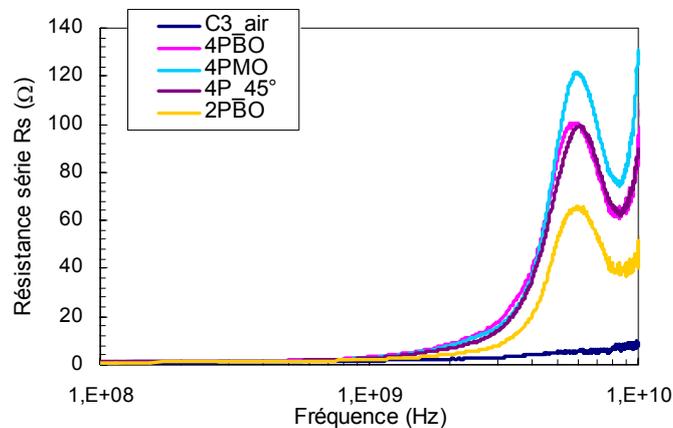


Figure IV-28 : Mesures de la résistance série  $R_s$  pour les bobines carrées de 3,5 dans l'air, avec 4 plans magnétiques Bien Orientés 4P\_BO réalisés aux niveaux MAG1 et MAG2, avec seulement deux plans bien orientés 4P\_MO réalisés au niveau MAG1 seul et avec 4 plans utilisant le niveau MAG1 seul mais déposés à 45° (toutes les valeurs sont avec de-embedding).

Le premier résultat important concerne le gain sur l'inductance qui est élevé avec  $\sim 32\%$ , ce qui confirme pleinement la pertinence du concept "SMP" avec le FeHfN. Le second résultat tout aussi important que pour l'ensemble des motifs le gain sur  $L$  est identique  $\sim 30\%$  quelque soit la configuration des plans considérée (figure IV-27 (a)). Ceci est surprenant au premier abord puisqu'on s'attendait à une différence de l'ordre de 50 % sur ce gain entre la configuration BO et les autres puisque seulement deux des quatre plans devraient être actifs.

On confirme bien par ailleurs que les dispositifs qui n'ont que deux plans (C32P\_BO) donnent environ 15 % de gain sur L (figure IV-27 (a)).

Le même constat peut être établi vis à vis de la fréquence de FMR effective qui est dans tous les cas de l'ordre de 5.5 GHz et du facteur de qualité Q qui présente un maximum à  $\sim 10$  vers 1 GHz quelle que soit la configuration (figure IV-27 (b)). Le résultat complémentaire transparaît sur la résistance série  $R_s$  qui présente un maximum précisément pour la fréquence de FMR (figure IV-28).

Ainsi, les trois types d'inductances ferromagnétiques considérées ici ont exactement le même comportement. De plus, ce dernier est en excellent accord avec les résultats de simulation qui ont été établis ultérieurement (voir chapitre 5) et qui confirment les ordres de grandeurs attendus sur toutes les grandeurs pour une configuration idéale où les quatre plans sont actifs. Il est donc montré ici qu'un caractère bidirectionnel vis à vis de la perméabilité haute fréquence peut être accompli par l'utilisation combinée de deux dépôts aux orientations respectives appropriées mais c'est également la preuve que l'on peut y parvenir à l'aide d'un dépôt unique. Ce dernier cas n'avait pas du tout été anticipé et à ce titre, les résultats ont surpris. Ils montrent néanmoins très clairement que les deux plans initialement orientés en axe facile ont subi un renversement de la direction d'anisotropie et se retrouvent orientés favorablement en axe difficile selon la largeur après l'étape de gravure. Les plans concernés par le renversement semblent posséder la même fréquence de FMR que les plans initialement bien orientés bien qu'ils ne bénéficient plus du champ d'anisotropie induit ( $H_k$ ). L'observation des valeurs de fréquence de FMR quasiment identiques peut se justifier par le caractère dominant du champ démagnétisant ( $H_d \sim 200$  Oe) devant le champ d'anisotropie initial ( $H_k \sim 20$  Oe). En effet,  $H_k$  ne contribue qu'à 5 % de la fréquence de FMR effective, ce qui est compris dans l'incertitude de mesure (et de correction). Il est également intéressant de constater que dans le cas des plans ayant subi un renversement de l'aimantation, donc où il n'y a plus de contribution de l'anisotropie induite, cela n'entraîne pas de dégradation significative de Q (ou de  $R_s$ ). C'est le signe que les pertes magnétiques à haute fréquence restent bien contrôlées.

La fonctionnalité de ces dispositifs semble donc relever essentiellement de l'effet de forme (selon le grand axe des trapèzes), mais ceci n'est vrai qu'avec la version laminée du matériau. Il est important de préciser ici que ce renversement n'a été observé qu'avec des couches laminées et couplées (monodomaine) et non avec des monocouches. Dans les conditions identiques, ces dernières ne subissent pas de renversement. Elles conservent parfaitement leur structure magnétique originale avec domaines de fermeture définie par les conditions de dépôt sous champ, ce qui suggère par ailleurs qu'elles conservent leur anisotropie induite et que la diffusion accidentelle d'azote au cours des étapes technologiques pouvant entraîner un échauffement est bien maîtrisée. De plus, le renversement avec le matériau laminé a été confirmé systématiquement sur des structures variées (trapèze, barreaux ...) mettant en jeu un facteur de forme comparable ( $> 2$ ). Nous essaierons de donner une interprétation aux causes de ce renversement à la fin de ce chapitre.

Nous préciserons enfin que le comportement bidirectionnel avec un dépôt unique de la couche magnétique a été confirmé sur l'intégralité des dispositifs quel que soit le nombre de tours de la self, sa forme ou celle des plans magnétiques. A partir de maintenant, nous ne ferons donc plus la distinction entre résultats issus de la technologie à un ou deux niveaux puisqu'ils sont totalement équivalents.

### 3.2.3 Effet de l'élargissement des plans magnétiques

Bien que le résultat précédent concernant le gain sur  $L$  soit satisfaisant, nous cherchons à voir ici s'il y a des possibilités de l'augmenter encore en jouant sur le taux de recouvrement des plans vis à vis de la surface totale de la self (intérieur et extérieur) et non seulement des surfaces strictement limitées aux branches de la self. En effet, à cause de la géométrie planaire des spirales, les lignes de champs magnétiques sont très concentrées au centre de la bobine mais s'étendent également loin à l'extérieur avec, dans les deux cas, des directions normales au plan de surface, ce qui en théorie les rend inactives au regard des plans magnétiques qui sont "transparents" dans cette direction. Nous cherchons ici à confirmer ces hypothèses sur lesquelles repose le principe même de l'amélioration de la compacité des spirales à air. Cette idée pourrait s'avérer en effet incompatible si le gain sur  $L$  était principalement conditionné par un taux de recouvrement largement supérieur à un. Les largeurs des plans magnétiques varient suivant trois schémas. La série E comprend les plans magnétiques étendus de  $50\ \mu\text{m}$  à l'intérieur de la bobine jusqu'à son centre, la série N constitue les plans élargis de  $50\ \mu\text{m}$  vers l'extérieur et enfin la série EN comprend les deux extensions. Tous ces dispositifs sont comparés au motif de base 4P1FBO avec quatre plans trapézoïdaux bien orientés (figure IV-29). La comparaison doit tenir compte des variations de la perméabilité avec les changements de dimensions.

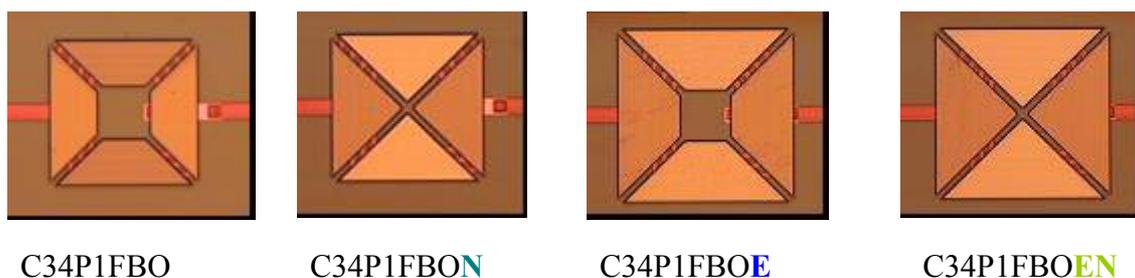


Figure IV-29 : Images de self ferromagnétiques avec différents élargissement des plans magnétiques : N : vers l'intérieur, E : vers l'extérieur et EN : intérieur et extérieur.

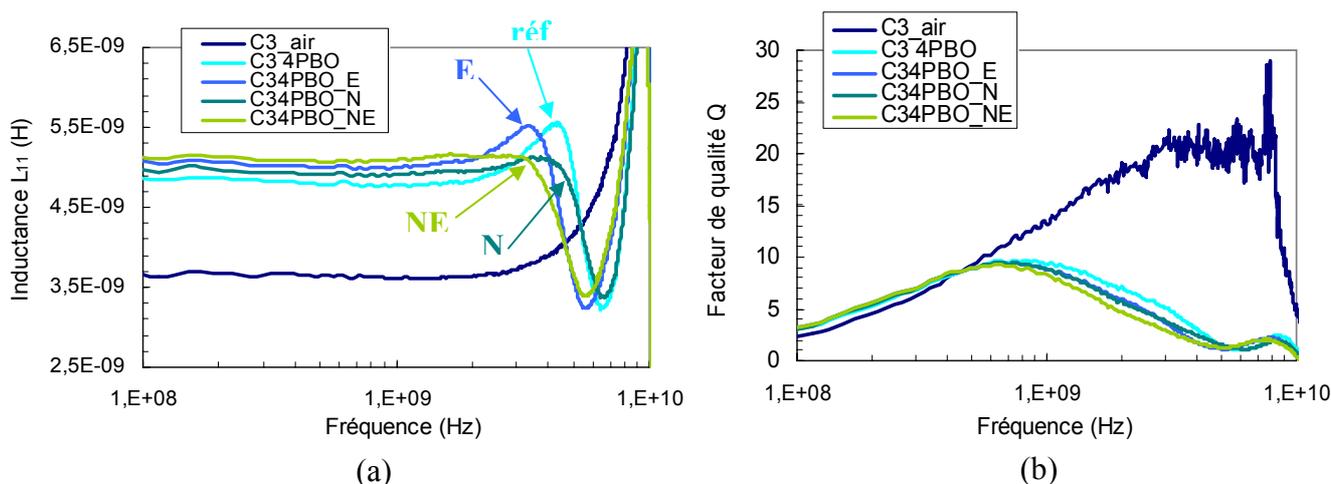


Figure IV-30 : Mesures de l'inductance  $L_{11}$  (a) et du facteur de qualité  $Q$  (b) pour la bobine carrée de 3,5 tours avec 4 plans magnétiques trapézoïdaux Bien Orientés: standards, étendus vers l'intérieur (N), étendus vers l'extérieur (E) et combinés (EN) (valeurs après de-embedding).

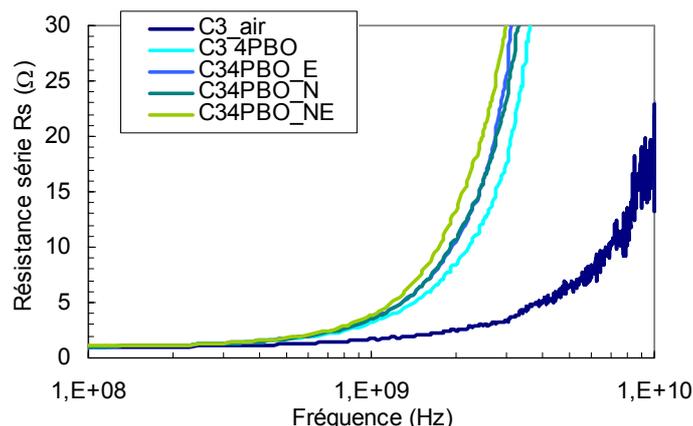


Figure IV-31 : Mesures de la résistance série  $R_s$  pour la bobine carrée de 3,5 tours avec 4 plans magnétiques trapézoïdaux Bien Orientés: standards, étendus vers l'intérieur (N), étendus vers l'extérieur (E) et combinés (EN) (valeurs de-embeddées).

Les trois cas N, E et NE sont favorables et dans les mêmes proportions à l'amélioration du gain sur L par rapport au motif de référence (figure IV-30 (a)). On peut observer des différences et qui semblent en faveur des configurations NE, E puis N devant le motif de référence pour L et l'inverse pour Q (figure IV-30). Cependant, elles sont directement imputables à l'augmentation de  $\mu$  et à la diminution de la fréquence de FMR avec l'élargissement physique des plans (tableau IV-3). En ce sens, cet effet est aussi défavorable à Q du point de vue électrique puisqu'il contribue à augmenter les surfaces en regard donc les capacités parasites (figure IV-31). Les conséquences restent toutefois modérées, preuve que le choix de conception du dispositif est bien adapté à la prévention des effets capacitifs.

	Ref : 4P1FBO	4P1FBO N	4P1FBO E	4P1FBO EN
Gain L / self air (%)	32	35.7	38.2	38.9
FMR théo (GHz)	5.6	4.6	4.6	4.1
FMR mesuré (GHz)	5.3	5.4	4.3	4.5
Q @ 1GHz	10	9	9	8.5

Tableau IV-3 : Synthèse de résultats pour la bobine C34PBO avec plans compacts standards, étendus vers l'intérieur (N), étendus vers l'extérieur (E) et combinés (NE) (valeurs de-embeddées).

On peut donc conclure à ce stade que le design établi reposant sur l'idée de plans continus et très compacts vis à vis des branches de la spirale est optimal. Il permet effectivement de canaliser la quasi intégralité des lignes de champs pouvant contribuer géométriquement à un fort gain sur l'inductance et à minimiser les pertes dissipatives en repoussant les fréquences de coupures d'origines magnétique et capacitive. Le principe d'un redimensionnement de la surface totale occupée par la self ferromagnétique (y compris les plans magnétiques) pour gagner en compacité par rapport à une self à l'air de même valeur est donc pleinement validé. Ce point sera détaillé au chapitre 5.

### 3.2.4 Effet de forme du bobinage et des plans magnétiques

De nombreuses géométries existent pour les selfs spirales et répondent à des compromis différents. Nous allons donc nous attacher à vérifier si les avantages constatés précédemment sont restrictifs ou au contraire compatibles à différentes géométries. Les comparaisons sont faites sur des motifs de même taille (rayons intérieur / extérieur équivalents, même nombre de tours, largeurs équivalentes pour les plans ...) mais mettant en jeu des géométries différentes à la fois pour les selfs (carrées, rondes, octogonales) et les plans magnétiques (trapèzes ou  $\frac{1}{4}$  de disques) (figure IV-32).

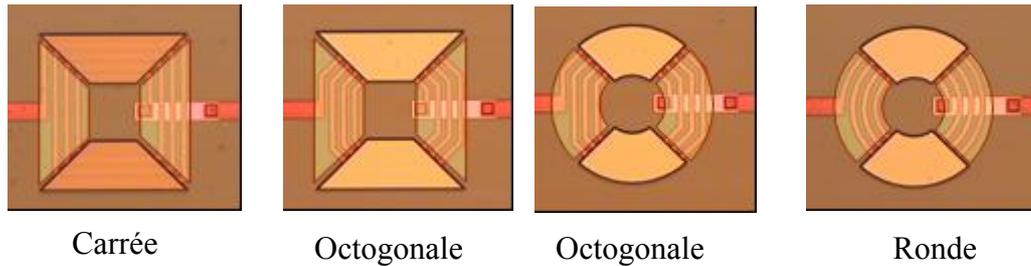


Figure IV-32 : Images des différentes géométries de bobines avec des plans magnétiques de formes différentes (pour l'illustration un effet de transparence sur 2 des plans à été volontairement rajouté aux images)

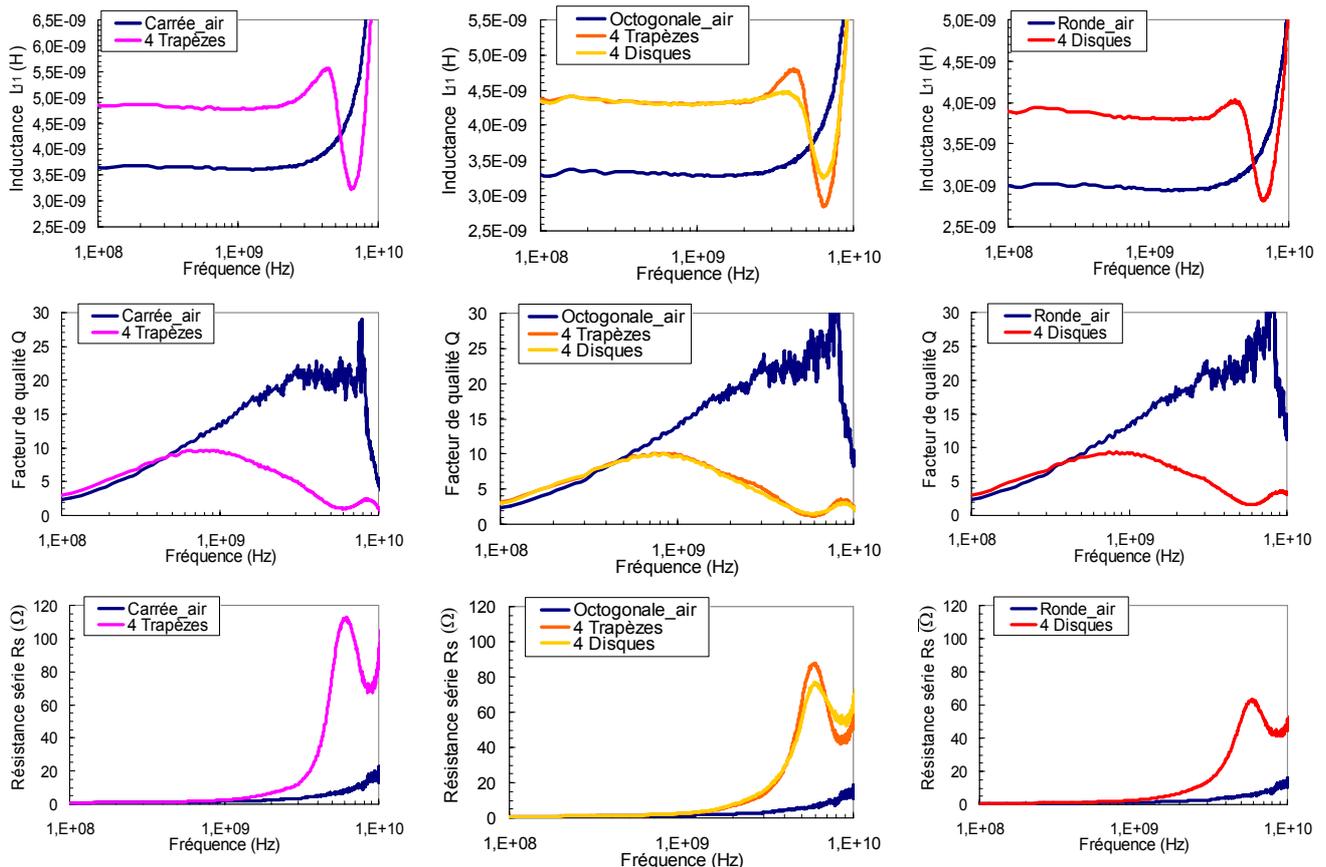


Figure IV-33 : Mesures de l'inductance  $L_{11}$ , du facteur de qualité  $Q$  et de la résistance série  $R_s$  pour les bobines 3.5 tours dans l'air et avec 4 plans magnétiques BO pour les formes respectives : self carrée avec plans trapézoïdaux, self octogonale avec plans trapézoïdaux ou  $\frac{1}{4}$  de disques, self ronde avec  $\frac{1}{4}$  de disques

○ *Selfs à l'air :*

Lorsque l'on compare les trois géométries : carré, octogonale et ronde, la valeur de la self est réduite par la diminution de la longueur déroulée (figure IV-33). En effet, pour une bobine carrée de 3.5 tours, cette longueur est de 2660  $\mu\text{m}$  et on obtient  $L = 3.5 \text{ nH}$  tandis que pour une self ronde du même nombre de tours, elle est de l'ordre de 2096  $\mu\text{m}$  ce qui correspond à  $L = 2.8 \text{ nH}$ . Ces résultats sont obtenus à partir du modèle de calcul de la self développé en [8]. L'impact de la géométrie de la self sur le facteur de qualité n'est pas très significatif. On observe une légère amélioration de Q entre une bobine octogonale ou ronde et une bobine carrée (tableau IV-4).

○ *Selfs avec plans magnétiques :*

Les comportements observés sont très proches de ceux de la self de référence (carrée). Le gain sur l'inductance est un peu plus faible pour la self ronde avec plans disques (figure IV-33). L'efficacité des plans trapézoïdaux et disques est identique pour la self octogonale. Les commentaires concernant les valeurs absolues d'inductance pour différents designs sont les mêmes que ceux faits précédemment pour les selfs à l'air. Du point de vue des fréquences de résonance magnétique, le dimensionnement des plans étant quasiment le même quelque soit la forme (même largeur fixée à 95  $\mu\text{m}$ ), il est normal de n'observer qu'un faible écart puisque le champ démagnétisant "macroscopique" reste en première approximation inchangé. On peut cependant remarquer que la forme arrondie des disques semble associée à un amortissement plus marqué du pic de résonance associé à la FMR visible sur L et sur R. Le tableau IV-4 suivant résume les gains sur les inductances obtenus pour chaque type de self avec plans magnétiques par rapport à ces selfs sans plans magnétiques donc dans l'air.

Géométrie self	Nb tours	Forme plans	L (nH)	Gain L // air	FMR (GHz)	$f_{Q_{\max}}$ (GHz)	$Q_m$	$\Delta Q$ @ 1 GHz
Carrée	3.5	<i>air</i>	3.6			6	23	
	3.5	4 Trapèzes	4.8	+32 %	5.35	1.1	10	-25 %
Octogonale	3.5	<i>air</i>	3.3			7	27	
	3.5	4 Trapèzes	4.4	+33 %	5.3	0.9	10	-31 %
	3.5	4 Disques	4.4	+33 %	5.3	0.9	10	-31 %
Ronde	3.5	<i>air</i>	3.0			7	27	
	3.5	4 Disques	3.9	+30 %	5.5	1	9	-32 %

Tableau IV-4 : Synthèse des caractéristiques des selfs carrée, octogonale et ronde à l'air et avec des plans magnétiques trapézoïdaux ou disques.

Bien que l'on soit convaincu que les effets de forme soient prépondérants, il est difficile d'interpréter finement ces résultats. Ceci supposerait que l'on connaisse à une échelle locale à l'intérieur des plans, les orientations précises des vecteurs d'aimantation dont les directions peuvent être directement influencées par les effets de bord (exemple : courbures des parois à 180° avec les plans arrondis). Or, bien que cela puisse être en général observable par microscopie à effet Kerr, dans notre cas le couplage magnétostatique dans le matériau laminé a rendu ce type d'observations inexploitable puisque nous sommes en face de structures quasi monodomaine ne donnant pratiquement pas de différence de contraste. La

seule conclusion que nous pouvons apporter est que quelle que soit la géométrie des plans ou de la self, il existe une efficacité à canaliser les lignes de champ dans une plage angulaire relativement grande. Par exemple, le cas de la self octogonale est révélateur. En effet, les portions de spires à  $45^\circ$  ne devraient pas ou peu contribuer à l'amplification de l'inductance. Or, on ne voit pas de différence significative avec les autres cas qui respectent mieux les conditions grossières de parallélisme entre l'axe de forte perméabilité et la direction globale du champ d'excitation dans la partie centrale des branches de la bobine. Il semble donc que l'on ait une dispersion angulaire très favorable ici dont l'origine probable est à trouver dans la forme spécifique de ces plans. Les mêmes résultats sont observés que le caractère bidirectionnel résulte ou non du renversement de l'aimantation (procédés à un ou deux niveaux). Ceci peut laisser penser que l'anisotropie induite ( $H_k$ ) pendant le dépôt n'aurait qu'une influence marginale sur la fonctionnalité et les performances finales des dispositifs.

### 3.2.5 Effet du nombre de tours de la bobine

Dans cette partie, nous nous intéressons aux variations du nombre de tours (1.5, 3.5 et 5.5) sur le motif de référence C\_4PBO. Les plans magnétiques restent dimensionnés à l'identique du motif de référence (largeur constante à  $95 \mu\text{m}$ ), ceci pour décorrélérer les effets spécifiques au bobinage de ceux des plans ( $\mu$  et FMR identiques).

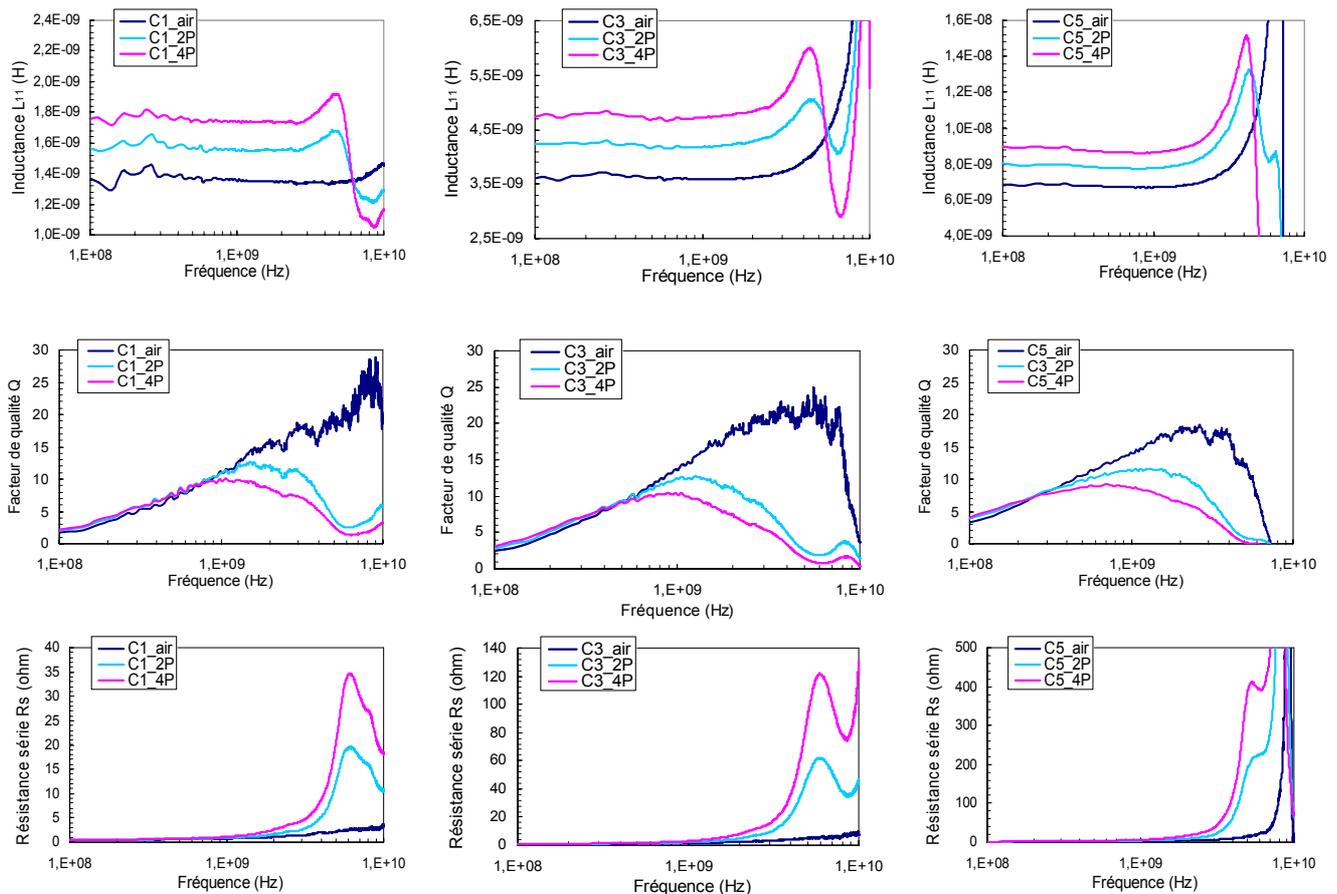


Figure IV-34 : Mesures de l'inductance  $L_{11}$ , du facteur de qualité  $Q$  et de la résistance série  $R_s$  pour les bobines carrées de 1.5, 3.5 et 5.5 tours dans l'air et avec 2 plans magnétiques Bien Orientés réalisés au niveau MAG1 et 4 plans magnétiques Bien Orientés réalisés aux niveaux MAG1 et MAG2 (valeurs de-embeddées).

- *Valeur d'inductance :*

Les gains sur la valeur de l'inductance sont sensiblement identiques autour de 30 % (figure IV-34). Ils semblent cependant plus faibles pour les bobines à 1.5 et 5.5 tours (28 % et 30 % respectivement) qu'avec la self de référence à 3.5 tours (32 %) (tableau IV-5) alors que la fréquence de FMR (et donc la perméabilité) est quasiment inchangée. On peut penser que l'adéquation entre les dimensions respectives des plans et des selfs n'est pas optimale dans les deux cas extrêmes. A l'exception de la bobine de référence de 3.5 tours qui est la plus appropriée par rapport au dimensionnement des plans magnétiques, les autres n'ont pas fait l'objet de simulations et ont été dimensionnées sur la base d'arguments analytiques. Les plans ayant la même dimension (largeur 95  $\mu\text{m}$ ) quelles que soient les bobines, le cas particulier de la self à 1.5 tours conduit à une configuration atypique avec des plans surdimensionnés, qui, de plus, sont excités localement et probablement aussi à très faible amplitude du fait de la présence d'une spire unique. A l'inverse, la bobine à 5.5 tours génère vraisemblablement des excitations qui peuvent avoir beaucoup plus d'amplitude et une portée plus étendue, d'autant plus que pour rester compatibles avec ces mêmes plans la valeur d'interspire a été réduite (5  $\mu\text{m}$  au lieu de 10  $\mu\text{m}$ ). Enfin, on peut noter que le gain d'inductance pour les structures comparables mais ne possédant que deux plans magnétiques correspond exactement à la moitié de l'augmentation de L pour les structures complètes. Donc, tous les plans recouvrant chaque partie de spires ont la même efficacité quelque soit l'amplitude ou le caractère localisé ou non de l'excitation.

- *Facteur de qualité :*

Le dimensionnement des bobines à air a permis de couvrir une gamme de fréquence de travail assez large ( $Q_{\text{max}}$ ) : de 3 GHz pour la 5.5 tours, à 6 GHz pour la 3.5 tours et environ 8 GHz pour la 1.5 tours (voir tableau IV-5). Les valeurs de Q sans plans magnétiques sont assez élevées du fait de la présence d'un substrat Si très résistif (30  $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}$ ) même pour la self à 5.5 tours. La valeur maximale du facteur de qualité Q de la self à l'air diminue avec l'augmentation du nombre de tours en accord avec l'augmentation de sa résistance.

En présence des quatre plans magnétiques, Q est dégradé par rapport à la self à air mais atteint une valeur comparable  $Q_{\text{max}} \sim 10$  vers 1.0 GHz pour les selfs à 1.5 et 3.5 et pour une fréquence significativement plus basse  $\sim 0.8$  GHz pour la self à 5.5 tours (figure IV-34). On peut noter que pour cette dernière, les contributions gyromagnétique et capacitive commencent à se chevaucher à haute fréquence pénalisant plus fortement le facteur de qualité. Comme on le voit plus en détails sur le tableau IV-5, la réduction du facteur de qualité est d'autant plus importante que la bobine comporte un nombre de tours plus élevés, ce qui peut nous aider à identifier des causes possibles aux pertes en excès décorrélées de celles associées à la FMR qui est fixe ici dans tous les cas. La chute importante de Q est bien sûr attribuée à l'augmentation des pertes magnétiques mais pas seulement. En effet, la FMR élevée (presque 6 GHz) retarde l'apparition de pertes magnétiques du matériau jusqu'à 4 GHz environ comme on peut le voir sur le graphe de la résistance série. Avant cette fréquence, la dégradation de Q n'est attribuable qu'aux courants de Foucault dans les plans magnétiques et aux effets capacitifs entre la bobine et les plans. Or, tous ces effets sont approximativement identiques et restent faibles quelle que soit les bobines considérées puisqu'elles possèdent des plans identiques. Cela ne peut donc pas expliquer la réduction de Q qui est significativement plus importante avec la self à 5.5 tours par exemple. Ce constat

suggère fortement l'existence d'une autre contribution lorsque le nombre de tours est élevé et qui relève des effets dits "de proximités". Il s'agit d'un effet de peau anormal au niveau des spires qui sont le siège de répartitions très inhomogènes de la densité de courants induits en fonction de l'environnement c'est à dire ici de la proximité immédiate des spires voisines [9]. Ces effets sont connus dans les selfs spirales mais souvent jugés minoritaires. Ils semblent par contre très largement accentués lorsque la spirale est en présence d'un environnement magnétique du fait du confinement du champ magnétique. Nous traiterons ce point plus en détails au chapitre 5.

○ *Résistance série  $R_s$  :*

La dégradation du facteur de qualité est clairement associée à une hausse de la résistance série dès 1.5 GHz que nous attribuerons majoritairement aux effets de proximité et à partir de 4 GHz aux pertes magnétiques ( $\mu''$ ). Au-delà de leur FMR, les plans magnétiques ont un comportement purement électrique ( $\mu' = 1$ ). La résistance série reste néanmoins nettement supérieure à celle de la bobine dans l'air et subit même une brusque augmentation vers 8 GHz. Ceci provient probablement des effets purement électrique au niveau des plans qui ne sont plus négligeables à ces fréquences élevées : boucles de courant, capacités parasites inter-plans, avec le bobinage ... Le pic de pertes  $R_s$  est d'autant plus élevé que le nombre de tours est grand montrant bien ici l'impact des effets de proximité (tableau IV-5).

Nb tours	Nb plans	L (nH)	Gain L	FMR (GHz)	$f_{Q_{max}}$ (GHz)	$Q_m$	$\Delta Q @ 1$ GHz	LMH
1.5	<i>air</i>	1.38			8	33		
	4 T	1.76	+28 %	5.94	1.0	10	-11 %	4.3
	2 T	1.56	+13 %	5.88	1.6	13	0 %	4.5
3.5	<i>air</i>	3.62			6	23		
	4 T	4.78	+32 %	5.42	1.1	10	-25 %	3.2
	2 T	4.18	+15.5%	5.47	1.2	13	-8 %	3.8
5.5	<i>air</i>	6.75			3	18		
	4 T	8.80	+30.5 %	5.02	0.8	9	-38 %	2.3
	2 T	7.77	+15 %	5.16	1.5	12	-20 %	2.6

Tableau IV-5 : Synthèse des résultats de mesures des bobines carrées de 1.5, 3,5 et 5.5 tours dans l'air et avec 2 plans magnétiques Bien Orientés réalisés au niveau MAG1 et 4 plans magnétiques Bien Orientés réalisés aux niveaux MAG1 et MAG2.

En conclusion à ces résultats, nous avons étendu la compatibilité du design de nos plans avec le nombre de tours des spirales bien que des optimisations restent à faire dans les cas les plus extrêmes. Ceci nous permis aussi de mettre en évidence un effet non prévu qui s'avère pénalisant pour le facteur de qualité avant l'apparition des pertes magnétiques contrôlées par le biais d'une FMR élevée. Il s'agit des effets de proximités dont l'influence augmente avec le nombre de tours et qui sont anormalement accentués dès lors qu'on utilise des plans magnétiques, ce qui n'avait jamais été identifié auparavant. Nous y reviendrons au chapitre 5. La présence de ce phénomène dissipatif supplémentaire qui apparaît relativement tôt en fréquence rend difficile l'analyse du ratio optimal entre la fréquence de FMR et la fréquence de fonctionnement qui devait permettre de répondre à la question du contrôle du facteur de qualité. Nous allons essayer d'y répondre dans la partie qui suit.

### 3.2.6 Effet de la fréquence de résonance des plans magnétiques

En complément à la partie précédente, nous ajoutons ici à la variation du nombre de tours (1.5, 3.5 et 5.5) qui fixe la fréquence de travail, la variation de la fréquence de résonance des plans magnétiques en jouant sur l'effet de fractionnement de ces derniers. Le motif de référence, noté ici 1F, reste la self C\_4PBO utilisant les plans de largeur 95  $\mu\text{m}$ . Les motifs complémentaires 2F et 3F correspondent respectivement à un fractionnement par deux et par trois des plans de référence avec une distance de séparation fixée à 5  $\mu\text{m}$  (voir figure IV-35). Les valeurs théoriques correspondantes pour la fréquence de FMR sont données dans le tableau IV-6.

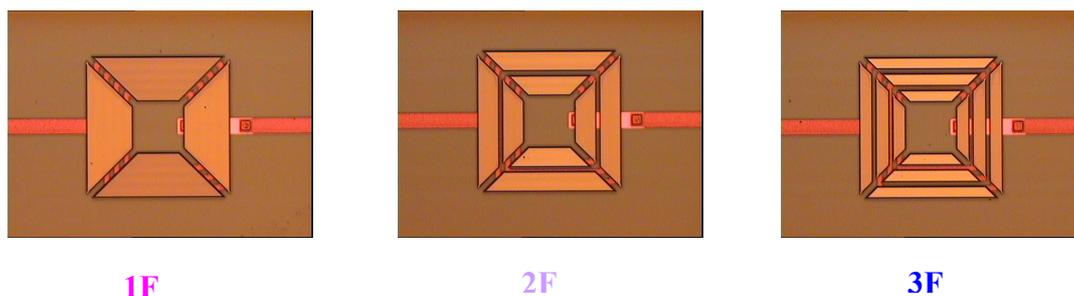


Figure IV-35 : Illustrations des bobines avec plans magnétiques entiers (1F), fractionnés en deux (2F) et en trois (3F).

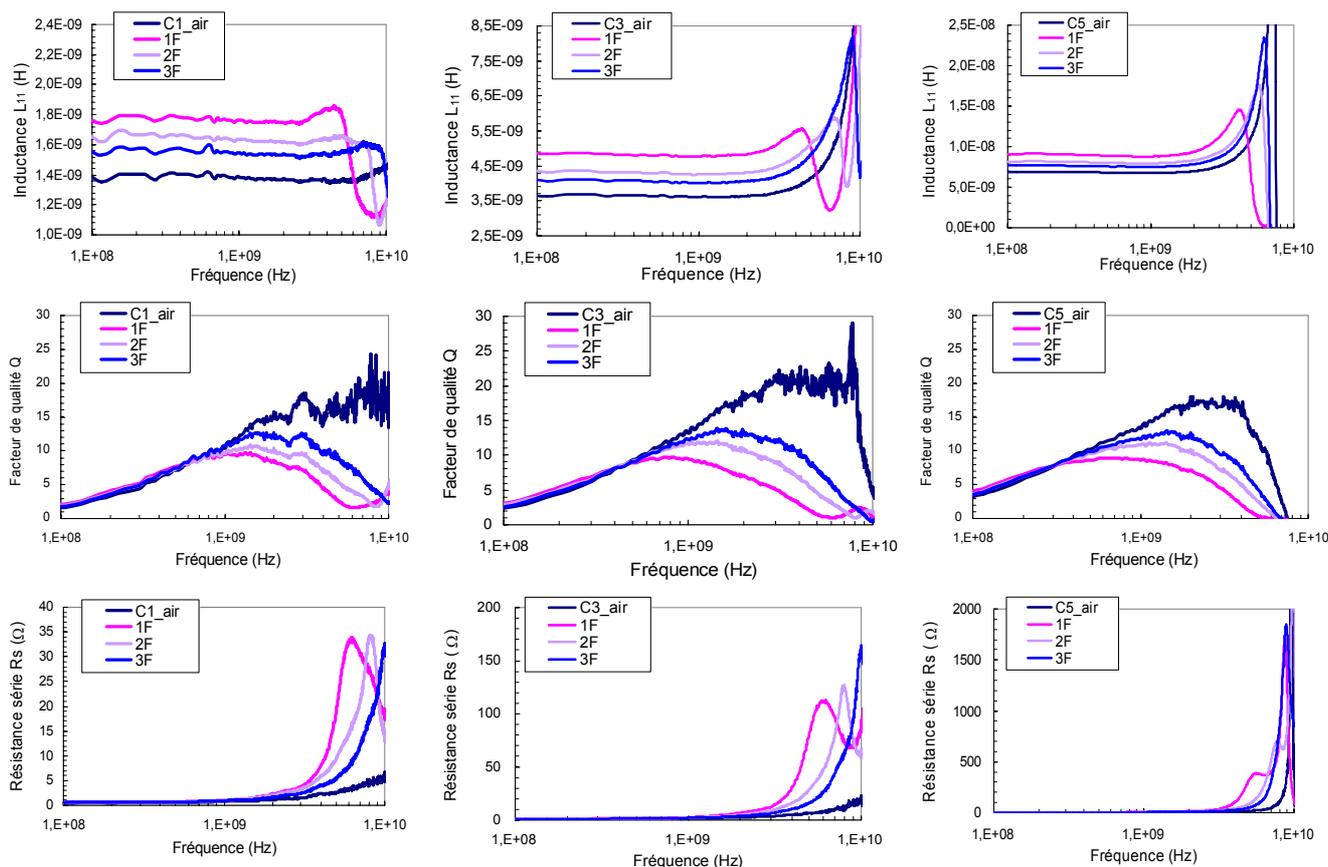


Figure IV-36 : Mesures de l'inductance  $L_{11}$ , du facteur de qualité  $Q$  et de la résistance série  $R_s$  pour les bobines carrées de 1.5, 3.5 et 5.5 tours dans l'air et avec 4 plans magnétiques Bien Orientés réalisés aux niveaux MAG1 et MAG2, en versions pleine (1F) et fractionnée (2F, 3F) (valeurs de-embeddées).

## ○ Valeur d'inductance :

Le décalage de la fréquence de FMR avec le fractionnement des plans (1F, 2F, 3F) est net sur les spectres d'inductance (figure IV-36). Le contrôle par le biais du champ démagnétisant est donc pleinement effectif et permet ici d'atteindre une valeur record sur la FMR au delà de 10 GHz grâce à l'aimantation élevée du FeHfN. Les valeurs mesurées sont proches des estimations théoriques, qui ne prenaient pas en compte un éventuel couplage entre éléments fractionnés, vérification que l'on ne peut plus faire lorsque la fréquence de coupure de la bobine est du même ordre de grandeur que celle-là (par exemple la bobine C5 avec des motifs 2F et 3F). L'augmentation de la fréquence de FMR s'accompagne bien entendu d'une diminution de la perméabilité (dans une proportion au carré), ce qui se traduit directement par une réduction sur le gain d'inductance comme on le voit sur le tableau IV-6. L'objectif de cette partie n'était pas le gain sur L mais l'analyse du facteur de qualité en lien avec la FMR et les pertes  $\mu''$ .

## ○ Facteur de qualité :

Le fractionnement est bénéfique au facteur de qualité à plusieurs titres : réduction des boucles de courant induit (s'il y en a), diminution des capacités en regard (bien qu'elles soient déjà faibles) et surtout réduction des pertes  $\mu''$  avec l'augmentation de la FMR (figure IV-36). Tous ces effets contribuent effectivement à augmenter la valeur du facteur de qualité et à décaler le maximum vers les plus hautes fréquences, comme on peut le voir sur le tableau IV-6. L'amélioration graduelle de Q avec les variations 1F, 2F, 3F alors que le gain sur L est de moins en moins grand traduit effectivement une réduction significative des pertes. Toutefois, on continue d'observer une dégradation globale très forte par rapport au facteur de qualité de la self à air de référence. En ce sens, le cas C5\_3F est le plus révélateur puisqu'il correspond à l'écart le plus grand ( $\times 4.5$ ) entre la fréquence de fonctionnement de la self à air à 2.5 GHz et la fréquence de FMR à 11 GHz. Or même dans ces conditions,  $Q_{\text{mag}}$  reste limité à 1.8 GHz alors qu'à cette fréquence les pertes  $\mu''$  sont de l'ordre de 0.3 pour une perméabilité  $\mu'$  d'environ 25, soit un facteur de mérite du matériau de l'ordre de 80 ! Cet exemple illustre parfaitement l'existence d'autres contributions dissipatives largement plus pénalisantes que la FMR et qui ne permettront pas d'établir une règle de "dimensionnement" vis à vis de la FMR pour le facteur de qualité.

Nb tours	Fract.	L (nH)	Gain L	FMR <sub>théo</sub> (GHz)	FMR (GHz)	$f_{Q_{\text{max}}}$ (GHz)	$Q_m$	$\Delta Q @ 1 \text{ GHz}$	LMH
1.5	<i>air</i>	1.38				8	33		
	1F	1.76	+ 28 %	5.58	5.95	1.5	10	- 11 %	4.3
	2F	1.63	+ 18 %	8.12	8.2	1.7	11	- 6 %	3.6
	3F	1.54	+ 11.5 %	10.50	9.9	2.0	12.5	0 %	
3.5	<i>air</i>	3.62				6	23		
	1F	4.78	+ 32 %	5.58	5.3	1.0	10	- 25 %	3.2
	2F	4.26	+ 17.5 %	8.12	7.75	1.3	11.5	- 8 %	2.7
	3F	4.02	+ 11 %	10.50	9.5	1.7	13	- 7.5 %	
5.5	<i>air</i>	6.75				3	18		
	1F	8.80	+ 30.5 %	5.58	5.0	0.8	9	- 38 %	2.3
	2F	7.95	+ 18 %	8.12	(LC)	1.3	11	- 19.5 %	2.1
	3F	7.52	+ 11.5 %	10.50	(LC)	1.8	12	- 12 %	1.5

Tableau IV-6 : Synthèse des résultats obtenus pour les bobines de 1.5, 3.5 et 5.5 tours avec plans magnétiques fractionnés (2F ou 3F) ou non.

Grâce à l'ensemble des résultats précédents, on peut tracer des faisceaux de courbes montrant l'évolution du rapport  $Q_{mag}/Q_{air}$  en fonction de la fréquence de FMR théorique. Ainsi, il est possible d'extrapoler la fréquence de FMR idéale qu'il faudrait atteindre pour avoir un facteur de qualité au moins égal à celui de la self à l'air (figure IV-37). Les résultats sont explicites par les valeurs bien trop élevées qu'il faudrait atteindre et confirme parfaitement l'impossibilité de régler le problème du facteur de qualité des spirales par le simple fait d'ajuster la FMR. Les causes premières à cette limitation sont ailleurs (effets de proximités). Nous nous efforcerons au chapitre 5 à trouver une alternative qui permettrait de revenir à l'idée simple de la maîtrise de Q par les seules pertes gyromagnétiques.

A ce stade, nous pouvons conclure que si l'idée d'un gain satisfaisant sur l'inductance est largement validée, la problématique du facteur de qualité reste totale voire définitivement incompatible avec l'utilisation d'inductances spirales.

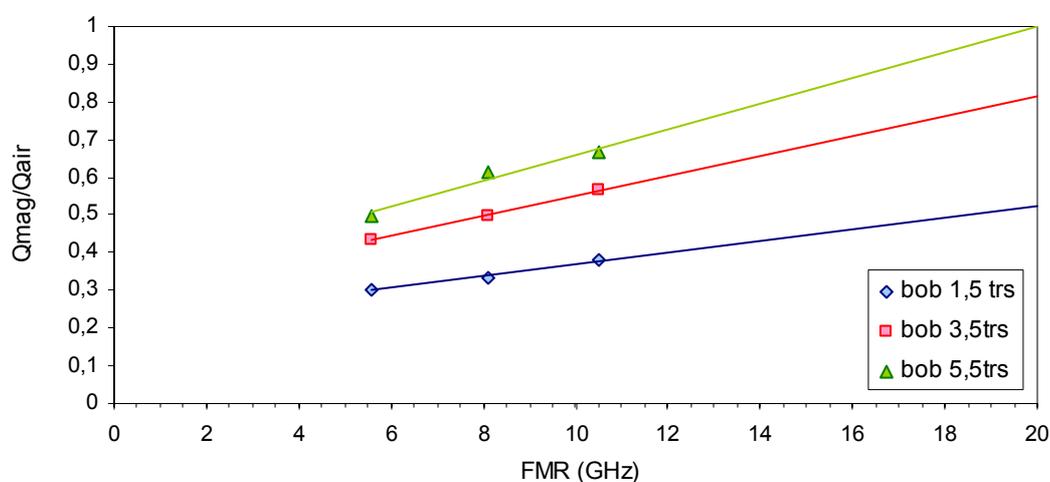


Figure IV-37 : Evolution du rapport  $Q_{mag} / Q_{air}$  en fonction de la fréquence de résonance magnétique des plans (1F, 2F et 3F) pour l'ensemble des bobines étudiées (1.5, 3.5 et 5.5 tours).

### 3.2.7 Dispositifs d'étude du "cross talk" entre deux selfs

Ce type de dispositif constitué de deux selfs en regards permet de rendre compte de l'effet de blindage que peut apporter les plans magnétiques en plus du gain sur la valeur de la self. Dans ces conditions, il serait non seulement possible de réaliser des selfs plus petites mais aussi plus rapprochées. Les dispositifs étudiés reprennent deux motifs de référence C3\_4PBO espacés respectivement de 100  $\mu\text{m}$  et 40  $\mu\text{m}$  (figure IV-38).

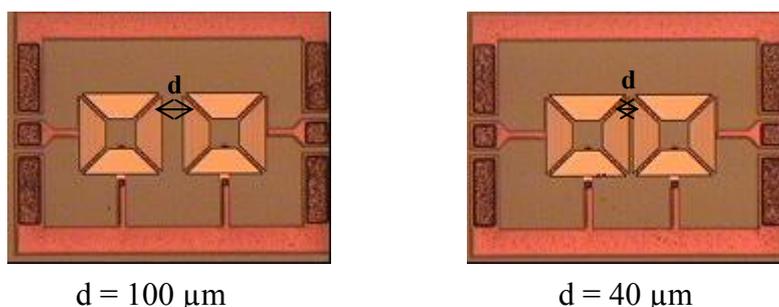


Figure IV-38 : Illustration du dispositif de mesure du «cross-talk» utilisant 2 bobines avec plans magnétiques séparées par 100  $\mu\text{m}$  (droite) et 40  $\mu\text{m}$  (à gauche).

Pour les selfs à air, l'atténuation du signal transmis passe de -21.4 dB à -19.6 dB lorsque la distance entre les bobines passe de 100  $\mu\text{m}$  à 40  $\mu\text{m}$ , soit un "cross talk" qui augmente d'environ 2 dB (figure IV-39). Ceci illustre la difficulté à laquelle se heurtent les industriels à augmenter la densité des inductances sur une surface donnée de silicium. En présence de plans magnétiques, l'atténuation du signal transmis entre les deux selfs est beaucoup plus importante avec un gain de - 2.1 dB à - 7.2 dB entre 1.5 et 4 GHz. Ainsi, il serait possible de rapprocher les selfs ferromagnétiques à moins de 40  $\mu\text{m}$  tout en conservant un "cross talk" faible (par exemple 2 dB) équivalent à celui des selfs à l'air espacées de 100  $\mu\text{m}$ . Une minimisation extrême du cross talk grâce à un gain maximal sur l'atténuation d'environ - 8.5 dB vers 5 GHz serait possible en utilisant le phénomène de résonance gyromagnétique mais dans ces conditions la bobine n'est plus utilisable en terme de facteur de qualité. On a donc potentiellement un gain sur les distances de proximité inter selfs de plus de 60 % associé à un gain sur la surface même des selfs d'environ 30 %. Ces avantages cumulés pourraient être exploités dans le cadre du design de circuits RF de haute compacité sous réserve d'un compromis satisfaisant sur la fréquence de FMR.

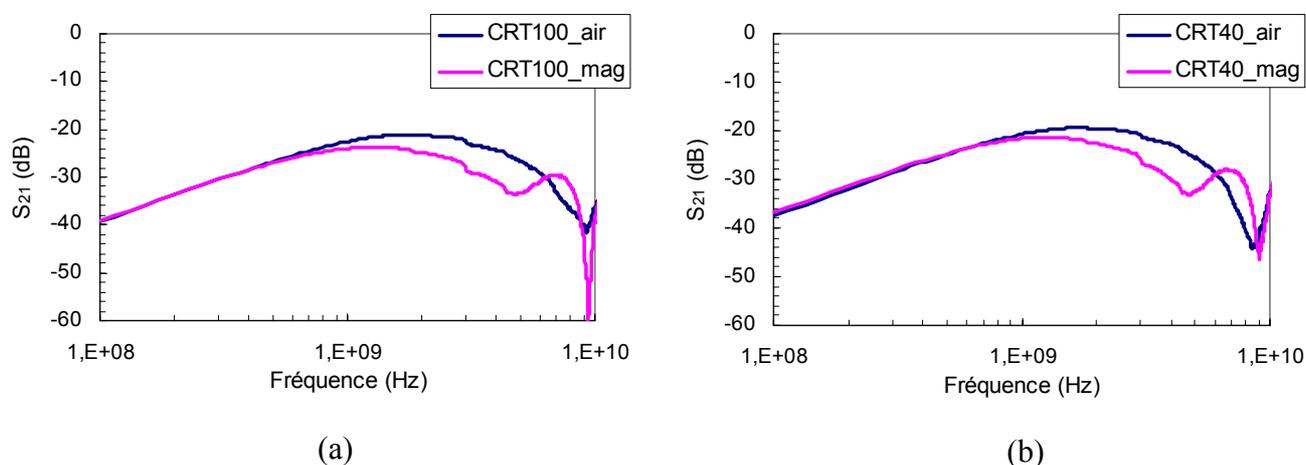


Figure IV-39 : Mesures du paramètre  $S_{21}$  (transmission) pour les systèmes "cross talk" composés de 2 bobines C34PBO, séparées respectivement par 100  $\mu\text{m}$  (a) et 40  $\mu\text{m}$  (b).

### 3.3 Interprétation du caractère bidirectionnel

Un résultat particulièrement avantageux pour l'orientation industrielle du projet consiste en l'obtention du caractère bidirectionnel des plans magnétiques avec un seul dépôt. En terme de gain sur l'inductance, le potentiel de la structure que l'on propose est maximal puisque 100 % de l'excitation planaire de la self est amplifiable par le biais de la perméabilité. Cette dernière résulte d'un compromis sur la fréquence de résonance ferromagnétique des plans vis à vis du facteur de qualité. Insistons sur le fait que la FMR est parfaitement ajustable, y compris dans le cas du dépôt unique, jusqu'à plus de 10 GHz par l'effet dominant des champs démagnétisants. Ces avantages reposent sur un effet spontané de renversement à  $90^\circ$  de l'aimantation selon la grande longueur des trapèzes. Nous allons essayer ici de mieux établir le contexte dans lequel la direction de l'aimantation s'aligne selon la plus grande longueur du motif et tenter d'en identifier la ou les causes qui en sont responsables. Nous allons émettre plusieurs hypothèses que nous essaierons de confirmer ou infirmer.

### 3.3.1 Observation de la structure en domaines

Rappelons que cet effet a lieu uniquement avec le matériau lamellé à l'intérieur duquel l'aimantation se reboucle par "edge curling". Aucun renversement d'aimantation n'a été observé avec une monocouche quel que soit le facteur de forme (figure IV-40 (a)) (même pour le cas 3F). Ces deux comportements distincts sont illustrés sur les images suivantes qui montrent les structures en domaines magnétiques correspondantes (microscope à effet Kerr). Afin de visualiser la direction résultante de l'aimantation dans le cas du laminé (qui est par définition monodomaine donc sans contraste apparent), nous avons volontairement dégradé l'état rémanent par application d'un champ de bias (figure IV-40 (b)).

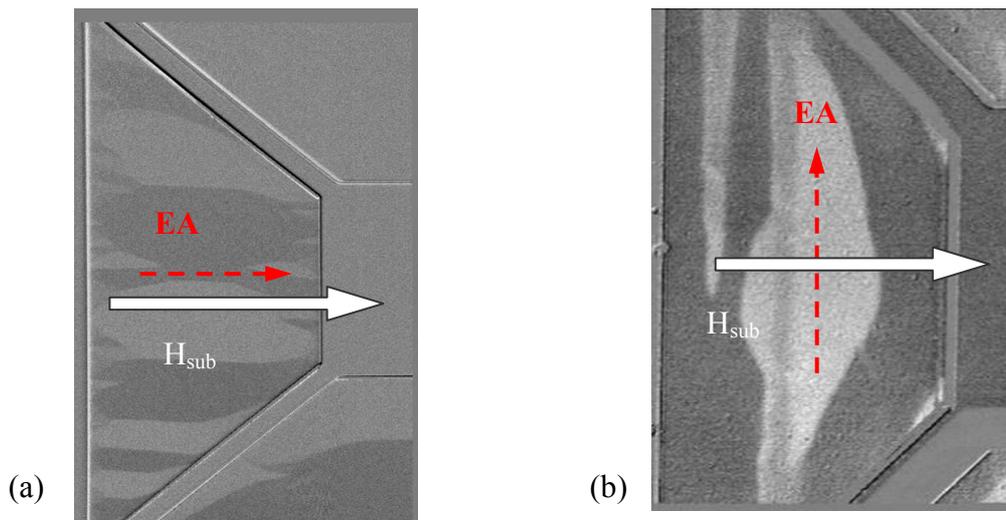


Figure IV-40 : Images au microscope à effet Kerr des structures en domaine d'un des deux trapèze MO correspondant respectivement aux cas (a) d'un dépôt monocouche de FeHfN 100 nm et (b) du dépôt laminé  $[\text{FeHfN}_{100\text{ nm}} / \text{SiO}_2_{50\text{ nm}}] \times 10$ .

### 3.3.2 Effet de la géométrie à fermeture de flux

Etant donné la configuration particulière des quatre plans magnétiques, on pourrait supposer qu'il existe un couplage magnétostatique macroscopique entre les trapèzes adjacents conduisant à une fermeture naturelle de flux magnétique qui pourrait correspondre à une configuration d'énergie minimale (figure IV-41). Ce couplage pourrait favoriser le renversement de l'aimantation originale dans les deux plans initialement mal orientés (notés 2 et 4 sur la figure).

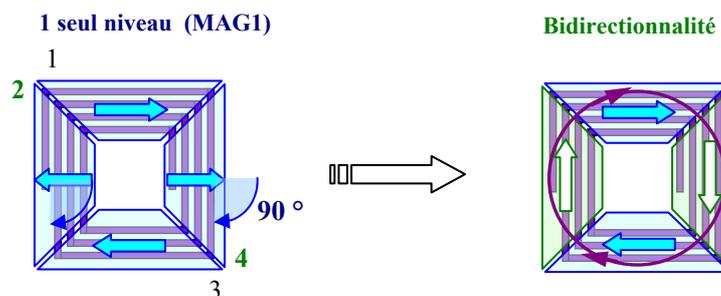


Figure IV-41 : Illustration de l'hypothèse d'un renversement de l'aimantation des plans magnétiques 2 et 4 par couplage magnétostatique des 4 plans pour obtenir une configuration à fermeture de flux.

Afin de valider cette hypothèse, nous avons comparé les résultats électriques pour différentes configurations ne possédant que deux plans magnétiques (notés 1 et 3). Ce cas de figure exclue a priori la possibilité d'une fermeture naturelle du flux. Les deux plans ne devraient donc subir aucune modification par rapport à leurs états d'aimantation respectifs figés lors du dépôt. Les configurations correspondent à : 2P\_BO, 2P\_45° et 2P\_MO (figure IV-42).

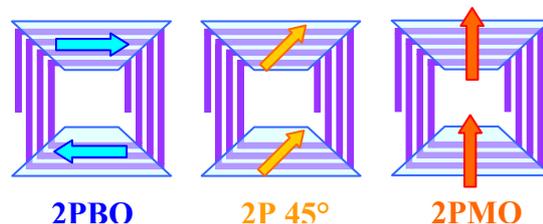


Figure IV-42 : Schéma illustrant les différentes orientations magnétiques initiales pour deux plans.

Les résultats électriques ont montré un gain sur L quasi identique pour les trois configurations de l'ordre de 15 % (soit 50 % du gain obtenu avec la structure optimale 4P\_BO) ainsi que des facteurs de qualités très similaires ( $Q_{\max} \sim 13$  à 1.6 GHz). Ceci indique clairement que les trois configurations sont fonctionnelles alors que seul la première (2P\_BO) aurait dû l'être. Le renversement des plans (MO) est donc dissocié de l'hypothèse d'un couplage magnétostatique spécifique à la configuration à quatre plans. Le caractère intrinsèque de cette rotation a été confirmé sur un plan isolé par observation au MOKE. Ainsi la configuration de fermeture de flux n'est pas décisive dans la rotation de l'aimantation initiale.

### 3.3.3 Effets magnétoélastiques

Une différence possible entre matériaux laminés et simple couche, à rapprocher des comportements observés sur l'aimantation, pourrait concerner les effets magnétoélastiques. Cette différence peut se justifier des points de vue de la magnétostriction et des contraintes qui sont dépendantes de la nature du matériau (laminé ou non) et des bilans thermiques qui sont différents comme on l'a vu. Nous avons d'abord constaté que la magnétostriction mesurée pour la version lamellée avec 10 couches de FeHfN (1  $\mu\text{m}$ ) est du même ordre de grandeur que celle d'une seule couche (0.1  $\mu\text{m}$ ), c'est à dire environ  $\lambda_S \sim 18 \cdot 10^{-6}$ . Les contraintes estimées à partir de la mesure de la flèche du substrat ont été évaluées en fonction du nombre de couches pour la version laminée (figure IV-43). Les résultats indiquent que la contrainte pour une seule couche de FeHfN est d'abord fortement compressive puis diminue graduellement en fonction du nombre de couches pour se stabiliser à une valeur toujours compressive mais deux fois moins importante au bout de quatre à cinq couches. Cette diminution résulte vraisemblablement d'un accommodement aux interfaces des contraintes respectives au FeHfN et au SiO<sub>2</sub> qui, dans la version "PECVD BT" que l'on utilise ici, est en tension.

Dans ces conditions, l'énergie magnétoélastique pour le matériau laminé est de l'ordre de  $-1.1 \cdot 10^5 \text{ erg/cm}^3$ , c'est à dire deux fois moins que pour le matériau monocouche ( $-2.2 \cdot 10^5 \text{ erg/cm}^3$ ). Il est donc peu probable que le renversement de l'aimantation dans le cas de la version lamellée ait pour origine une contribution magnétoélastique.

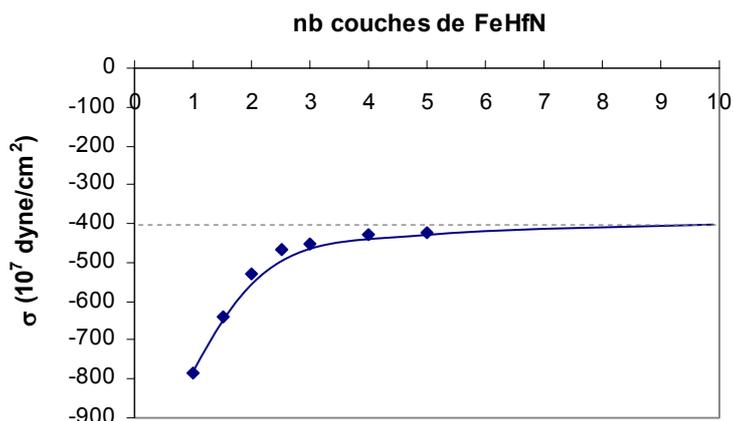


Figure IV-43 : Contrainte  $\sigma$  en fonction du nombre de bicouches  $[FeHfN_{100\text{nm}} / SiO_2_{50\text{nm}}]$  déposées.

### 3.3.4 Effets de contributions spécifiques à l'ECW

Les précédents constats nous poussent donc à reconsidérer les aspects spécifiques à l'ECW qui différencient le matériau couplé de la simple couche. Les considérations du début nous ont amenés à définir des conditions sur les épaisseurs respectives de FeHfN et de SiO<sub>2</sub> permettant de sécuriser un état monodomaine en axe facile pour un motif de forme rectangulaire de 50  $\mu\text{m}$  de largeur et une épaisseur de SiO<sub>2</sub> de 100 nm ou 50  $\mu\text{m}$ . Dans notre cas, les motifs sont des trapèzes ou des quarts de disque de 95  $\mu\text{m}$  de large. Nous avons donc raffiné ces estimations en considérant ici une épaisseur de SiO<sub>2</sub> de 50 nm et une largeur moyenne du motif de 60  $\mu\text{m}$ . Cette dernière est plus représentative de la forme du plan magnétique et devrait s'avérer plus sévère vis à vis du critère des énergies. Les résultats réévalués sont présentés sur la figure IV-44. L'énergie de l'état couplé en HA, qui correspondrait effectivement à la situation du renversement de la direction de l'aimantation, reste toujours très élevée par rapport notamment à l'état couplé en EA ne pouvant pas par conséquent expliquer l'effet observé. Nous avons rajouté l'énergie DP définie sur la figure IV-45, qui correspond à la structure en domaines ultime (configuration en losanges) avant basculement dans un état en domaine de fermeture selon l'axe difficile.

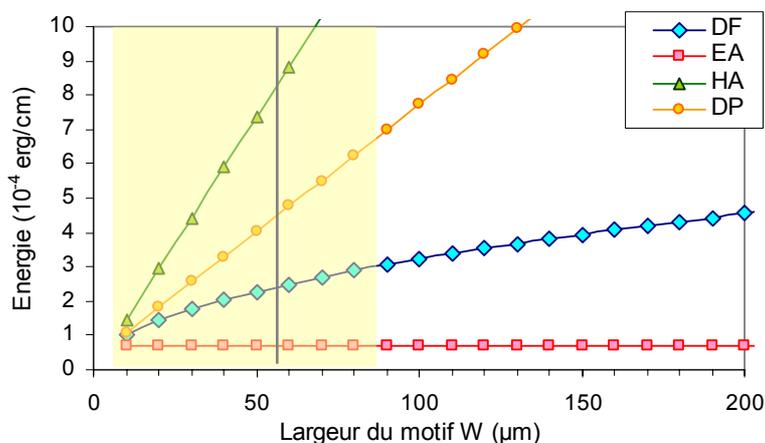


Figure IV-44 : Energie des différentes configurations : couplées (EA, HA) et non couplée (DF, DP), en fonction de la largeur du motif  $W$  pour des épaisseurs respectives de FeHfN et de SiO<sub>2</sub> de 100 nm et 50 nm.

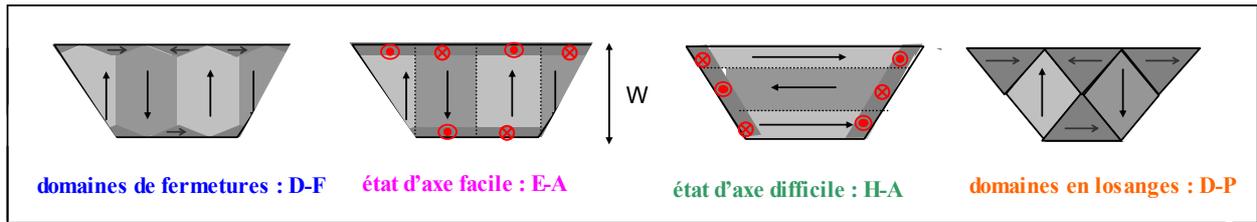


Figure IV-45 : Configurations d'aimantation en domaines de fermeture (a), en axe facile (b), en axe difficile (c) et avec des domaines en losanges (d).

Pour affiner cette discussion, un certain nombre de contributions secondaires doivent être prises en compte comme suggérées par J.C. Slonczewski dans [1] :

### a) Effet du nombre de couches FeHfN couplées

La base des calculs précédents repose sur un simple bicouche de FeHfN dont le couplage s'établit de façon symétrique de part et d'autre de l'isolant qui les sépare (figure IV-46 (a)). Le matériau laminé est composé d'une succession de couches de FeHfN séparées deux à deux par la couche d'isolant, ce qui rompt la symétrie du couplage (figure IV-46 (b)). En effet, dans ces conditions, les aimantations des couches  $n-1$  et  $n+1$  se rebouclent dans le même sens dans l'épaisseur de la couche médiane  $n$ , ce qui revient à ne prendre en compte qu'une couche d'isolant sur deux. Les calculs d'énergie ont donc été réévalués dans ces conditions et toujours pour un motif de  $60 \mu\text{m}$  l'aimantation se répartit selon la configuration en Axe Facile (figure IV-47).

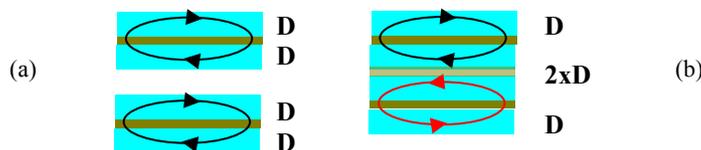


Figure IV-46 : Principe du bouclage de flux d'un laminé avec deux (a) et plus de deux (b) couches magnétiques

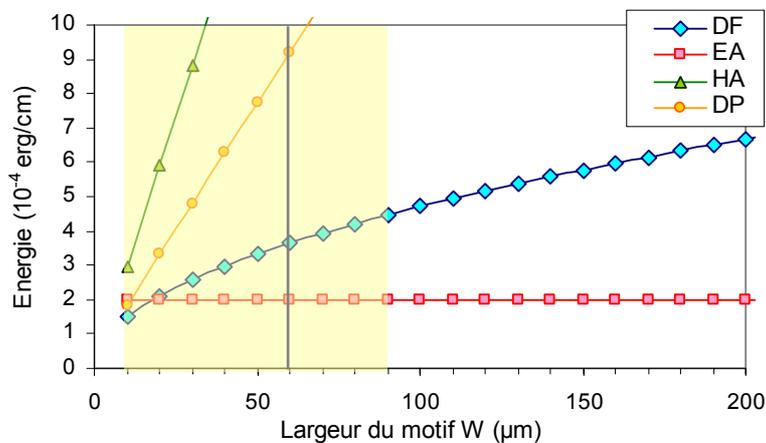


Figure IV-47 : Energie des différentes configurations : couplées (EA, HA) et non couplée (DF, DP), en fonction de la largeur du motif  $W$  pour des épaisseurs respectives de FeHfN et de  $\text{SiO}_2$  de 200 nm et 50 nm.

Puisque l'on considère une épaisseur de FeHfN deux fois plus importante, on retrouve bien des conditions légèrement moins favorables au couplage qui se traduisent par une augmentation de l'énergie EA. Cette dernière reste cependant encore très largement en dessous de celle de l'état HA, ce qui ne peut expliquer ici non plus le renversement d'aimantation observé. On peut noter que l'on se rapproche de la frontière EA/ DF, ce qui indique une tendance à former des domaines de fermeture.

### b) Effets de fluctuation d'épaisseur

On peut avoir des fluctuations d'épaisseurs déposées de l'ordre au maximum de 15 %. Nous rajoutons cette possibilité aux calculs précédents en considérant l'aspect le plus défavorable avec une épaisseur de 115 nm pour la couche de FeHfN (soit 230 nm à cause du couplage) et de 55 nm pour celle de SiO<sub>2</sub>. Ces conditions s'ajoutent aux précédentes également au sens d'un couplage magnétostatique affaibli mais la valeur de l'énergie EA bien qu'augmentée reste toujours trop faible devant celle de l'état HA pour justifier le renversement (figure IV-48). Les domaines de fermeture deviennent par contre de plus en plus probables.

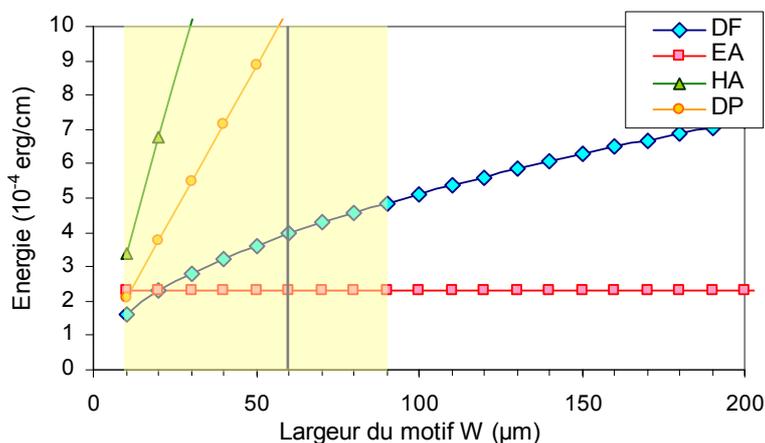


Figure IV-48 : Energie des différentes configurations : couplées (EA, HA) et non couplée (DF), en fonction de la largeur du motif  $W$  pour des épaisseurs respectives de FeHfN et de SiO<sub>2</sub> de 230 nm et 45 nm.

### c) Effet de l'anisotropie perpendiculaire

L'anisotropie perpendiculaire qui peut être présente dans les films magnétiques minces pour des raisons magnétoélastiques ou structurales doit être prise en compte dans le calcul de l'ECW car elle joue directement sur la capacité de bouclage de l'aimantation hors plan de la couche. Comme on l'on a vu, le FeHfN est le siège d'une contribution non négligeable d'une anisotropie perpendiculaire qui limite notamment l'épaisseur critique. A priori, elle devrait favoriser l'aimantation à se boucler plus facilement à travers l'épaisseur, ce qui revient en équivalence énergétique à pouvoir augmenter l'épaisseur de FeHfN ou de SiO<sub>2</sub> puisque le couplage magnétostatique est naturellement facilité. Le calcul est fait ici en tenant compte de cet effet y compris avec l'ensemble des remarques précédentes (figure IV-49). Comme on pouvait s'y attendre, l'énergie EA est ici favorablement abaissée, allant totalement à l'encontre de l'explication du renversement de l'aimantation que l'on cherche à établir.

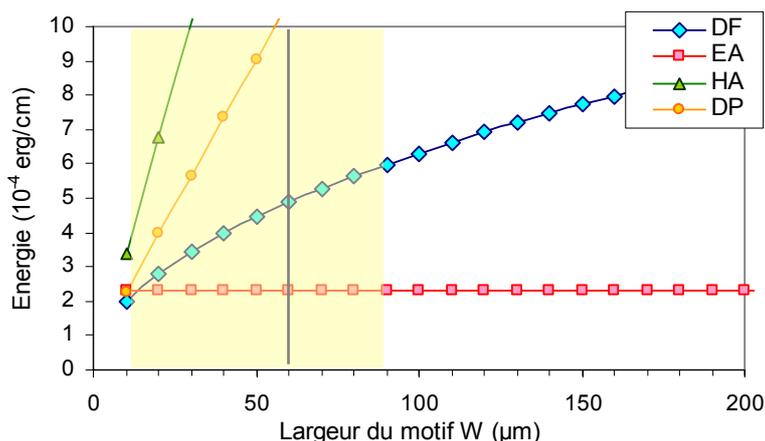


Figure IV-49 : Energie des différentes configurations : couplées (EA, HA) et non couplée (DF), en fonction de la largeur du motif  $W$  pour des épaisseurs respectives de FeHfN et de SiO<sub>2</sub> de 230 nm et 45 nm. Le calcul tient compte ici de l'anisotropie perpendiculaire

#### d) Effet de réduction de l'anisotropie induite

Un des seuls effets véritablement défavorables au couplage pourrait concerner l'anisotropie induite ( $H_k$ ). On a montré que cette dernière est effectivement sensible aux conditions de température du fait de la diffusion facile de l'azote. Bien qu'il n'y ait pas de signes révélateurs en lien avec l'optimisation des bilans thermiques, supposons que  $H_k$  soit réduit de 20 Oe à 5 Oe pour le matériau laminé après procédé complet.

En réévaluant les énergies respectives pour un  $H_k$  de 5 Oe et en incluant les remarques précédentes, toutes les énergies sont réduites. La configuration de l'aimantation en HA est favorisée pour un motif de largeur inférieure à 15 μm mais pour de plus grandes largeurs, le système reste dans l'état EA (figure IV-50). On pourrait penser alors que les effets de bords extrêmes des trapèzes qui mettent en jeu de très faibles largeurs pourraient être responsables du renversement global de l'aimantation qui démarrerait d'abord aux niveaux des pointes des motifs.

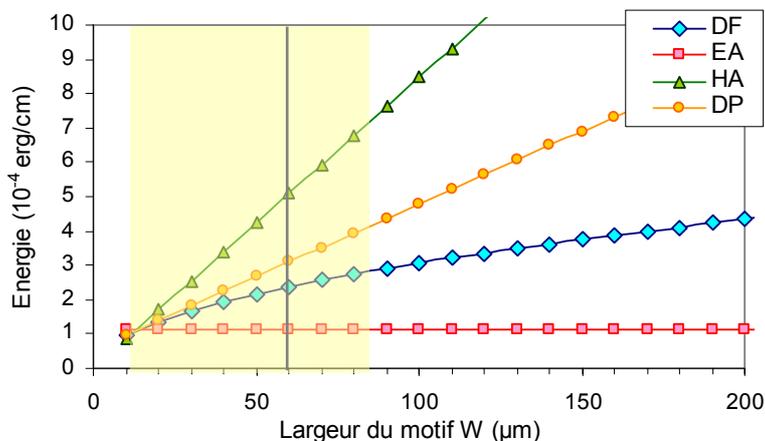


Figure IV-50 : Energie des différentes configurations : couplées (EA, HA) et non couplée (DF), en fonction de la largeur du motif  $W$  pour des épaisseurs respectives de FeHfN et de SiO<sub>2</sub> de 230 nm et 45 nm. Le calcul tient compte ici d'une réduction de  $H_k$  de 20 Oe à 5 Oe ainsi que de l'anisotropie perpendiculaire.

### 3.3.5 Conclusion

Nous n'avons pas d'explication unique et concluante à l'effet spontané du renversement de l'aimantation dans les plans magnétiques dits "mal orientés" avec le matériau laminé que nous avons utilisé. Un cumul d'effets secondaires (notamment la réduction de  $H_k$ ) semble aller dans le sens de conditions susceptibles à ce renversement. Des simulations micromagnétiques pour la compréhension de l'état d'équilibre en fonction des géométries spécifiques que l'on a (facteur de forme  $> 2$ , effets de pointes ...) pourraient être judicieuses mais ce type de calculs reste encore incompatible avec les dimensions qui nous concernent. Bien qu'il ne soit pas pleinement satisfaisant de ne pas connaître les causes exactes à cet effet, il en demeure néanmoins parfaitement maîtrisé et reproductible, du moins dans le contexte qui a été le nôtre. En ce sens, il s'avère une condition particulièrement avantageuse à une fabrication simplifiée et donc moins coûteuse d'une structure de plans magnétiques à efficacité optimale vis à vis des spirales, grâce à ce caractère bidirectionnel obtenu avec un seul dépôt magnétique. Au delà de ce travail, il serait intéressant de voir si cet effet a un caractère plus universel en utilisant par exemple d'autres matériaux laminés et couplés sur la base des géométries que nous avons montrées et qui couvrent déjà un choix relativement large.

## 4 Conclusion

L'objectif stratégique de cette partie visait une démonstration de fonctionnalité du concept des plans magnétiques continus (Solid Magnetic Planes) déposés au dessus d'une inductance spirale. Celui-ci a été parfaitement rempli permettant d'alimenter le volet consacré à la simulation auquel le chapitre 5 sera consacré et qui reposait avant tout sur l'exploitation de résultats électriques expérimentaux. Afin de répondre à cet objectif, le choix pour l'intégration s'est porté sur la version résistive laminée utilisant la composition  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  retenue à l'issue du chapitre 2. Les versions résistives granulaires FeHfNO vues au chapitre 3 bénéficiaient d'une maturité moins grande.

En parallèle, nous avons un objectif chiffré qui correspondait à un gain d'inductance d'au moins 30 %. Celui-là a été également parfaitement réalisé en respectant la contrainte imposée d'une fréquence de résonance ferromagnétique environ 3 fois plus grande que la fréquence de fonctionnement de la self de référence, soit aux alentours de 6 GHz. De plus, nous avons montré qu'avec des conditions particulières de fractionnement, nous pouvions l'étendre jusqu'à plus de 10 GHz. L'utilisation d'une couche magnétique à forte aimantation, d'épaisseur équivalente à 1  $\mu\text{m}$  et de résistivité apparente élevée (ici grâce au laminage) a donc totalement prouvé sa pertinence. Elle a permis également de mettre en évidence un effet très avantageux et non attendu qui consiste en la possibilité de conférer aux quatre plans magnétiques un caractère bidirectionnel aux sens de la perméabilité et de la résonance ferromagnétique avec une seule étape de dépôt. De plus, cet avantage reste compatible avec un grand nombre de géométries, ce qui le rend très versatile pour la conception de circuits RF industriels.

Pour résumer les points clé de ce travail, la première étape a montré l'équivalence en termes de propriétés magnétiques à haute fréquence d'un empilement lamellé d'épaisseur magnétique cumulée de 1  $\mu\text{m}$  avec la couche unitaire de FeHfN optimisée d'épaisseur 0.1  $\mu\text{m}$ . Le matériau est constitué de dix bicouches de  $[\text{FeHfN}_{100\text{nm}} / \text{SiO}_2_{50\text{nm}}]$  avec un  $\text{SiO}_2$  approprié (PECVD basse température) afin de minimiser le bilan thermique. La seconde étape a permis de démontrer son intégration avec succès dans les architectures RF avec une technologie AIC appropriée. La troisième étape a reposé sur les résultats des tests RF qui ont d'abord confirmé les orientations prises pour la conception des dispositifs au sens d'une très faible limitation des effets dissipatifs autres que magnétiques en fonction de la fréquence (courants induits indécélables, effets capacitifs marginaux jusqu'à plus de 10 GHz, effets substrat totalement minimisés). Les résultats ont ensuite montré un gain moyen sur l'inductance représentatif d'environ 32 % avec des facteurs de qualité de l'ordre de 10 autour de 1 à 1.5 GHz. A ce stade, un constat mitigé a pu être établi avec des facteurs de qualité dégradés par rapport à ceux des selfs de référence dans une proportion a priori non adéquate avec les valeurs élevées des fréquences de résonance ferromagnétiques atteintes. Une analyse plus fine pour laquelle, fréquences de fonctionnement des selfs et fréquences de FMR ont pu être combinées, a montré que Q augmente seulement à basse à basse fréquence ( $\ll 1$  GHz) dans un rapport équivalent au gain sur l'inductance. Au delà, la contribution des plans magnétiques semble beaucoup plus importante vis à vis de la génération de pertes que du gain sur L, ce qui, à 1 GHz par exemple, n'est pas compatible avec une simple contribution des pertes gyromagnétiques ( $\mu''$ ) du fait de fréquences de FMR à plus de 6 GHz. Ce constat a permis d'établir l'hypothèse d'une contribution de pertes en excès dont l'origine serait l'amplification des effets de proximité liée au confinement du flux magnétique autour des spires. Les inductances spirales sont naturellement le siège de ces effets dans l'air mais dans des proportions tout à fait secondaires.

Si à ce stade la problématique du facteur de qualité reste posée (nous chercherons à y répondre au chapitre 5), la démonstration du potentiel de gain sur l'inductance d'une spirale est établie, ouvrant la possibilité à un redimensionnement effectif des inductances de départ pour une plus grande compacité. A cette idée s'ajoute aussi la possibilité de rapprocher plus encore ces inductances du fait de la réduction naturelle du "cross talk" entre bobines avec l'utilisation des plans magnétiques. Nous allons maintenant essayer de trouver les limites hautes à ce potentiel de compacité en investiguant des scenarii complémentaires par simulation.

## Références

- [1] J. C. Slonczewski, B. Petek, B. E. Argyle, “Micromagnetics of laminated permalloy Films”, IEEE Trans. Mag., **24**, (3), pp. 2045-2053, (1988).
- [2] K. Sin, C.-T. Wang, S. X. Wang, B. M. Clemens, “Effects of lamination on soft magnetic properties of FeN films on sloping surfaces”, J. Appl. Phys., **81**, (8), pp. 4507-4509, (1997).
- [3] N. Smith, “Dynamic domain model for magnetic thin films”, IEEE Trans. Mag., **27**, (2), pp. 729-741, (1991).
- [4] R. Hida, “Etude du comportement dynamique de la perméabilité magnétique de microstructures élémentaires et de circuits fermés réalisés à partir de couches ferromagnétiques douces”, Thèse Alditech / CEA-Leti, (2004).
- [5] H. T. Kim, S. J. Kim, S. H. Han, H. J. Kim, I. K. Kang, “Soft magnetic properties of permalloy multilayered films with ceramic intermediate layers”, IEEE Trans. Mag., **31**, (6), pp. 4100-4102, (1995).
- [6] B. Viala, A.-S. Royet, R. Cuchet, M. Aïd, P. Gaud, M. Ledieu, O. Acher, “RF planar ferromagnetic inductors on silicon”, IEEE Trans. Mag., **40**, (4), pp. 1999-2001, (2004).
- [7] M. Yamaguchi, K. Suezawa, M. Baba, K. I. Arai, Y. Shimada, S. Tanabe, K. Itoh, “Application of bi-directional thin-film micro wire array to RF integrated spiral inductors”, IEEE Trans. Mag., **36**, (5), pp. 3514-3517, (2000).
- [8] S. S. Mohan, M. Hershenson, S. P. Boyd, T. H. Lee, “Simple Accurate Expressions for planar Spiral Inductances”, IEEE Journal of Solid-State circuits, **34**, (10), pp. , (1999).
- [9] W. B. Kuhn, N. M. Ibrahim, “Analysis of current crowding effects in multiturn spiral inductors”, IEEE Trans. Microwave Theory Techn., **49**, (1), pp. 31-38, (2001).
- [10] B. Viala, “Estimations des champs démagnétisants et calcul des spectres de perméabilités magnétiques pour exploitation sur simulateurs 3D-HF”, Rapport interne, diffusé le 20/06/03.





静さや  
落葉をありく  
鳥の音

立志

Silence  
Le bruit d'un oiseau  
Sautillant sur les feuilles mortes

Ryushi



# Chapitre 5 : Simulations d'inductances ferromagnétiques avec FeHfN et FeHfNO

<b>Introduction .....</b>	<b>270</b>
<b>1 Logiciels de simulation électromagnétique .....</b>	<b>271</b>
1.1 Présentation des logiciels .....	271
1.2 Les conditions de simulations.....	272
<b>2 Simulations réalisées avec le FeHfN optimisé.....</b>	<b>274</b>
2.1 Rappels des caractéristiques du film (FeHf) <sub>90</sub> N <sub>10</sub> .....	274
2.2 Validation pour la structure TOP .....	276
2.2.1 Comparaison des différentes simulations réalisées .....	276
2.2.2 Effet de l'épaisseur des plans .....	280
2.3 Evaluation de la structure SANDWICH.....	281
2.4 Effets de proximité .....	282
2.4.1 Démonstration de la limitation sur Q.....	283
2.4.2 Solutions d'amélioration pour Q.....	285
2.5 Etude du redimensionnement .....	287
2.6 Effet d'un substrat silicium à pertes.....	290
<b>3 Simulations utilisant la version granulaire FeHfNO .....</b>	<b>292</b>
3.1 Rappels des caractéristiques des films de FeHfNO.....	293
3.1 Effet du matériau granulaire FeHfNO et influence de « ε » .....	294
3.2 Comparaison FeHfN et FeHfNO en versions TOP et SANDWICH .....	295
<b>4 Conclusion.....</b>	<b>297</b>
<b>Références .....</b>	<b>298</b>

## **Introduction**

Ce chapitre est consacré aux résultats de simulation. Il s'agit d'une action intégrée au projet industriel qui a jalonné le cadre de la thèse. Les simulations ont été sous-traitées au groupe de conception et test RF du département DCIS du LETI et exploitées conjointement. Les paramètres d'entrée s'appuient notamment sur les caractéristiques physiques de différentes versions du matériau magnétique que nous venons de parcourir. La première partie est dédiée à la description des logiciels utilisés ainsi qu'aux conditions choisies pour les simulations. Puis, le comportement en fréquence du dispositif de référence (C34P\_BO) a été simulé et comparé avec les résultats de mesures présentés au chapitre 4. Une fois les paramètres de simulation ajustés sur les résultats de mesure, les simulations ont permis d'explorer le potentiel de la structure équivalente mais de type sandwich (avec plans magnétiques dessus et dessous la bobine). Ensuite, l'effet du redimensionnement des inductances a été simulé de façon à mieux quantifier les possibilités de gain sur la surface et d'un facteur de qualité au moins égal à celui de la self initiale. Puis, une partie à vocation plus exploratoire propose des solutions au problème des pertes en excès qui pénalise au premier ordre, le facteur de qualité comme nous venons de le voir et dont l'origine est supposée liée aux effets de proximité, ce que nous démontrerons. Ces solutions pourraient être envisagées à terme afin d'augmenter le facteur de qualité des selfs ferromagnétiques redimensionnées. Ensuite, un autre point explore le bénéfice que pourrait apporter les plans magnétiques utilisés cette fois sous la self dans l'optique d'un écrantage possible des effets substrat. Cet aspect sera étudié ici sur un substrat silicium à pertes, ce qui est représentatif d'une utilisation réelle sur des niveaux CMOS ou BICMOS, et cela dans le but d'offrir une éventuelle alternative aux plans de masse segmentés électriques (electrical patterned ground planes) actuellement utilisés. Enfin dans une dernière partie, des simulations ont été réalisées afin d'évaluer le potentiel de la version granulaire résistive du matériau (FeHfNO) qui n'a pas fait l'objet d'une intégration sur les dispositifs réels. L'influence des caractéristiques duales de ce matériau, à la fois diélectrique (à fort  $\epsilon$ ) et magnétique (à fort  $\mu$ ), sur le comportement de l'inductance a fait l'objet de vérifications. Un autre objectif important à cette partie a concerné l'effet de l'augmentation de la résistivité du matériau via la réduction de la distance d'isolation entre les plans magnétiques et l'inductance.

# 1 Logiciels de simulation électromagnétique

Un vaste travail préliminaire de simulations sur les bobines magnétiques RF a été réalisé au LETI/DCIS sur le logiciel commercial Ansoft HFSS et à l'IRCOM sur un logiciel interne plus « ouvert » GDNO [1], ce qui a permis un certain nombre de validations croisées à propos des méthodes respectives de calcul et de résolution. Précisons, qu'au démarrage de cette étude, nous ne bénéficions d'aucune expérience dans l'état de l'art, ni d'aucun support de la part des concepteurs de logiciels RF. La possibilité d'une utilisation de matériaux magnétiques à pertes et dépendant de la fréquence n'avait pas été abordée hors cas particulier des ferrites pour les circulateurs, par exemple, mais dont on suppose le comportement indépendant de la fréquence dans la gamme de travail. L'introduction sous forme d'un « paramétrage matériau » du modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert intrinsèque et la prise en compte des effets démagnétisants a donc constitué l'essentiel des validations préliminaires.

## 1.1 Présentation des logiciels

Ce sont des logiciels de simulation électromagnétique fréquentielle 3D basés sur la résolution des équations de Maxwell par la méthode des éléments finis. Le code consiste à discrétiser le volume à traiter en éléments simples (tétraèdres) et pour différents points de ces tétraèdres (sommets, points sur les arêtes), il résout les équations. Ces logiciels permettent de définir des matériaux anisotropes en rentrant les termes diagonaux des tenseurs et d'assigner une dépendance fréquentielle pour chacune des propriétés matériaux (perméabilité, permittivité, pertes électriques et magnétiques, conductivité.....). Ainsi, les résultats de simulations présentés dans ce chapitre prennent en compte la dépendance en fréquence de la perméabilité complexe ( $\mu'$  et  $\mu''$ ) du matériau considéré. Lorsque la géométrie à simuler est définie et les différents matériaux intervenant dans cette structure affectés de leurs paramètres propres, les conditions aux limites sont établies. L'excitation de la structure est générée sous la forme d'une onde plane transmise d'un port à l'autre. Pour appliquer cette onde, une surface fermée matérialisant la fenêtre d'excitation est dessinée. Elle correspond aux plans d'entrée et de sortie de la structure (figure V-1). La finesse avec laquelle le logiciel doit effectuer le maillage de la géométrie, est fixée puis la gamme de fréquence et le nombre de points fréquentiels sont précisés.

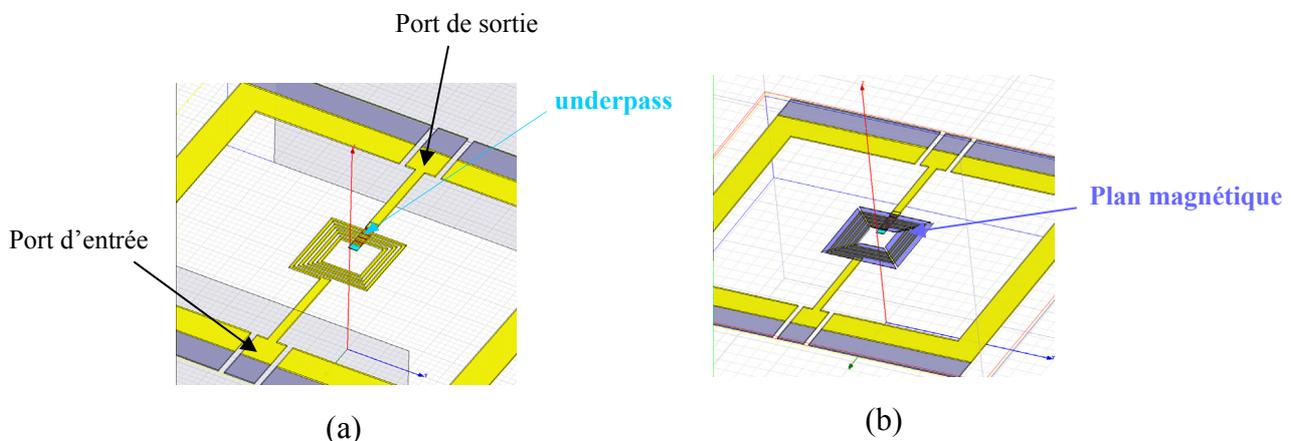


Figure V-1 : Schéma de l'inductance de référence C3\_air (a) et C3\_4PBO (b) simulée par HFSS

## 1.2 Les conditions de simulations

Les conditions de simulations sont les suivantes :

1) Concernant l'inductance (figure V-2) :

- Matériau : Cu de conductivité  $\sigma = 4.5 \cdot 10^7$  S/m
- Type de propagation : transmission coplanaire deux ports
- Géométrie : planaire carrée 3.5 tours
- Diamètre extérieur :  $260 \mu\text{m}$
- Largeur de piste :  $W = 10 \mu\text{m}$
- Inter-spire :  $S = 10 \mu\text{m}$
- Epaisseur :  $e = 5 \mu\text{m}$
- Underpass en Cu :  $e = 1 \mu\text{m}$

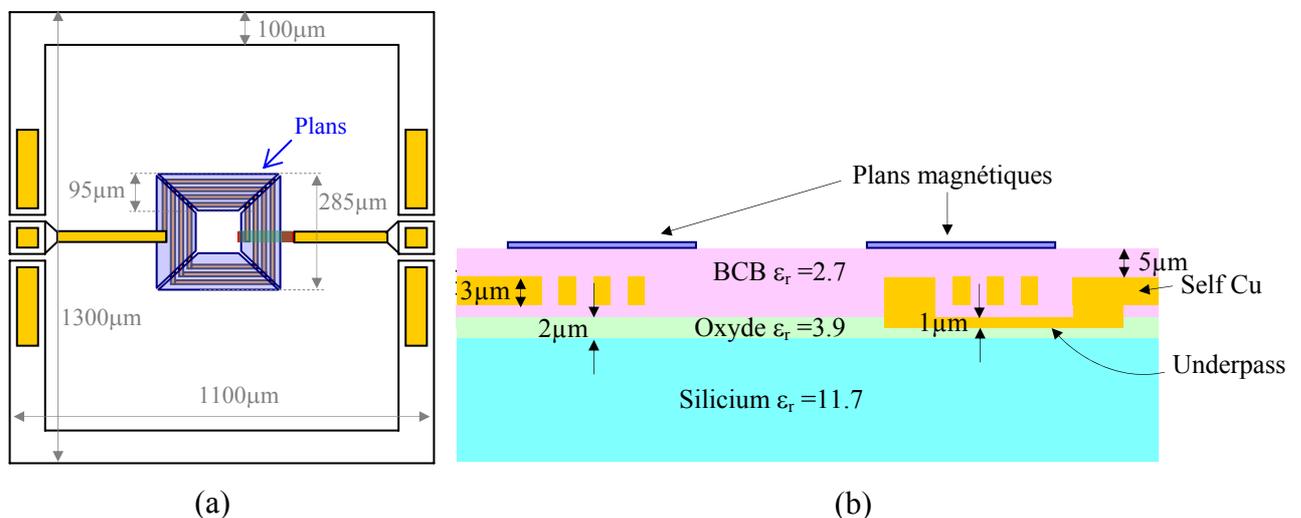


Figure V-2 : Dimensionnement de l'inductance avec ports d'accès et plans magnétiques (a) et coupe transversale de la structure (b).

2) Concernant le plan magnétique (figure V-2) :

- Matériau : FeHfN ou FeHfNO « massif\* »
- Forme : 2 ou 4 plans trapézoïdaux bien orientés et non fractionnés (type 1F)
- Configurations : TOP ou SANDWICH
- Epaisseur :  $e_{\text{mag}} \sim 0.5 \mu\text{m}$ ,  $1 \mu\text{m}$  ou  $2 \mu\text{m}$
- Distance inductance / plan magnétique :  $\text{gap} \sim 5 \mu\text{m}$  pour le FeHfN  
 $\text{gap} \sim 1 \mu\text{m}$  pour le FeHfNO
- Plans magnétiques avec directions d'aimantation appropriées (type BO) assurant 100% d'excitation (figure V-3)
- Paramétrage de  $\mu'$  et  $\mu''$  à partir du modèle exact de LLG établi au préalable pour chaque matériau

Comme on l'a vu au chapitre 4, le matériau magnétique final se présentera le plus souvent sous forme d'un empilement répété des couches magnétiques qui doivent respecter une épaisseur modérée ( $\sim 100$  nm) et alternées par des couches isolantes ( $\text{SiO}_2$ ) de faible épaisseur ( $\sim 50$  nm) lorsque la contrainte sur la résistivité l'impose. Cette structure, de part les épaisseurs excessivement faibles au regard des autres dimensions mises en jeu pour le dispositif est incompatible en terme de capacité de maillage et ne peut pas être simulée telle

quelle. Pour simplifier, le multicouche sera défini comme un matériau homogène (massif\*) avec une conductivité apparente, nommée  $\sigma^*$ . Cette conductivité apparente est évaluée à partir de la conductivité d'une couche unitaire (soit de FeHfN ou de FeHfNO) en gardant identique le rapport épaisseur de peau sur épaisseur de couche ( $\delta/e$ ) lors du passage de la couche élémentaire (0.1  $\mu\text{m}$  par exemple) à une couche plus épaisse monobloc (1  $\mu\text{m}$  par exemple) comme illustrée sur la figure V-4. L'épaisseur de peau est définie par :

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\mu_0 \mu \pi f}} = \frac{1}{\sqrt{\sigma} \sqrt{\mu_0 \mu \pi f}} \quad (\text{V-1})$$

Comme  $\delta$  est proportionnelle à la racine de  $\rho$ , par exemple pour un empilement dix couches de FeHfN, à 1 GHz, l'épaisseur de peau pour une seule couche de 100 nm de FeHfN est de  $\sim 535$  nm ( $\rho = 120 \mu\Omega.\text{cm}$ ,  $\sigma = 8,5 \cdot 10^5 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$ ) et donc pour une couche monobloc de 1  $\mu\text{m}$  l'épaisseur de peau est donc dix fois plus grande (5,35  $\mu\text{m}$ ) donc la conductivité est cent fois plus faible et vaut de l'ordre de  $8,5 \cdot 10^3 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$ .

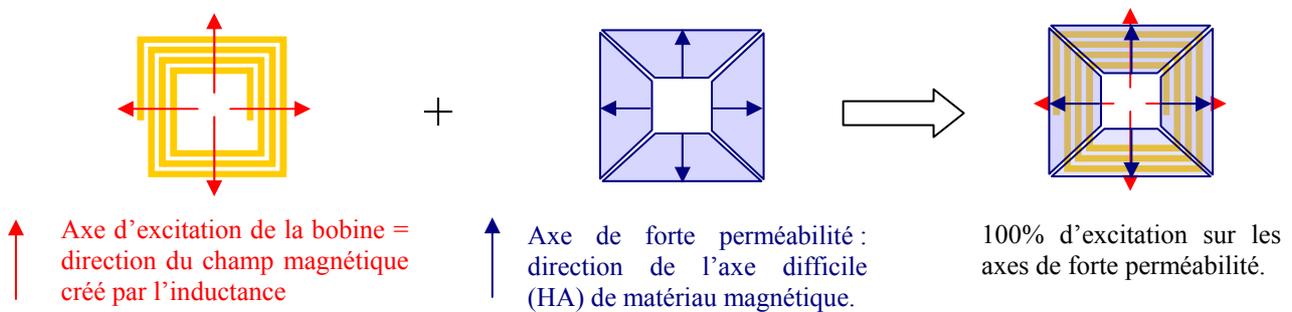


Figure V-3 : Schéma rappelant le principe de la spirale avec plans magnétiques bien orientés utilisant 100 % de l'excitation planaire

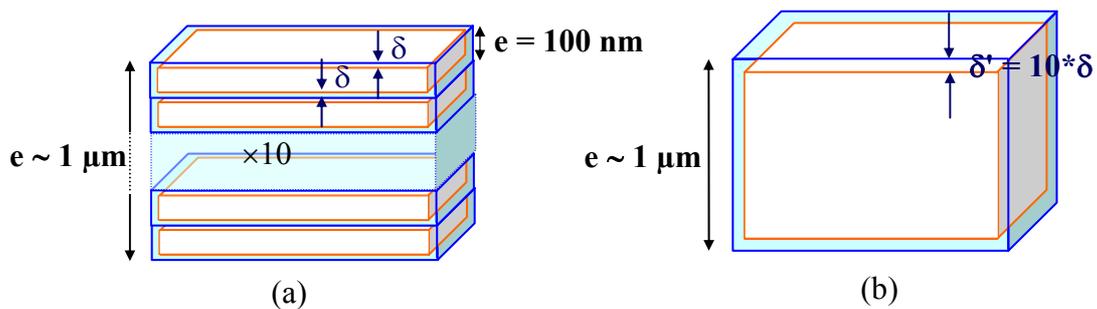


Figure V-4 : Schéma illustrant le principe de la résistivité (ou conductivité) apparente pour un matériau massif représentatif d'une couche laminée de même épaisseur totale

La majorité des simulations ont été réalisées en considérant un substrat silicium hautement résistif HR ( $\sigma = 0.1 \text{ S/m}$ ) puisque les dispositifs ont été élaborés sur ce type de substrat de façon à éviter les effets parasites et notamment les courants de Foucault induits dans le silicium. Cependant, les dernières simulations, plus proches de la réalité, ont été obtenues sur substrat silicium conducteur ( $\sigma = 0.1 \text{ S/m}$ ). Les différentes caractéristiques des matériaux utilisés pour ces simulations sont résumées dans le tableau V-1.

Matériau	Silicium HR	SiO <sub>2</sub>	BCB	Air	Cu	FeHfN	FeHfNO
Conductivité (S/m)	0.1	0	0	0	4.5 10 <sup>7</sup>	σ*	σ*
Permittivité	11.7	3.9	2.7	1.0006	1	1	1 ou 100
Perméabilité	1	1	1	~ 1	1	1000	500

Tableau V-1 : Caractéristiques des matériaux utilisés pour la simulation

Précisons également que les dispositifs simulés correspondent aux structures 2-ports complètes comme pour le test. Par contre, à la différence des mesures qui ont été corrigées à posteriori (de-embedding), les résultats de simulation ne le seront pas. Ce choix correspond principalement à une volonté de minimiser le temps consacré au traitement des données qui requiert en plus la simulation spécifique des motifs de de-embedding (SLOT). Ceci est au profit du temps consacré à la simulation de différentes configurations de dispositifs, d'autant plus que la durée d'une simulation est longue (de 4 à plus de 12 heures). Nous attirons donc l'attention du lecteur sur le fait qu'une comparaison directe entre les figures du chapitre 4 traitant de résultats corrigés et celles de ce chapitre n'est pas adéquate. Cette comparaison sera établie ici sur la base de résultats bruts dans un cadre plus restreint.

## **2 Simulations réalisées avec le FeHfN optimisé**

### **2.1 Rappels des caractéristiques du film (FeHf)<sub>90</sub>N<sub>10</sub>**

Nous rappelons que l'alliage de FeHfN, développé et optimisé pour cette étude, possède une très forte aimantation (~ 18,5 kG) et des propriétés magnétiques douces parfaitement maîtrisées, stables et reproductibles de part la microstructure hétérogène du film. Elle est composée, comme nous l'avons vu au chapitre 2, de nanograins FeXN ferromagnétiques cristallins dispersés dans une matrice amorphe, faiblement magnétique et riche en Hf et N donc assez résistive. La composition atomique optimale est (FeHf)<sub>90</sub>N<sub>10</sub> car elle correspond au meilleurs compromis entre forte aimantation, propriétés magnétiques douces et champ d'anisotropie H<sub>k</sub> maximal. La fréquence de résonance ferromagnétique FMR intrinsèque est ~ 1.9 GHz mais peut être repoussée jusqu'à 10 GHz grâce aux effets démagnétisants dus à la forme des plans magnétiques et à la forte aimantation du film. La résistivité moyenne d'une couche de 100 nm de (FeHf)<sub>90</sub>N<sub>10</sub> est d'environ 110 μΩ.cm ce qui permet de supprimer les limitations dues au courants de Foucault. Le tableau V-2 donne une synthèse des caractéristiques intrinsèques et effectives du matériau magnétique en fonction des épaisseurs utilisées et pour un motif de 95 μm de largeur, soit le motif de référence.

Caractéristiques FeHfN	Epaisseur 0.5 $\mu\text{m}$	Epaisseur 1 $\mu\text{m}$	Epaisseur 2 $\mu\text{m}$
$4\pi\text{Ms}$ (kG)	18.5	18.5	18.5
Hk (Oe)	20	20	20
Hd (Oe)	97	194	194
$\mu_{\text{int}}$ (Basse fréquence BF)	925	925	925
$\mu_{\text{eff}}$ BF	150	85	85
FMR <sub>int</sub> (GHz)	1.85	1.85	1.85
FMR <sub>eff</sub> (GHz)	4.4	5.9	5.9
$\alpha$ coefficient d'amortissement	0.012	0.012	0.012

Tableau V-2 : Caractéristiques intrinsèques et effectives pour un motif de FeHfN de 95  $\mu\text{m}$  de large.

Le spectre de perméabilité dynamique que l'on a choisi pour être représentatif du matériau et à partir duquel sont extraits pour chaque fréquence les valeurs de  $\mu'$  et  $\mu''$  qui paramètrons le simulateur est rappelé sur la figure V-5 qui suit.

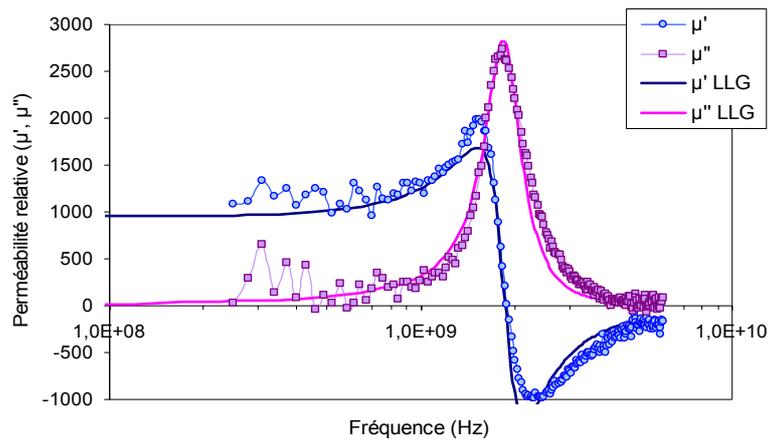


Figure V-5 : Spectres expérimental et théorique représentatifs du comportement du  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  optimisé.

Enfin, en fonction de l'empilement considéré (épaisseurs totales 0.5, 1 ou 2  $\mu\text{m}$ ), la valeur de la résistivité apparente (\*) est donnée dans le tableau V-3 ci-dessous.

Version	Epaisseur totale FeHfN ( $\mu\text{m}$ )	$\rho$ ( $\mu\Omega.\text{cm}$ )
$[\text{FeHfN}_{100\text{ nm}}/\text{SiO}_2_{50\text{ nm}}]$	0,1	110
$[\text{FeHfN}_{100\text{ nm}}/\text{SiO}_2_{50\text{ nm}}]^{\times 5}$	0,5	* 450
$[\text{FeHfN}_{100\text{ nm}}/\text{SiO}_2_{50\text{ nm}}]^{\times 10}$	1	* 1750
$[\text{FeHfN}_{100\text{ nm}}/\text{SiO}_2_{50\text{ nm}}]^{\times 20}$	2	* 3500

Tableau V-3 : Estimation de la résistivité apparente selon l'empilement considéré.

## 2.2 Validation pour la structure TOP

Deux séries de simulations sur HFSS ont été réalisées. Les différences que nous n'explicitons pas ici concernent les conditions de maillage et d'excitation des ports. Les premières simulations, appelées « *simu 1* », ont été réalisées avant l'élaboration des prototypes. Elles ont juste permis d'évaluer grossièrement le gain sur L et l'influence du plan magnétique sur le facteur de qualité mais aussi de valider la prise en compte des effets démagnétisants par le simulateur. Une deuxième série de simulations « *simu 2* » a été effectuée après le test des prototypes. Nous allons comparer ces deux résultats de simulation aux meilleures mesures obtenues. Nous avons, dans un premier temps, ajusté la valeur de l'inductance à l'air simulée et mesurée pour les deux séries de simulations. Comme on peut le voir, il existe une différence sur les valeurs de L de la self à l'air entre la mesure et la simulation. Cette différence est d'environ 0.68 nH pour la « *simu 1* » (figure V-6 (a)) et de 0.26 nH pour la « *simu 2* » (figure V-6 (b)). Le meilleur accord observé dans ce dernier cas n'est cependant pas suffisant à ce stade pour choisir cette configuration comme nous le verrons dans ce qui suit. Cette différence est donc considérée comme un écart constant imputable aux différences entre dessin et réalisation que nous n'avons pas cherché à ajuster et a été ajoutée systématiquement aux courbes simulées de L de façon à pouvoir les comparer avec les résultats expérimentaux.

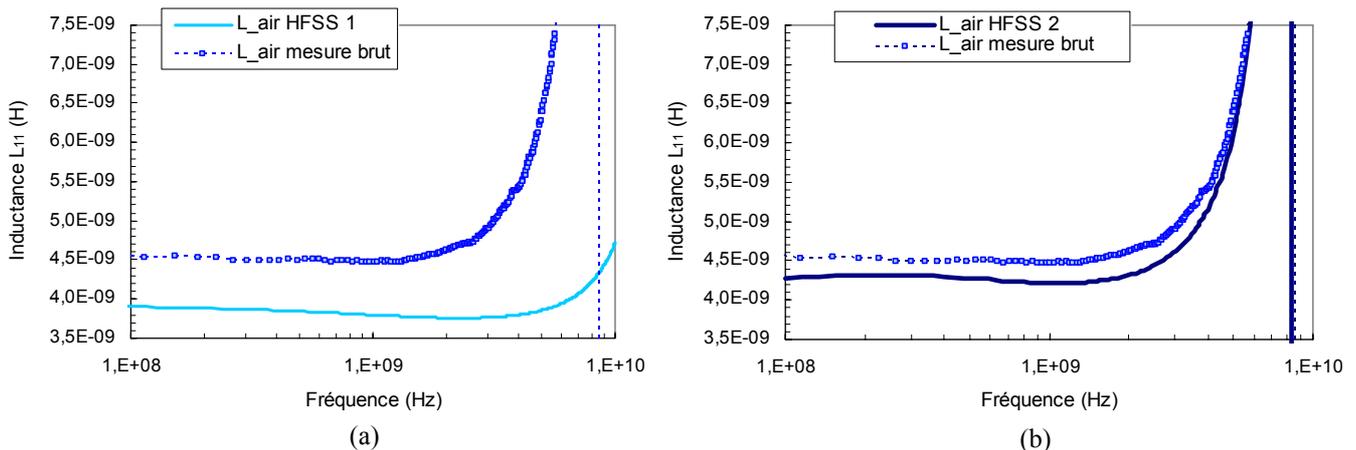


Figure V-6 : Comparaison sur l'inductance  $L_{11}$  entre résultats de mesure et de simulation avec HFSS dans les conditions « *simu 1* » (a) et « *simu 2* » (b) pour une self carrée de 3.5 tours dans l'air.

### 2.2.1 Comparaison des différentes simulations réalisées

Les figures suivantes présentent les résultats des simulations sur HFSS « *simu 1* » et « *simu 2* » pour l'inductance série  $L_{11}$  et le facteur de qualité Q de la structure de référence C3\_4PBO de type TOP avec 1  $\mu\text{m}$  de FeHfN. Les plans sont situés à 5  $\mu\text{m}$  de la bobine. Une comparaison est établie avec la self à l'air.

#### a) Résultats « *simu 1* »

Ces simulations préliminaires avaient permis d'établir que la valeur de l'inductance augmenterait dans un rapport de 27% par rapport à celle de la self à air (figure V-7 (a)). Cette valeur est parfaitement en accord avec les mesures brutes (28%) et est plus faible que celle

issue des mesures corrigées (32 %) obtenues par la suite puisque ici la structure comporte les lignes d'accès et les plans de masse qui ne sont pas amplifiées par le plan magnétique et qui contribuent à l'inductance à vide dans une proportion non négligeable. Une première estimation de la fréquence de FMR effective avait également été établie bien que s'avérant sensiblement surestimée avec 6.6 GHz alors que celle mesurée par la suite était d'environ 5.3 GHz. La fréquence de coupure de la bobine est également décalée, d'environ 2 GHz vers les hautes fréquences, pour la simulation. Quant au facteur de qualité, le décalage des fréquences de résonance introduit un écart entre les maxima (figure V-7 (b)). Cependant, même si les effets capacitifs sont bien corrélés à hautes fréquences entre simulation et mesure, l'augmentation de Q à basse fréquence est minimisée dans le cas de la simulation. L'adéquation simulation / test est donc meilleure au niveau des gains sur L que sur l'estimation des fréquences semblant indiquer que la concordance sur la valeur de L simulée est contrebalancée par un écart en fréquence.

Ces écarts peuvent avoir plusieurs origines : notamment physiques (écarts entre objets simulés et fabriqués, non prise en compte des pertes diélectriques du BCB, de l'oxyde et du substrat ...) et numériques (maillages, adaptation d'impédance à 50  $\Omega$  ...). D'autre part, il faut aussi tenir compte du fait que l'on rentre un couple ( $\mu'$ ,  $\mu''$ ), certes différent à chaque fréquence, mais constant en (x,y) dans les trapèzes, ce qui n'est pas vrai en toute rigueur à cause de l'augmentation du champ démagnétisant Hd sur la périphérie des plans [2]. Cet effet est normalement pris en compte par la simulation mais dépend énormément du maillage.

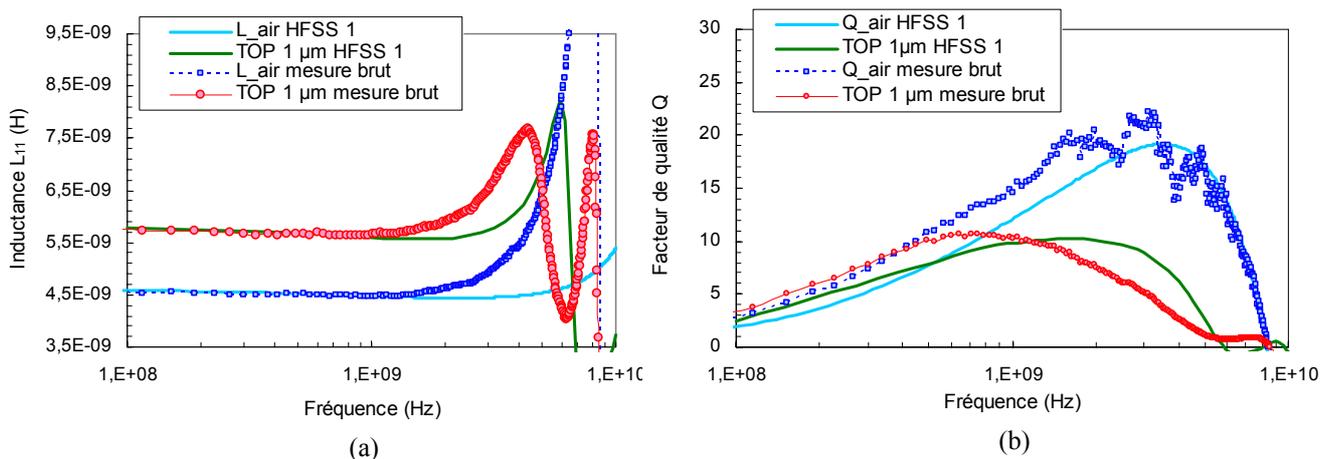


Figure V-7 : Comparaison entre mesures brutes et résultats de simulations HFSS 1 (avec facteur correctif) pour les valeurs d'inductance  $L_{11}$  (a) et de facteur de qualité (b) d'une self carrée de 3.5 tours dans l'air et avec un plan magnétique de 1  $\mu m$  d'épais et en configuration TOP.

### b) Résultats « simu 2 »

Cette deuxième série relève d'avantage de l'idée d'une rétro-simulation puisqu'elle a été réalisée après la fabrication et le test des prototypes. Elle est plus proche de la mesure que les précédentes en terme de fréquence de résonance et de coupure (figure V-8 (a)). La fréquence de FMR simulée, de l'ordre de 5.6 GHz, est en meilleur accord avec celle estimée à partir de valeurs initiales du matériau ou mesurée à 5.3 GHz. A l'inverse, c'est le gain sur L qui est sensiblement surévalué par la simulation : 34%.

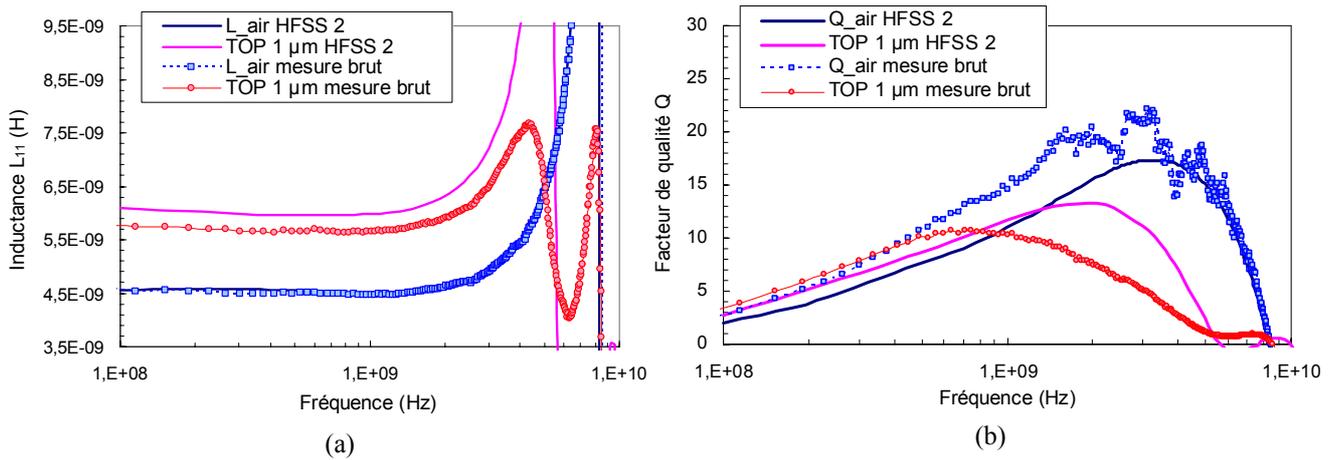


Figure V-8 : Comparaison entre mesures brutes et résultats de simulations HFSS 2 (avec facteur correctif) pour les valeurs d'inductance  $L_{11}$  (a) et de facteur de qualité (b) d'une self carrée de 3.5 tours dans l'air et avec un plan magnétique de 1 μm d'épais et en configuration TOP.

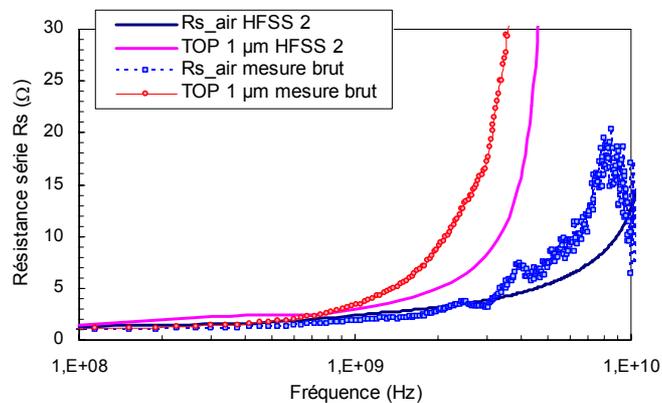


Figure V-9 : Comparaison entre mesures brutes et résultats de simulations HFSS 2 pour la résistance série  $R_s$  d'une self carrée de 3.5 tours dans l'air et avec un plan magnétique de 1 μm d'épais et en configuration TOP.

Bien que le comportement à très haute fréquence soit mieux décrit, à l'inverse l'adéquation au niveau du facteur de qualité est moins bonne (figure V-8 (b)). La valeur de Q à basse fréquence est minimisée par la simulation aussi bien dans le cas de la self à l'air que dans le cas de la self ferromagnétique.  $Q_{max}$  simulé est de l'ordre de 17 à 3.5 GHz dans l'air et chute à 13 à 2 GHz avec les plans magnétiques. Même si Q est dégradé par rapport à la self seule, le facteur de qualité reste supérieur à 10 jusqu'à 3 GHz. Nous rappelons que ce résultat est dû à la fréquence de FMR très élevée qui retarde l'apparition des pertes magnétiques du matériau jusqu'à 3 GHz environ comme on peut le voir sur le graphe de la résistance série (figure V-9). Avant cette fréquence, la dégradation de Q n'est attribuable qu'aux courants de Foucault dans les plans magnétiques, aux effets capacitifs entre le plan magnétique et la bobine et aux effets de proximités dans les spires de la self que l'on détaillera par la suite. Au-delà de 5.5 GHz, les plans magnétiques ont un comportement purement électrique ( $\mu'=1$ ). La résistance série reste cependant supérieure à celle de la bobine dans l'air. Pour la simulation, la hausse de  $R_s$  intervient à plus hautes fréquences cela signifie que les effets de proximité apparaissent à de plus faibles fréquences que celles prises en compte par le simulateur dès 800 MHz.

**c) Comparaison « simu 1 » / « simu 2 »**

Les premières simulations étaient moins optimistes sur le gain sur L ainsi que sur le facteur de qualité (figure V-10). De plus, les comportements de la self avec et sans plans magnétiques étaient décalés vers les plus hautes fréquences, sachant que la bobine à l'air de 3.5 tours est sensée résonner à 8.5 GHz et la fréquence de résonance extrinsèque des plans est calculée théoriquement vers 5.5 GHz. Les résultats obtenus dans les conditions « simu 2 » semblent donc plus proches de la réalité et seront retenus pour la suite.

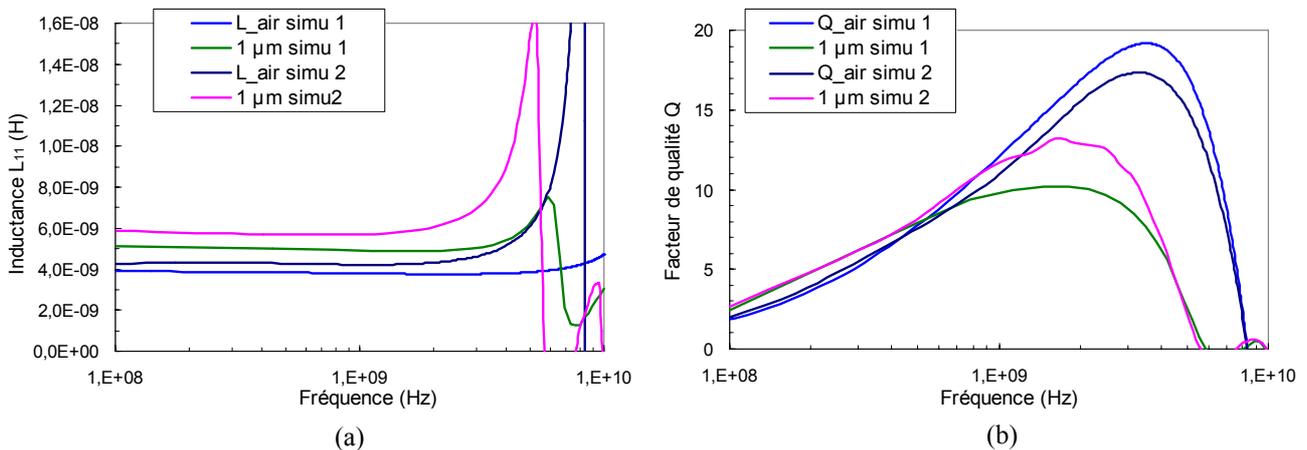


Figure V-10 : Comparaisons simulations HFSS 1 / simulations HFSS 2 pour la self avec plans magnétiques de 1  $\mu m$  d'épaisseur en configuration TOP et comparée à la self à l'air.

**d) Comparaison HFSS / GDNO**

D'autres résultats de simulation préliminaires ont aussi été obtenus avant la réalisation de structures de tests sur le simulateur de l'IRCOM. Les conditions des calculs sont ici parfaitement connues à la différence du code commercial précédent et incite a priori à plus de confiance. Les résultats ont été présentés dans [1] et se sont avérés plus réalistes du point de vue de l'inductance (figure V-11 (a)) mais sous-estimant quelque peu le facteur de qualité (figure V-11 (b)). Les écarts entre HFSS et GDNO peuvent être dus aux différences de maillage ou de calcul d'impédance de référence aux ports. Ils sont cependant minimes et ont permis en ce sens de valider l'utilisation de HFSS malgré son caractère plus « fermé ».

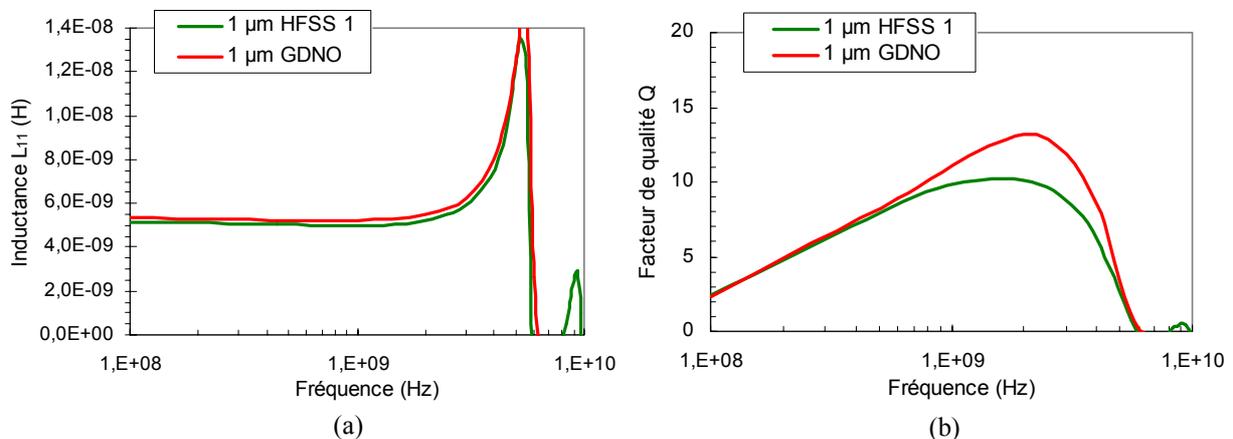


Figure V-11 : Comparaisons simulations HFSS « conditions 1 » et simulations IRCOM pour la self TOP avec plans magnétiques de 0.5  $\mu m$  et 1  $\mu m$  d'épaisseur.

### 2.2.2 Effet de l'épaisseur des plans

Les figures suivantes montrent des résultats intermédiaires de simulation sur HFSS (avec les conditions « *simu 1* ») qui ont servi à affiner le besoin en épaisseur pour le matériau magnétique au moment de son optimisation. Elles visaient à comparer les effets d'épaisseur à 0,5  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$ , toujours situées à 5  $\mu\text{m}$  de la bobine (figure V-12).

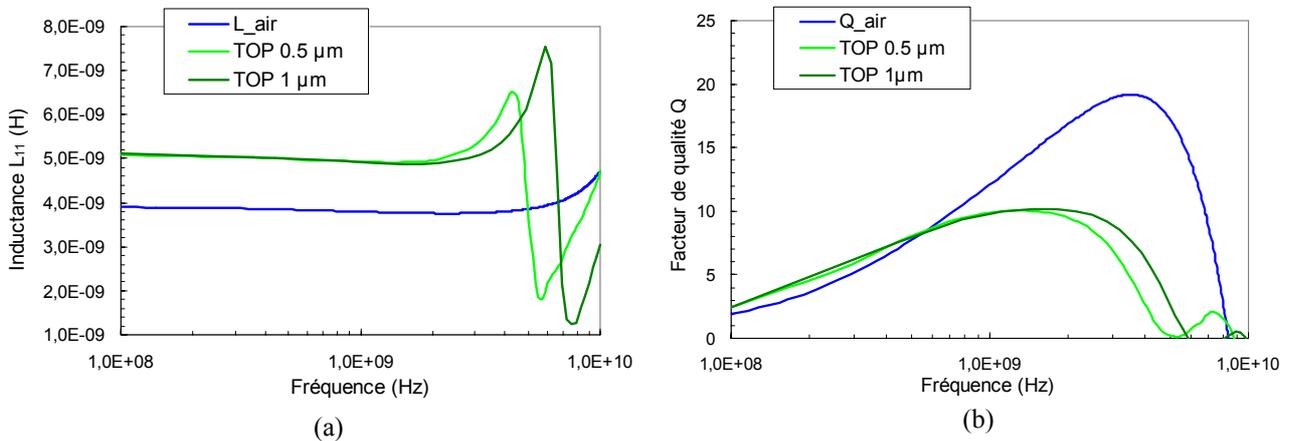


Figure V-12 : Simulations sur HFSS de l'effet de l'épaisseur des plans de FeHfN sur l'inductance et le facteur de qualité pour la self de référence avec 0.5  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$  de matériau magnétique, respectivement.

Une idée complémentaire concernant la validation déjà partielle du calcul de la fréquence de FMR effective consiste à voir l'impact d'une différence d'épaisseur qui joue directement sur les champs démagnétisants. Ce point devrait mieux illustrer la prise en compte des effets démagnétisant qui peut dépendre énormément des conditions de maillage notamment avec notre structure de plans avec des pointes. Les résultats montrent que la self magnétique résonne vers 5 GHz pour 0,5  $\mu\text{m}$  et 6,5 GHz pour 1  $\mu\text{m}$ . Bien que ces valeurs soient surestimées comme on l'a vu précédemment (« *simu 1* »), elles confirment que l'effet de forme des plans magnétiques est bien pris en compte par le simulateur.

Ces résultats ont montré que le gain sur l'inductance par rapport à la self à air est constant de l'ordre 30 % et ne dépend pas (ou très peu) de l'épaisseur (figure V-12 (a)). En effet, la perméance ( $\mu \times e$ ) reste le paramètre déterminant pour le gain d'inductance. Par contre, elle n'augmente pas ici avec l'épaisseur  $e$  puisque l'augmentation de  $e$  est directement compensée par une diminution quasi équivalente de  $\mu$ . La perméabilité effective étant dominée par  $H_d$  (devant  $H_k$ ) alors  $\mu \times e$  ne dépend ni de l'aimantation ni de l'épaisseur du matériau mais uniquement des grandeurs géométriques des plans. On en a conclu que le gain sur  $L$  est donc essentiellement une question de design des plans, ce que l'on considère comme optimisé ici. L'autre voie d'optimisation concerne la distance de séparation avec la self, ce que nous traiterons avec la version granulaire du matériau possédant une forte résistivité. Le choix de l'épaisseur relève donc plus de la problématique de la fréquence de FMR. En ce sens, une épaisseur plus grande permet de repousser les pertes magnétiques à plus haute fréquence par le biais du contrôle de la FMR par le champ démagnétisant. Ceci se traduit sur le facteur de qualité dont le maximum ( $\sim 10$ ) se décale favorablement de 1,9 GHz pour 0,5  $\mu\text{m}$  et à 2,1 GHz pour 1  $\mu\text{m}$  (figure V-12 (b)). Cette amélioration demeure cependant limitée (+ 0.2 GHz) au vue du gain sur la fréquence de FMR (+ 1.5 GHz), confirmant l'existence de pertes en excès plus pénalisantes à moyenne fréquence.

## 2.3 Evaluation de la structure SANDWICH

La validation relativement satisfaisante du logiciel HFSS pour les dispositifs en version TOP (conditions « *simu 2* »), nous amène maintenant à évaluer le potentiel de la version SANDWICH. Les figures suivantes présentent les résultats des simulations pour le motif de référence C3\_4PBO décliné en version Sandwich ici avec des plans magnétiques disposés de part et d'autre de la self à distances équivalentes de 5  $\mu\text{m}$ . On regarde l'effet de deux épaisseurs : 1  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$ .

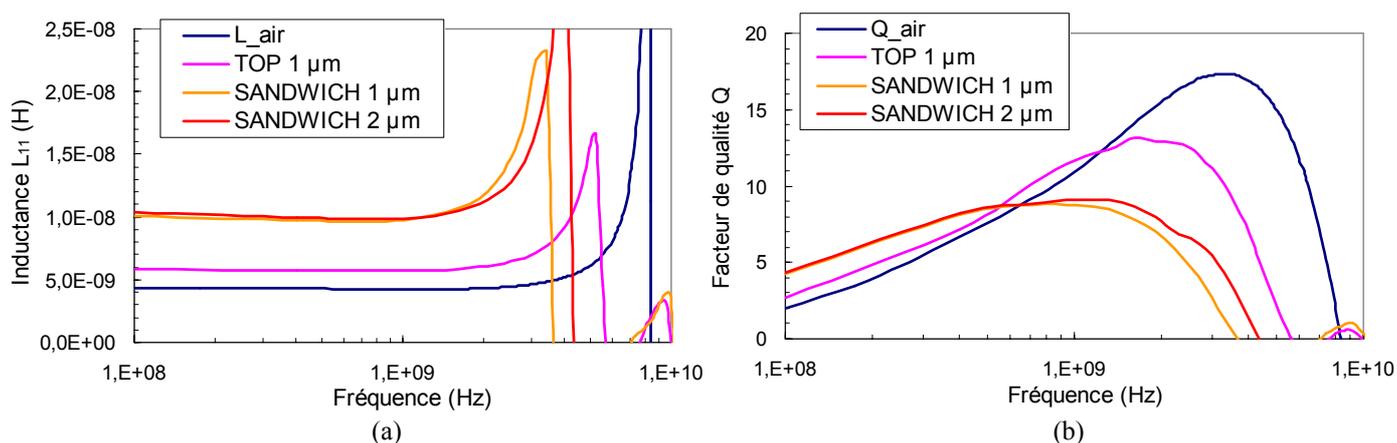


Figure V-13 : Simulations sur HFSS de l'inductance et du facteur de qualité pour la self de référence C3\_4PMO en version SANDWICH avec des plans magnétiques d'épaisseurs respectives 1  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$ . (Comparaison avec la self équivalente en version TOP 1  $\mu\text{m}$  et à vide)

La configuration SANDWICH conduit immédiatement à des valeurs de gain sur l'inductance beaucoup plus importantes que la version TOP avec ici 135 % (figure V-13 (a)). On note que ce gain ne dépend pas de l'épaisseur conformément à ce que l'on a dit avant. Ce résultat semble confirmer l'augmentation très significative (plus de quatre fois) de l'efficacité de couplage de la self avec les plans dessus / dessous donc du confinement électromagnétique. A l'inverse et malgré ce gain important sur L, le facteur de qualité est beaucoup plus faible qu'avec la version TOP. Il augmente bien de 115% à basses fréquences (< 500 MHz) en proportion avec le gain sur L mais atteint rapidement une valeur limite de 8 à 1.5 GHz contre 13 pour la structure TOP (figure V-13 (b)). L'augmentation d'épaisseur à 2  $\mu\text{m}$  permet de conserver cette valeur à un peu plus haute fréquence, soit jusqu'à 2 GHz. Cette dégradation de Q par rapport à celui de la version TOP est à rapprocher directement de la diminution de la fréquence de FMR qui vaut 3.8 GHz et 4.4 GHz pour 1  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$ , respectivement, contre 5.6 GHz pour la version TOP 1  $\mu\text{m}$ . Cette tendance défavorable avec la structure sandwich était attendue du fait du risque connu d'un couplage magnétostatique naturel entre deux éléments magnétiques superposés et relativement peu éloignés (15  $\mu\text{m}$ ) comme illustré très simplement sur la figure V-14.

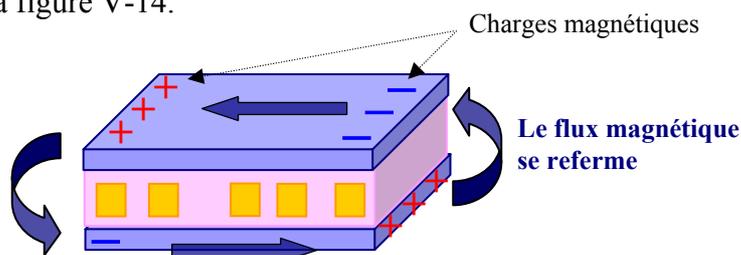


Figure V-14 : Schéma illustrant le principe de couplage magnétostatique entre deux plans magnétiques

A la vue de ces résultats, ce couplage existe mais il est cependant plus faible que sur l'illustration car les plans magnétiques supérieurs et inférieurs bénéficient chacun d'une géométrie permettant une fermeture de flux propre donc minimisant la densité de charges qui pourraient se former en bords. Néanmoins, le couplage qui en résulte a pour effet de réduire le champ démagnétisant propre à chaque trapèze de plus de 50 % et donc de décaler la fréquence de FMR à plus basse fréquence d'environ 30 %. Cette observation nous oblige à commenter la valeur précédente sur le gain d'inductance (135 %) dont une part importante (~ 50 %) provient directement de l'augmentation de  $\mu'$  associée à la diminution de  $H_d$ . Le potentiel inhérent à la configuration SANDWICH est donc plutôt le double de celui de la version TOP vis-à-vis du gain sur L.

L'essai avec une épaisseur deux fois plus grande (2  $\mu\text{m}$  contre 1  $\mu\text{m}$ ) était une anticipation à cette limitation. Le résultat montre effectivement que la fréquence de FMR augmente grâce à l'augmentation correspondante du champ démagnétisant mais pas dans les proportions espérées. En effet, une épaisseur plus grande contribue aussi à un couplage plus important puisque les sections en regard sont plus grandes.

Cette évaluation de la configuration SANDWICH offre donc un compromis mitigé. Le double du gain d'inductance obtenu avec la version TOP est immédiatement accessible, soit plus de 60 %, ce qui constitue un excellent résultat. Cependant, la contrainte sur le maintien d'un facteur de qualité au moins équivalent à celui de la self d'origine demande de recourir à plus du double pour l'épaisseur du matériau, soit plus de 2  $\mu\text{m}$ , pour compenser l'établissement d'un couplage magnétostatique inhérent à cette configuration. Nous sommes alors hors des limites acceptables de fabrication tant du point de vue du dépôt lui-même du matériau lamellé que du point de vue de sa gravure. La solution au sens industriel resterait donc figée sur la configuration TOP dont nous chercherons dans la partie consacrée aux simulations avec matériau granulaire à établir le potentiel maximal en jouant sur le dernier paramètre géométrique qui est la distance de séparation par rapport à la self.

## 2.4 Effets de proximité

Une conclusion importante au travail mené jusqu'ici est qu'il est impossible de reporter directement le gain d'inductance sur le facteur de qualité à haute fréquence, avec l'ajout de plans magnétiques. Ce constat définitif retire l'idée plus générale d'une inductance spirale à très haut facteur de qualité grâce à un matériau magnétique à faibles pertes. Même en remplissant la condition de pertes gyromagnétiques minimisées, ce que l'on a fait en démontrant des fréquences de FMR à plus de 10 GHz dans ce travail, nous restons sur l'observation d'un facteur de qualité systématiquement plus faible que pour la self à vide correspondante. Au terme des résultats de test confirmés ensuite par la simulation, ce constat se double d'une autre limitation dans le sens qu'il semble également très difficile de conserver un facteur de qualité au moins équivalent à celui de départ. Cette limitation pourrait aller jusqu'à remettre totalement en cause l'idée même d'utiliser des matériaux magnétiques RF avec les spirales. Cependant, la cause à cette limitation semble identifiée et des solutions de contournement pourraient donc être envisagées. Nous allons donc commencer par démontrer que ce problème est bien du ressort des effets de proximités, qui sont naturellement présents avec les spirales à tours multiples, mais semblent décuplés avec l'utilisation d'un matériau magnétique. Ensuite, nous essaierons d'avancer des idées d'amélioration qui demanderont de reconsidérer le design même des selfs.

### 2.4.1 Démonstration de la limitation sur $Q$

Nous avons donc cherché à décorréler les différentes origines des pertes notamment de celles purement gyromagnétiques comme détaillées dans [3]. Une série de simulations a été réalisée sur HFSS. Le premier cas reprend le paramétrage exact du FeHfN mais sans pertes magnétiques (1S-no  $\mu''$ ). Le second rajoute une conductivité électrique nulle (1S-no  $\mu''$ -no sigma), ce qui correspond ici au matériau parfait sans aucune perte ni gyromagnétique, ni Joule. Ces résultats sont comparés à ceux de la simulation du cas réel (1S) (figure V-15).

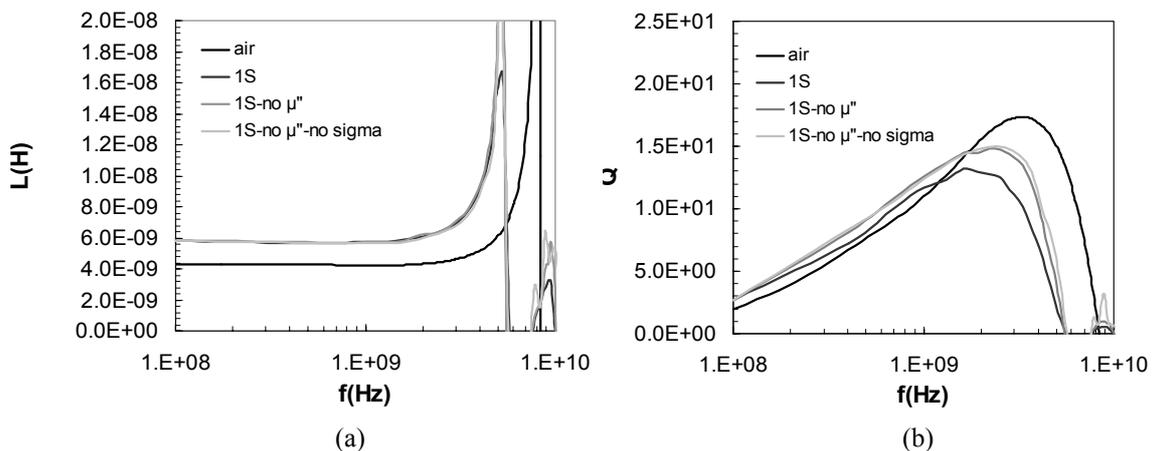


Figure V-15 : Simulations sur HFSS de l'inductance et du facteur de qualité pour la self de référence C3\_4PMO en version TOP 1  $\mu\text{m}$  avec conditions réelles (1S), sans perte magnétique (1S-no  $\mu''$ ) et sans perte magnétique ni Joule (1S-no  $\mu''$ -no sigma).

On confirme que les facteurs de qualité simulés sans perte magnétique ( $\mu'' = 0$ ) restent en dessous de la valeur de la self à air pour les fréquences supérieures à 1 GHz (figure V-15 (b)). Ceci démontre clairement que la limitation sévère sur  $Q$  n'est pas liée aux pertes ferromagnétiques. De plus, si on considère les plans sans  $\mu''$  ni pertes électriques ( $\sigma = 0$ ), on obtient le même comportement. Cela indique que la limitation sur  $Q$  ne provient ni de pertes Joule, ni d'effets capacitifs entre la bobine et les plans magnétiques ... Ces observations désignent donc les effets de proximité comme l'origine potentielle de ces pertes en excès. Ils sont la cause aux phénomènes connus de répartitions inhomogènes de la densité des courants induits d'un bord à l'autre d'une spire située à l'intérieur d'un enroulement planaire comprenant plus d'un tour (« current crowding ») [5], mais qui sont anormalement amplifiés par l'usage de matériaux magnétiques dans le voisinage de la self.

Afin de vérifier cette hypothèse, une comparaison a été faite entre des inductances rectilignes « single strippe » constituées d'une seule ligne conductrice (donc sans tour) utilisant des plans magnétiques ayant la même fréquence de résonance que celle des plans magnétiques de la bobine de référence C3\_4PBO (même largeur). Afin d'établir cette comparaison dans des conditions où la contribution des pertes magnétiques est très différente, nous avons repris la déclinaison des plans en version fractionnée (1F, 2F et 3F) qui conduit respectivement à des fréquences de FMR de l'ordre de 6, 8 et 10 GHz (figure V-16). Ensuite, le taux d'augmentation de la résistance série  $(R_{\text{smag}} - R_{\text{air}}) / R_{\text{air}}$  est extrait à 1 GHz pour la spirale et est comparé à celui de l'inductance « strippe ». Les résultats sont tracés en fonction des pertes gyromagnétiques  $\mu''$  calculées à 1 GHz à partir du modèle de LLG appliqué à chaque configuration (figure V-17).

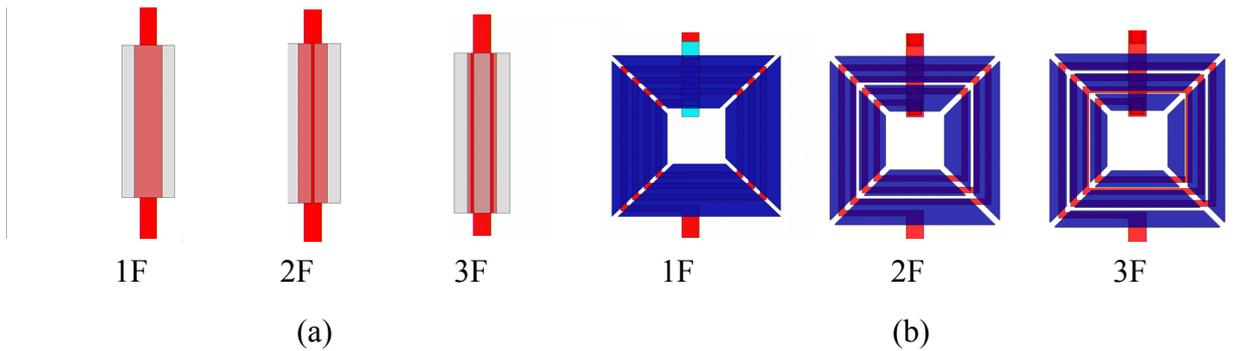


Figure V-16 : Schéma des différentes structures simulées en version « single stripe » et spirale (C3\_4PBO) avec fractionnement des plans 1F, 2F ou 3F.

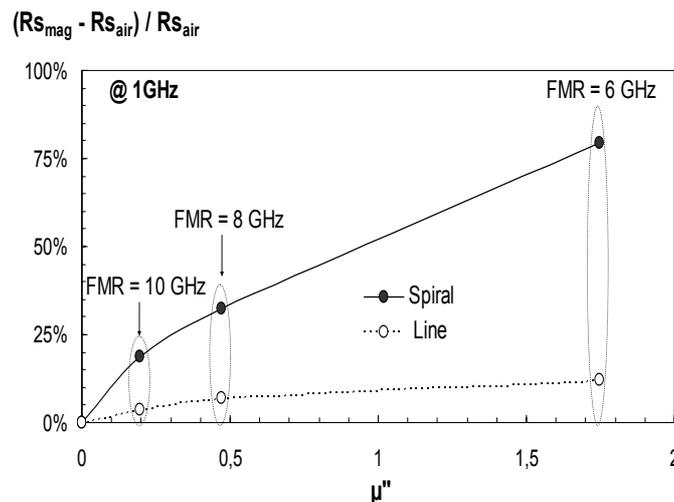


Figure V-17 : Rapport  $(R_{s_{mag}} - R_{s_{air}}) / R_{s_{air}}$  à 1 GHz en fonction de  $\mu''$  pour les différentes structures simulées en version « single stripe » et spirale (C3\_4PBO) avec fractionnement des plans 1F, 2F ou 3F.

L'observation de la figure V-17 précédente est sans équivoque. Elle montre que pour un taux de pertes gyromagnétiques constant ( $\mu''$ ), les pertes en excès par rapport à l'inductance à vide sont nettement plus élevées pour la spirale que pour la ligne. Le caractère à tours multiples source des effets de proximité est donc bien en cause. Dans le cas de la ligne, on retrouve l'idée selon laquelle l'adaptation de la FMR à des fréquences élevées (par exemple 6 GHz) permet de réduire de façon adaptée les pertes  $\mu''$  (1.75 à 1 GHz) qui contribuent au plus à une hausse de 10 % de la résistance série. Dans ces conditions, un gain sur L de plus de 10 % contribuerait aussi à un facteur de qualité plus élevé avec matériau magnétique. Ceci n'est pas possible avec les spirales qui pour la même valeur de  $\mu''$  présente une hausse de la résistance série de plus de 75 %.

Une tentative d'explication quantitative de ces effets a été donnée dans [4]. En effet, le mécanisme de « current crowding » est illustré sur la figure V-18 et dépend directement de la densité du flux magnétique entre les spires voisines pénétrant dans la ligne de cuivre perpendiculairement à sa surface. Des simulations magnétostatiques ont permis d'établir qu'il existe un fort confinement du champ local magnétique entre une ligne de cuivre et le plan magnétique. Ces considérations appliquées à une description analytique empruntée à Khun [5] montrent explicitement que les pertes par effets de proximité sont largement augmentées et dominant l'effet de peau du fait de la présence d'un matériau à perméabilité élevée. Nous pensons que ces pertes sont systématiquement supérieures aux pertes magnétiques pour des fréquences inférieures à 3 GHz. L'utilisation d'un film à aimantation élevée tel que le FeHfN

conciliant donc forte perméabilité et fréquence de FMR élevée se fera donc au détriment du facteur de qualité avec les spirales et d'autant plus que ces dernières utiliseront des conducteurs épais (technologie Cu) qui sont paradoxalement garant de hauts facteurs de qualité pour les selfs à air.

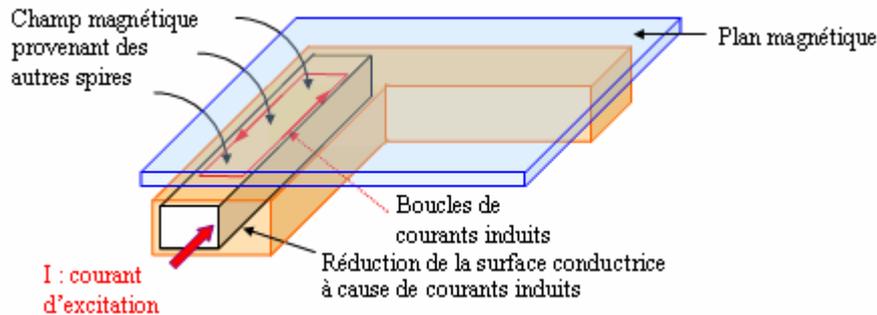


Figure V-18 : Schéma d'explication des effets de proximité et de « current crowding ».

#### 2.4.2 Solutions d'amélioration pour Q

L'identification précédente du phénomène limitant sur Q, nous amène ici à chercher des solutions qui permettraient de minimiser voire d'éliminer l'effet de « current crowding » dans les conducteurs de la spirale. Il en existe déjà quelques unes dans la littérature qui ont été explorées uniquement sur des spirales à air puisque ce problème a déjà été rencontré lorsque ces dernières possèdent un grand nombre de tours (5 à 10 par exemple). Trois solutions peuvent être retenues :

- 1) La première est la plus simple car elle évite totalement la problématique des effets de proximité. Elle impose par contre l'utilisation d'un matériau magnétique pour l'obtention de valeurs d'inductances adéquates et un changement de topologie par rapport au design classique des spirales (ce qui peut être un problème pour les concepteurs RF). Elle reprend l'idée de l'inducteur "sans tour" avec une simple ligne de transmission (rectiligne ou éventuellement courbe) et des plans magnétiques en version TOP, BOTTOM ou SANDWICH (figure V-19 (a)). Pour des valeurs d'inductance sensiblement plus faibles (moins de 1 nH), avec une longueur de la ligne raisonnable (0.5 à 1 mm), des facteurs de qualité de plus de 20 au delà de 3 GHz deviennent parfaitement envisageables. A noter qu'un travail annexe sur ce type de topologie est en cours au laboratoire [6].
- 2) La deuxième solution est plus classique pour les concepteurs puisqu'elle repose toujours sur des spirales mais utilisant le principe de "dérivation horizontale" (voir chapitre 1, paragraphe 2.5.1) [7]. Cette solution a déjà été utilisée à ST Crolles sur des spirales planaires de fortes valeurs [8]. Il s'agit de découper le conducteur de la bobine en plusieurs branches parallèles afin de limiter la formation des boucles locales de courant dans celui-ci (figure V-19 (b)). Cette solution a pour inconvénient d'augmenter la résistance DC mais le gain à haute fréquence est intéressant étant donnée la forte dépendance en fréquence de la résistance série ( $\sim f^2$ ) due aux effets de proximité.

- 3) La troisième solution, également avantageuse au sens des concepteurs, utilise le principe d'une spirale avec une largeur de conducteur continûment variable avec le nombre de tours (voir chapitre 1, paragraphe 2.5.2) [9][10]. Ainsi, le conducteur est de plus en plus étroit depuis l'extérieur vers le centre de la spirale de manière à s'opposer à l'effet du champ électromagnétique qui est de plus en plus intense lorsqu'on se rapproche du centre (figure V-19 (c)). Cette solution est plus avantageuse que la précédente car la résistance DC n'augmente pas ou peu et on peut gagner en facteur de qualité sur toute la bande de fréquence.

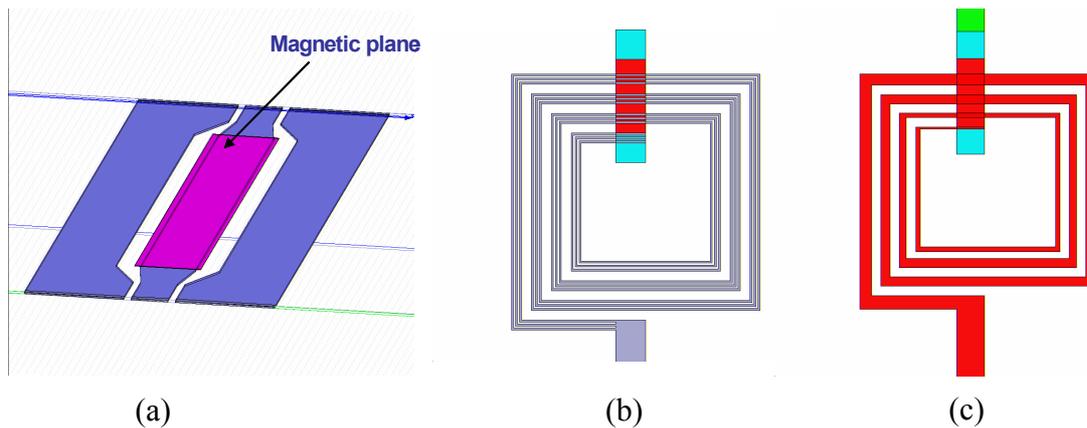


Figure V-19 : Illustration des trois solutions aux problèmes de "current crowding" avec : (a) une inductance de type "single stripe", (b) une inductance spirale avec conducteur "découpé" et (c) une inductance spirale avec conducteur "à largeur variable".

Les deux dernières solutions ont été préférées dans le cadre de ce travail puisqu'elles restent basées sur la géométrie spirale et sont de plus entièrement compatibles avec l'utilisation des plans magnétiques telle qu'on l'a fait jusqu'ici y compris avec les avantages que l'on a montrés. Nous avons donc simulé ces deux cas sur HFSS dans les configurations équivalentes à la structure de référence C3\_4PBO.

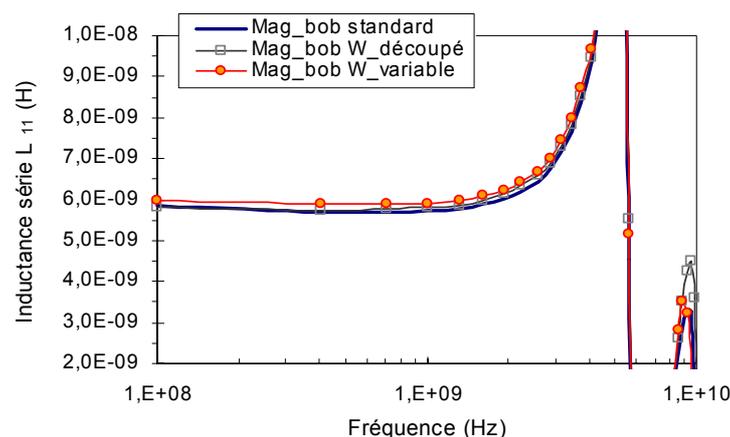


Figure V-20 : Simulation sur HFSS de l'inductance pour le motif de référence (C3\_4PBO TOP 1  $\mu\text{m}$ ) utilisant respectivement la spirale standard (en bleu), une spirale au conducteur "découpé" (en gris) et une spirale avec un conducteur de "largeur variable" (en orange).

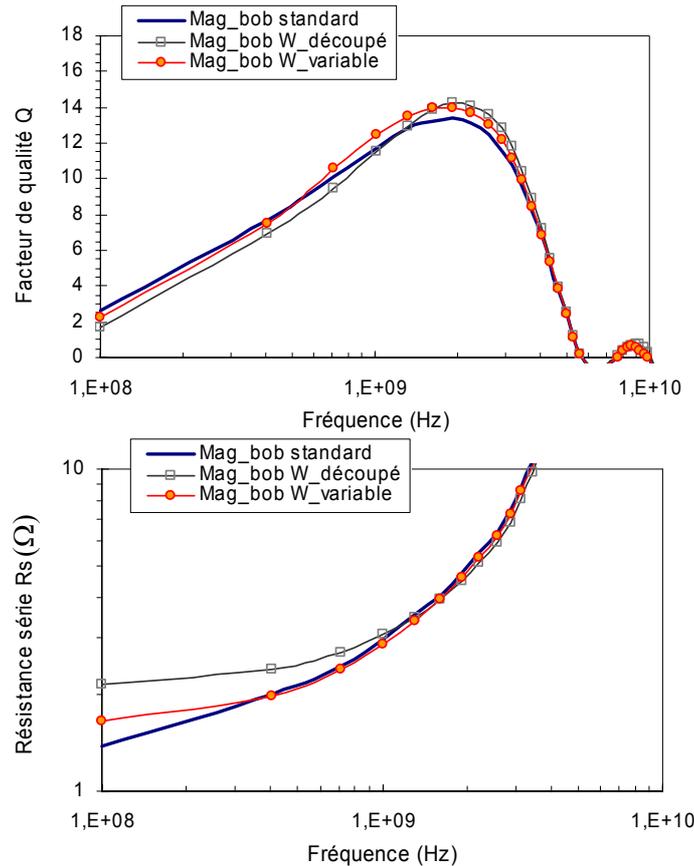


Figure V-21 : Simulation sur HFSS du facteur de qualité et de la résistance série pour le motif de référence (C3\_4PBO TOP 1  $\mu\text{m}$ ) utilisant respectivement la spirale standard (en bleu), une spirale au conducteur "découpé" (en gris) et une spirale avec un conducteur de "largeur variable" en orange).

Le gain sur L avec le matériau magnétique reste très similaire dans chaque cas (30 à 35%) (figure V-20). De ce fait, les résultats obtenus pour Q confirment bien une tendance à l'amélioration avec ces solutions (figure V-21). La plus intéressante s'arrêterait à celle du ruban de largeur variable qui permet comme attendu de ne pas perdre sur la résistance DC et donne le meilleur facteur de qualité y compris à basse fréquence (figure V-21). Par contre, nous ne montrons qu'une amélioration sur Q de l'ordre de 10 %, ce qui est encourageant mais encore loin d'être suffisant pour égaler le facteur de qualité de la self à vide. Un travail de conception complémentaire ciblé sur l'optimisation du ruban lui même reste donc nécessaire en combinant éventuellement les solutions envisagées ici avec l'utilisation d'un métal plus fin (1  $\mu\text{m}$  contre 5  $\mu\text{m}$ ) ou moins conducteur (Al contre Cu). Dans ces conditions, il nous semble possible de restaurer le facteur de qualité original.

## 2.5 Etude du redimensionnement

Le potentiel en terme de gain sur l'inductance a été démontré avec de 30 % à plus de 60 % selon que l'on opte pour la configuration TOP ou SANDWICH. Le redimensionnement de ces inductances est donc pleinement réaliste. Il vise explicitement à réduire le nombre de tour de la spirale originale à laquelle nous avons ajouté des plans magnétiques afin que la

structure redimensionnée bénéficie du gain inverse sur la surface pour une valeur d'inductance équivalente à celle de départ. De plus, ce redimensionnement à la baisse devrait offrir l'alternative à un facteur de qualité équivalent à celui de départ puisqu'il joue directement sur l'origine des pertes en excès, à savoir le nombre de tours. Additionné aux solutions précédentes pour réduire plus encore ces effets de proximités (inductances « découpée » ou « largeur variable »), on pourrait même envisager un gain substantiel sur Q par rapport à celui de la self originale. Des simulations sur HFSS ont permis de donner une illustration encore préliminaire à ce stade mais tout à fait concrète de ce redimensionnement, ce qui constitue l'objectif final de ce travail.

Un premier exemple est montré sur la figure V-22. Pour des raisons de commodité, plutôt que de redessiner la self avec plans magnétiques (C3\_4PBO) pour abaisser sa valeur d'inductance, nous avons préféré chercher une self à vide d'inductance équivalente, ce qui est beaucoup plus simple. Nous comparons donc les caractéristiques d'une self conventionnelle carrée de 5.5 nH, soit comportant 4.5 tours, avec celles de notre self de référence C3\_4PBO ici en version TOP 1  $\mu\text{m}$ . Comme on le voit sur la figure V-22, les valeurs de l'inductance et du facteur de qualité sont équivalentes pour les deux selfs jusqu'à  $\sim 1.5$  GHz. Au-delà, bien sûr dans le cas de la self magnétique, L est augmenté et Q s'effondre du fait de l'apparition de la FMR. La self ferromagnétique réalise donc pleinement son rôle avec un gain en surface exact de 18 % (voir tableau V-4). De plus, ce résultat montre qu'il est effectivement possible d'envisager des facteurs de qualité équivalents jusqu'à au moins 2 GHz ici avec une fréquence de FMR réglée à environ 6 GHz. En ce sens, on peut réaffirmer ici que l'utilisation de matériaux magnétiques à faibles pertes est bien pertinente.

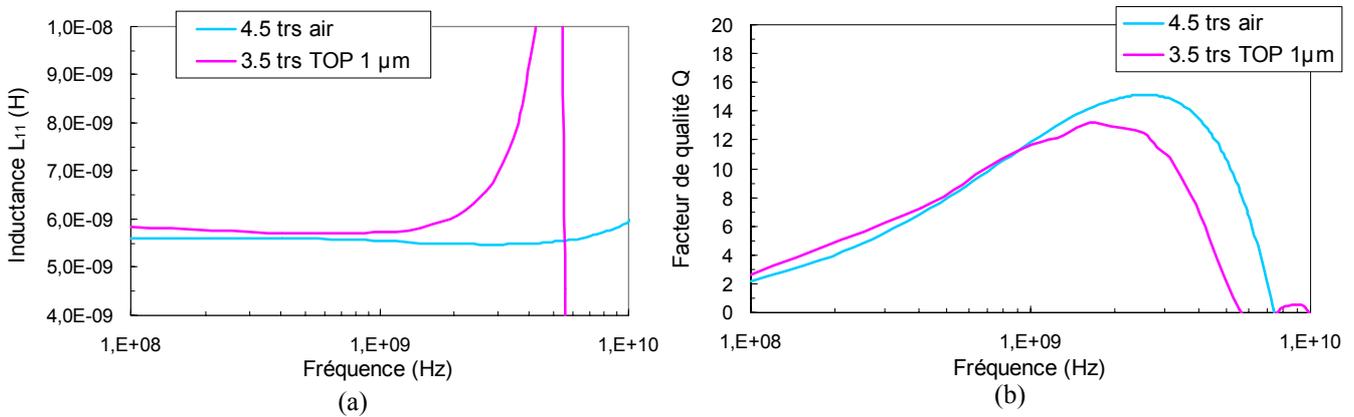


Figure V-22 : Comparaison des valeurs d'inductance (a) et de facteur de qualité (b) entre une inductance conventionnelle de 5.5 nH comportant 4.5 tours et l'inductance ferromagnétique de référence (C3\_4PBO type TOP 1  $\mu\text{m}$ ) comportant 3.5 tours (le diamètre intérieur et le pas des spires restent identiques)

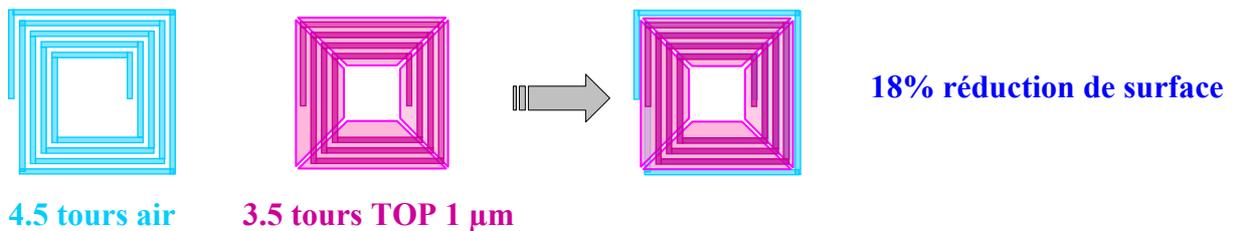


Figure V-23 : Schéma illustrant le principe de réduction de surface entre une inductance conventionnelle de 5.5 nH comportant 4.5 tours et l'inductance ferromagnétique de référence (C3\_4PBO type TOP 1  $\mu\text{m}$ ) comportant 3.5 tours (le diamètre intérieur et le pas des spires restent identiques)

Ce second exemple vise à pousser la démonstration beaucoup plus loin en utilisant le principe de la self SANDWICH qui en principe double le potentiel de gain en compacité. D'après les résultats du paragraphe 2.3, nous avons retenu la version avec 2  $\mu\text{m}$  de matériau magnétique qui permet de conserver une fréquence de FMR satisfaisante. De la même manière qu'au cas précédent, nous avons cherché une self à vide équivalente au niveau de la valeur d'inductance (soit  $\sim 10$  nH) à celle de notre motif de référence (C3\_4PBO Sandwich 2  $\mu\text{m}$ ). On tombe alors sur une self conventionnelle de 5.5 tours (voir descriptifs dans le tableau V-4). Les résultats de simulation confirment que ces selfs sont équivalentes avec un gain de surface qui monte ici jusqu'à 48 % (figures V-24 et V-25). L'accord sur les facteurs de qualité est moins bon qu'au cas précédent car la fréquence de FMR reste encore un peu basse. De plus, on peut supposer que les pertes par effets de proximité sont également plus importantes qu'avec la version TOP puisque le confinement des lignes de champ magnétique au voisinage des spires est beaucoup plus accentué ici. Sur la base des solutions précédentes et avec l'option d'un matériau magnétique présentant une anisotropie induite plus forte (voir chapitre 2 paragraphe 3.2), on pense qu'il est possible d'obtenir un facteur de qualité équivalent jusqu'à 1 GHz au moins.

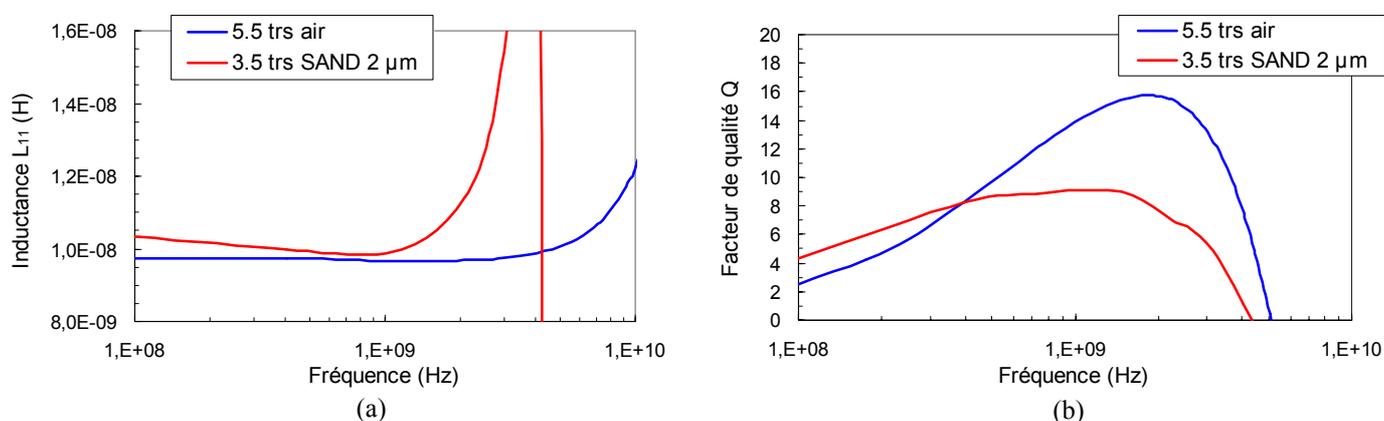


Figure V-24 : Comparaison des valeurs d'inductance (a) et de facteur de qualité (b) entre une inductance conventionnelle de 10 nH comportant 5.5 tours et l'inductance ferromagnétique de référence (C3\_4PBO type SANDWICH 2  $\mu\text{m}$ ) comportant 3.5 tours (le diamètre intérieur et le pas des spires restent identiques)

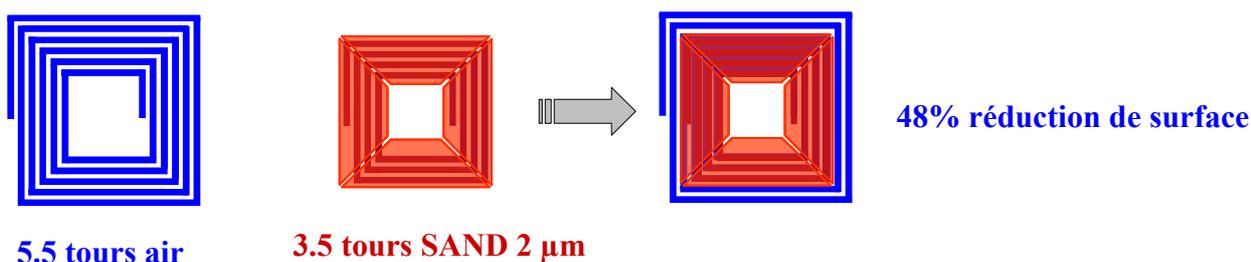


Figure V-25 : Schéma illustrant le principe de réduction de surface grâce à l'utilisation de self ferromagnétiques.

self	C3_4PBO	5 nH	10 nH
Diamètre intérieur ( $\mu\text{m}$ )	140	102	130
Diamètre extérieur ( $\mu\text{m}$ )	260	262	330
Gain sur la surface	réf	18 %	48 %

Tableau V-4 : Caractéristiques dimensionnelles des inductances utilisées pour illustrer le principe de redimensionnement (le pas des spires est identique). La self à air 5 nH est à comparer avec la version C384PBO TOP 1  $\mu\text{m}$  et la self à air 10 nH est à comparer avec la version C384PBO SANDWICH 2  $\mu\text{m}$ .

*Remarque* : pour évaluer le gain maximal sur la compacité, on a considéré que les plans magnétiques pouvaient s'arrêter à l'aplomb des spires extérieure et intérieure au lieu de garder un dépassement égal à l'interspire (10  $\mu\text{m}$ ). On a montré au chapitre 4 paragraphe 2.2.3 que le dépassement des plans n'avait pas d'effet significatif sur le gain d'inductance.

## 2.6 Effet d'un substrat silicium à pertes

Comme nous l'avons précisé plus haut, toutes les études, que ce soit en simulations ou en caractérisations de dispositifs, ont été effectuées sur des bobines planaires reposant sur des substrat hautement résistifs ( $> 1000 \Omega\cdot\text{cm}$ ) afin d'éviter les effets parasites dus au substrat. Nous regardons ici le comportement de notre motif de référence (C3\_4PBO 1  $\mu\text{m}$ ) sur un substrat silicium conducteur, c'est-à-dire avec une résistivité classique de l'ordre de 10  $\Omega\cdot\text{cm}$ , avec les configurations suivantes : TOP, BOTTOM et SANDWICH. Le but est d'évaluer l'impact des pertes « substrat » qui se rajoutent aux pertes déjà identifiées (dans l'ordre : « current crowding » et gyromagnétiques) et de voir si l'utilisation de plans magnétiques intercalés entre le substrat et la self peut être bénéfique pour un écrantage du substrat.

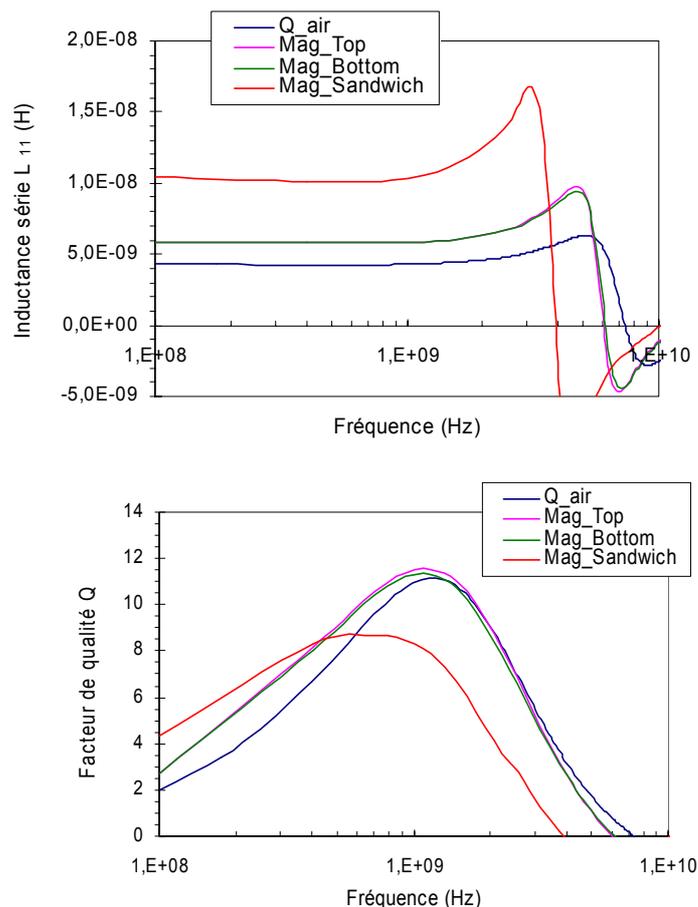


Figure V-26 : Simulation sur HFSS de l'inductance et du facteur de qualité sur substrat Si conducteur pour le motif de référence (C3\_4PBO 1  $\mu\text{m}$ ) en version TOP, BOTTOM et SANDWICH et à vide.

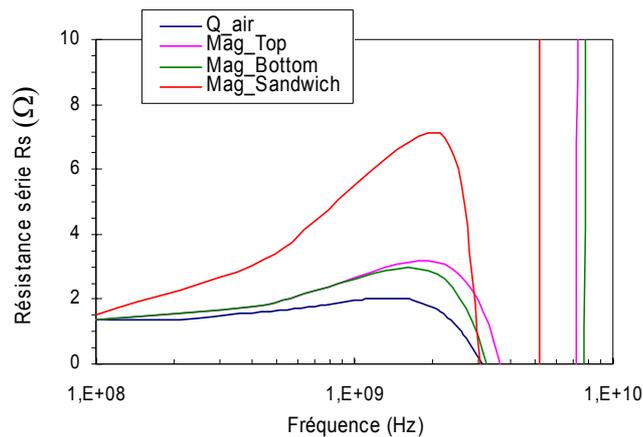


Figure V-27 : Simulation sur HFSS de la résistance série sur substrat Si conducteur pour le motif de référence (C3\_4PBO 1  $\mu\text{m}$ ) en version TOP, BOTTOM et SANDWICH et à vide.

L'effet du substrat conducteur est immédiat sur la self à vide qui a une fréquence de coupure plus faible que précédemment (7.3 GHz contre 8.5 GHz, sans de-embedding) (figure V-26). Le facteur de qualité correspondant est bien sûr nettement plus faible aussi avec  $Q_{\text{max}} \sim 11$  à 1.5 GHz contre  $Q_{\text{max}} \sim 20$  à 3 GHz avec substrat HR (figure V-26). Le point de comparaison (self à vide) pour les versions magnétiques est donc très différent de ce que l'on a vu jusqu'à présent.

Du point de vue du gain général en inductance, il n'y a pas de changement. On note simplement que l'efficacité est strictement égale entre une configuration TOP et BOTTOM, ce que l'on n'avait pas eu l'occasion de vérifier. Ceci semble indiquer que si les lignes de champ électrique sont normalement dissymétriques puisque pénétrant plus fortement dans le substrat, les lignes de champ magnétique restent réparties équitablement de part et d'autre de la self puisque aucune différence n'est détectée lorsque les plans sont au dessus ou en dessous.

L'observation des facteurs de qualité contraste avec ce que l'on a vu jusqu'à présent puisqu'ils sont maintenant à haute fréquence très proches de celui de la self à vide, à l'exception de la structure Sandwich pour laquelle la fréquence de FMR reste trop faible. Les valeurs de  $Q_{\text{max}} \sim 11$  à 1.5 GHz sont très comparables. On observe même une augmentation systématique de Q depuis les basses fréquences jusqu'à 1.5 GHz dans une proportion comparable au gain sur L. Ces résultats appellent plusieurs commentaires :

- d'abord, il n'y a pas véritablement d'effet d'écrantage du substrat lorsque les plans magnétiques se trouvent juste au dessus de ce dernier puisque le facteur de qualité n'est pas amélioré par rapport à celui de la self à vide. De ce point de vue, l'utilisation potentielle des plans magnétiques en remplacement des plans de masse électrique n'est pas confirmée. Il est probable que cela soit plus complexe et nécessiterait par exemple d'étudier une véritable mise à la masse des plans magnétiques qui restent « flottant » ici, c'est-à-dire d'établir un potentiel électrique uniforme au niveau des plans et égal à celui du substrat.

- ensuite, l'adéquation faussement apparente des facteurs de qualité entre self à vide et self avec matériau magnétique, qui masque la véritable limitation due aux effets de proximité comme nous l'avons montrée, rejoint la grande majorité des résultats de l'état de l'art qui statuent sur des compromis vaguement favorables pour Q. En réalité, ceci n'est dû qu'à l'importante contribution des pertes dues au substrat qui pénalisent très fortement le facteur de qualité de référence à haute fréquence. Le gain sur l'inductance avec les plans magnétiques se transpose donc ici directement sur Q puisqu'il n'y a quasiment pas d'apport de pertes supplémentaires à haute fréquence du fait d'une fréquence de FMR appropriée et de pertes substrat qui sont indépendantes de la présence ou non des plans magnétiques. Avec le substrat de haute résistivité, la situation était moins favorable mais nettement plus révélatrice puisque cela nous a permis de montrer que l'origine largement dominante des pertes était associée, non pas aux pertes gyromagnétiques, mais aux effets de proximité. A l'inverse de ce que l'on observe ici, les pertes associées augmentaient dans une proportion similaire au gain sur L du fait d'une grande sensibilité à la présence des plans.

Au final, nous pensons que l'effort de conception doit porter sur la réduction de ces effets de proximité parce qu'ils resteront la contrainte la plus forte sur le facteur de qualité. En effet, du point de vue pratique, les spirales ferromagnétiques ne pourront de toute façon pas être utilisées autrement que combinées avec les plans de masse électriques segmentés actuellement utilisés qui demeurent la seule solution à ce jour pour prévenir des effets substrat.

### **3 Simulations utilisant la version granulaire FeHfNO**

Nous avons conclu précédemment que la seule configuration réellement exploitable pour le redimensionnement, c'est à dire convergeant sur un compromis acceptable entre le gain sur l'inductance et le facteur de qualité, était la structure TOP. Par contre, nous en avons jusqu'ici limité l'étude à l'utilisation du FeHfN par soucis de cohérence avec les résultats de tests des prototypes. Cette contrainte nous a amenés à exploiter un gain sur l'inductance significatif mais modéré (typiquement + 30 %), à partir duquel nous avons pu démontrer la pertinence de l'idée d'un gain en compacité mais avec une marge également limitée (- 20 %). Ici, nous nous proposons de lever cette contrainte en utilisant la version granulaire de ce matériau plus résistive qui autorise la réduction de la distance de séparation des plans avec la self restant le seul paramètre encore ajustable et a priori favorable. L'objectif est donc de voir s'il est possible ou non d'atteindre un gain sur L de l'ordre de 50 % pour une configuration TOP. Bien sûr, nous continuons à exploiter ici l'avantage du caractère bidirectionnel des plans bien qu'il n'ait pas été prouvé qu'il soit réalisable avec un seul dépôt d'un matériau laminé utilisant le FeHfNO mais ceci reste accessible de toute façon en combinant deux dépôts. Les simulations sont donc réalisées ici sur la base de la même cellule de référence : C3\_4PBO.

### 3.1 Rappels des caractéristiques des films de FeHfNO

Nous avons développé une large gamme de films FeHfNO avec des caractéristiques particulières en terme de résistivité, d'aimantation ou d'anisotropie (voir chapitre 3). Parmi tous ces alliages, nous en avons sélectionné un dont le compromis entre forte résistivité (~ 500  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ ) et aimantation encore élevée (~ 10 kG) était satisfaisant. Puisque la résistivité est cinq fois plus importante que pour le plan de FeHfN, on pense pouvoir réduire la distance plans magnétiques / inductance d'un facteur équivalent, ce qui nous amène à utiliser ici 1  $\mu\text{m}$  au lieu de 5  $\mu\text{m}$  pour la couche d'isolation qui reste constituée de BCB. La composition atomique exacte de ce film correspond à  $(\text{FeHf})_{79}\text{N}_9\text{O}_{12}$  élaboré avec 1.1 % vol. en  $\text{O}_2$  et 2 % vol. en  $\text{N}_2$ . Ce matériau possède un comportement particulier en fréquence comme détaillé au chapitre 3 (paragraphe 2.4.2) avec de la perméabilité HF selon les deux axes d'anisotropie associée aux contributions antagonistes des espèces N et O. Ce film ne répond donc plus au modèle théorique de LLG. Cependant, afin de simplifier les simulations et d'évaluer grossièrement l'impact de la résistivité élevée de ce type de matériau sur le gain potentiel en inductance, nous ferons abstraction de cette spécificité pour les simulations suivantes. Nous considérons donc que le film est anisotrope avec une seule direction de forte perméabilité. Les caractéristiques du matériau que nous utiliserons sont données dans le tableau V-5. De plus, nous restons sur l'utilisation d'une épaisseur idéale de 1  $\mu\text{m}$  que l'on pense accessible par dépôt cumulé de la couche de FeHfNO. Dans la pratique, nous pourrions utiliser un multicouche avec un espaceur non magnétique afin d'obtenir un couplage approprié (ECW), mais avec l'avantage ici que nous n'avons pas obligatoirement recours à un véritable isolant comme pour la version laminée en FeHfN. Nous considérons donc que la résistivité représentative du matériau global est de 500  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ .

$(\text{FeHf})_{79}\text{N}_9\text{O}_{12}$	$4\pi M_s$ (kG)	$\rho$ ( $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ )	Hk (Oe)	$\alpha$	FMR <sub>int</sub> (GHz)	Hd (Oe)	FMR <sub>eff</sub> (GHz)	$\mu_{\text{eff}}$
Épaisseur 1 $\mu\text{m}$	10	500	20	0.018	1.6	105	3.4	80

Tableau V-5 : Caractéristiques intrinsèques et extrinsèques du FeHfNO ( $W = 95\mu\text{m}$ ).

Nous rappelons ci-dessous le spectre de perméabilité dynamique représentatif de ce matériau.

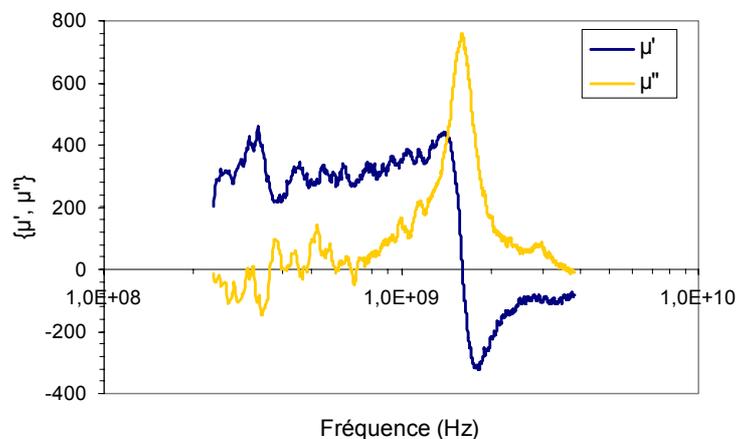


Figure V-28 : Spectre de perméabilité d'un film de FeHfNO (échantillon C) de composition approximative  $(\text{FeHf})_{79}\text{N}_9\text{O}_{12}$  (1.1 % vol.  $\text{O}_2$  et 2% vol.  $\text{N}_2$ ) d'épaisseur 100 nm et brut de dépôt.

### 3.1 Effet du matériau granulaire FeHfNO et influence de « $\epsilon$ »

Lorsque l'on regarde la version granulaire du FeHfN, deux aspects doivent être pris en compte pour les simulations des selfs : la forte perméabilité et aussi la forte permittivité, caractéristique spécifique de ces films. En effet, les films FeHfNO possèdent un caractère diélectrique marqué avec une valeur de la constante diélectrique  $\epsilon'$  mesurée pour un film de FeHfNO fortement oxydé (contenant au moins 30 % at. O et de résistivité supérieure à  $10^3 \mu\Omega.cm$ ) autour de  $\sim 200$ . Donc pour le film  $(FeHf)_{79}N_9O_{12}$  de  $\rho \sim 500 \mu\Omega.cm$ , on peut supposer que  $\epsilon'$  est plus faible, soit de l'ordre de 100. Nous avons donc regardé l'influence de la partie réelle de la permittivité sur les résultats de simulation en supposant que les pertes diélectriques  $\epsilon''$  sont négligeables. La prise en compte de ces pertes, cumulée au traitement de  $\mu'$  et  $\mu''$  en fonction de la fréquence, est à la limite de la capacité du logiciel (maillage et résolution). Donc, nous avons choisi de ne pas les considérer ici.

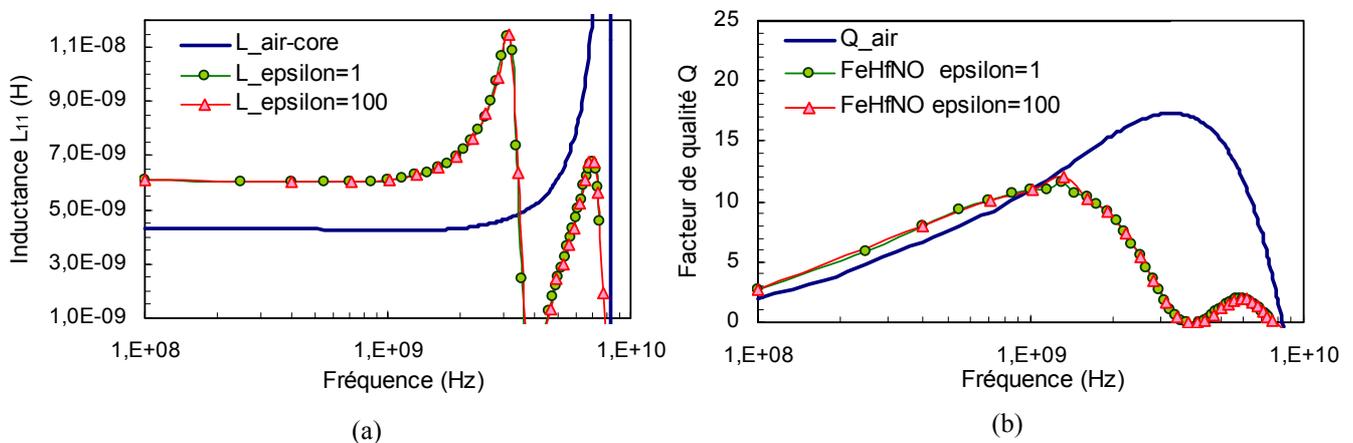


Figure V-29 : Simulation sur HFSS de l'inductance et du facteur de qualité pour le motif de référence (C3\_4PBO 1  $\mu m$ ) à vide et en version TOP utilisant la version granulaire FHfNO avec  $\epsilon = 1$  et 100, respectivement.. La distance d'isolation est réduite à 1  $\mu m$ .

Le premier constat positif concerne le gain sur l'inductance qui passe de 30 % à un peu plus de 40 % avec la version FeHfNO, ce qui devrait donner 45 à 47 % après de-embedding (figure V-29 (a)). La réduction de la distance d'isolation est donc bénéfique. Précisons que cette augmentation est bien due à au rapprochement des plans et non à une différence des perméabilités effectives qui restent comparables ( $\sim 80$ ) malgré des fréquences de FMR éloignées, mais cela est dû au rapport des aimantations qui est de 0.5 ici.

Le deuxième constat concerne le facteur de qualité qui atteint la valeur maximale de 12 à 1.3 GHz soit très comparable au cas avec FeHfN malgré une diminution significative de la fréquence de FMR ici (3.5 GHz contre 5.6 GHz) (figure V-29 (b)). On peut noter aussi que Q augmente plus significativement dès les basses fréquences ici ( $\sim 35 - 38$  %). On peut interpréter ce résultat en considérant qu'ici le gain sur L l'emporte sur la génération des pertes en excès qui ne sont pas les pertes gyromagnétiques comme on l'a vu mais les pertes dues aux effets de proximité. Or, ici ces derniers sont très probablement plus faibles qu'avec le FeHfN en raison de l'aimantation modérée avec le FeHfNO.

Le troisième constat porte sur l'effet de la constante diélectrique dont nous voulions vérifier l'importance. A la vue des résultats, il n'y a pas d'impact sur les performances

notamment à haute fréquence. Cela montre d'une part que le produit  $\mu \times \epsilon$  n'est pas encore assez élevé pour générer des effets de propagation associés à la réduction de la longueur d'onde devant les dimensions du dispositif dans la gamme de fréquence considérée et d'autre part que les effets sur L et Q relèvent essentiellement du champ magnétique (sensible à  $\mu$ ) et non électrique (sensible à  $\epsilon$ ).

Ces simulations au caractère très préliminaire ( $\epsilon''$  négligées) ont cependant mis en évidence un intérêt pour les matériaux à forte résistivité et à aimantation modérée. Le rapprochement des plans permet alors d'augmenter le gain sur L (probablement jusqu'à 50 %) sans augmenter les pertes capacitives et en réduisant également les pertes dominantes dues aux effets de proximité grâce à une aimantation plus faible. De plus, dans ces conditions l'usage d'un matériau à fréquence de FMR (effective) modérée (rapport  $\sim 3$  avec la fréquence nominale de la self) semble tout à fait justifié.

### 3.2 Comparaison FeHfN et FeHfNO en versions TOP et SANDWICH

Nous poussons ici la comparaison entre les versions FeHfN (*faible résistivité – forte aimantation*) et FeHfNO (*forte résistivité et faible aimantation*) avec les topologies TOP et SANDWICH. La différence essentielle se fait sur les distances d'isolation par rapport à la self qui sont respectivement de  $5 \mu\text{m}$  et  $1 \mu\text{m}$  pour le FeHfN et le FeHfNO.

Pour la *configuration TOP* : les commentaires ont été faits précédemment; rajoutons simplement qu'on voit ici l'effet favorable au FeHfN consistant dans sa fréquence de FMR élevée, permettant d'étendre le maximum du facteur de qualité à plus haute fréquence (figures V-30 (a) et V-31 (a)).

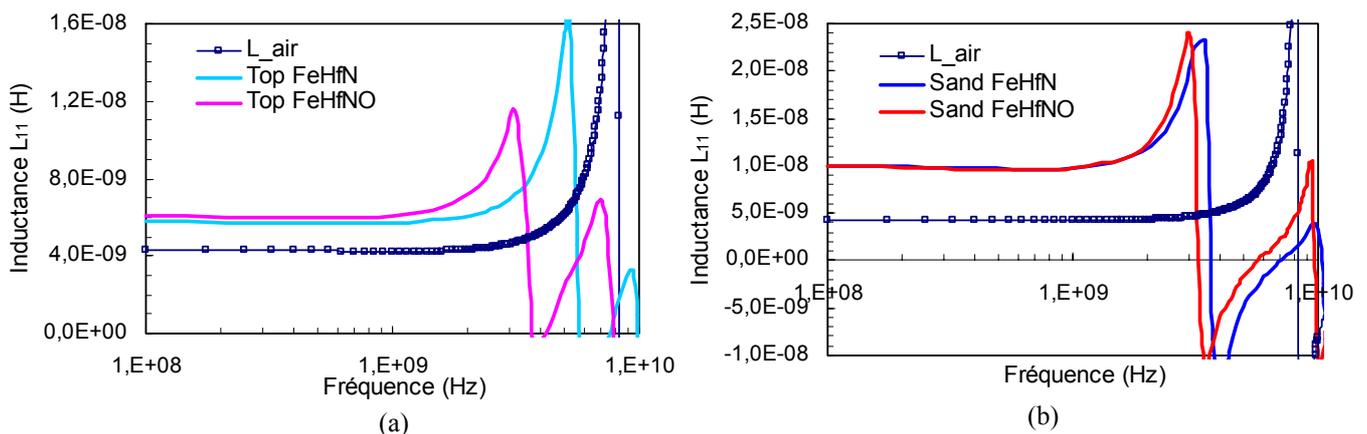


Figure V-30 Simulation sur HFSS de l'inductance pour le motif de référence (C3\_4PBO  $1 \mu\text{m}$ ) à vide et en versions TOP (a) et SANDWICH (b) utilisant respectivement les versions FeHfN et FeHfNO granulaire ( $\epsilon = 100$ ). Les distances d'isolation sont respectivement de  $5 \mu\text{m}$  et  $1 \mu\text{m}$  pour le FeHfN et le FeHfNO.

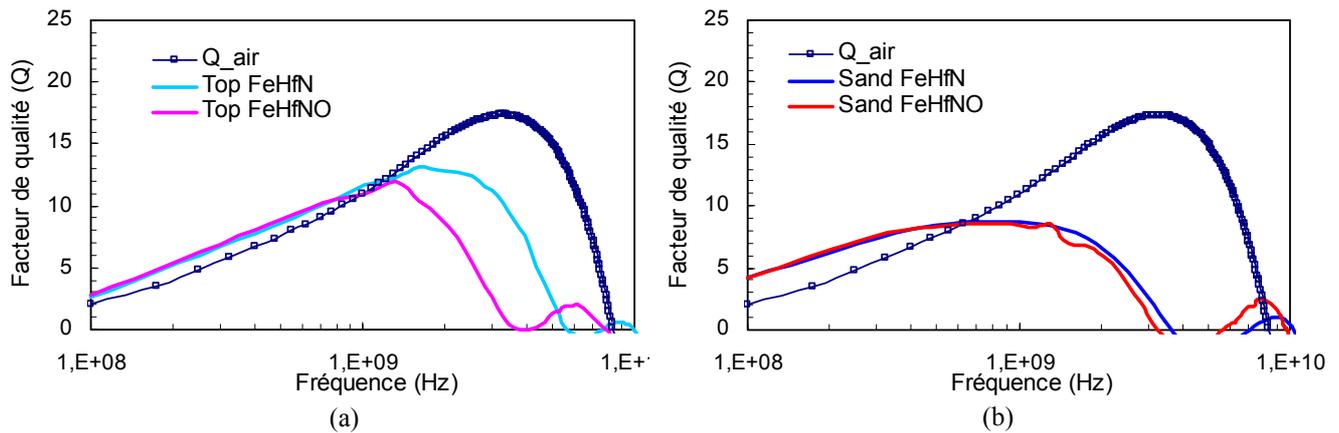


Figure V-31 Simulation sur HFSS du facteur de qualité pour le motif de référence (C3\_4PBO 1  $\mu\text{m}$ ) à vide et en versions TOP (a) et SANDWICH (b) utilisant respectivement les versions FeHfN et FEHfNO granulaire ( $\epsilon = 100$ ). Les distances d'isolation sont respectivement de 5  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$  pour le FeHfN et le FeHfNO.

Pour la configuration Sandwich : la différence sur les gains en inductance qui restent de l'ordre de 135 à 140 % semble moins perceptible que dans le cas précédent entre les versions FeHfN et FeHfNO alors que dans ce dernier cas la distance séparant les plans supérieurs et inférieurs est nettement plus faibles (7  $\mu\text{m}$  au lieu de 15  $\mu\text{m}$ ) (figures V-30 (b) et V-31 (b)). Ceci laisse supposer que l'effet de confinement est déjà optimal avec des distances de l'ordre de 15  $\mu\text{m}$  lorsque l'on utilise une configuration quasiment fermée (sandwich ici). Il n'y a pas lieu à la réduire d'avantage. Du point de vue des facteurs de qualités, on note peu de différence aussi puisque les conditions de couplages magnétostatiques inter plans déjà évoquées pour la version Sandwich FeHfN restent comparables ici du fait de la compensation des effets de distance et d'aimantation.

En somme, ces simulations semblent indiquer qu'il peut y avoir un avantage à consolider le développement d'un matériau granulaire très fortement résistif mais à aimantation modérée, ce qui simplifie la démarche « matériau », mais uniquement pour une utilisation en version TOP.

## 4 Conclusion

Les conditions de simulations du FeHfN en configuration TOP ont été ajustées de façon à ce que les résultats simulés s'accordent aux mesures. Ils ont confirmé un potentiel d'augmentation de l'inductance de 30 % et la possibilité de réaliser des fréquences de FMR très élevées. Ces résultats constituent en soit une avancée importante puisque c'est la première fois que de tels logiciels de simulations 3D en RF ont traité correctement de la problématique des matériaux magnétiques anisotropes dont la perméabilité complexe dépend de la fréquence et de la géométrie. A partir de cette calibration, d'autres comportements ont pu être extrapolés et notamment pour la configuration SANWICH, montrant un potentiel d'augmentation de la valeur de l'inductance de plus de 100 %.

A ce constat plutôt avantageux sur l'inductance, s'est rapidement opposé celui sur le facteur de qualité qui s'est montré dans tous les cas anormalement limité vis-à-vis des seules pertes gyromagnétiques. Dans le but de mieux comprendre l'origine précise de cette dégradation, d'autres simulations ont été réalisées en considérant un plan magnétique idéal, par exemple, c'est-à-dire sans aucune perte ( $\mu'' = 0$  et  $\sigma = 0$ ). Ceci a permis de dégager un résultat important qui montre que le comportement du facteur de qualité des spirales est limité très tôt en fréquence par des pertes en excès (qui dépendent de  $f^2$ ) qui ne proviennent ni du caractère gyromagnétique, ni des effets capacitifs ou induits classiques mais bel et bien des effets de proximités. De plus, nous avons pu montrer que ces effets n'existaient qu'en présence d'une configuration à tours multiples et non sur une simple ligne. Des solutions de contournement ont été évaluées avec un avantage pour la topologie où la largeur du ruban est adaptée en fonction de l'enroulement.

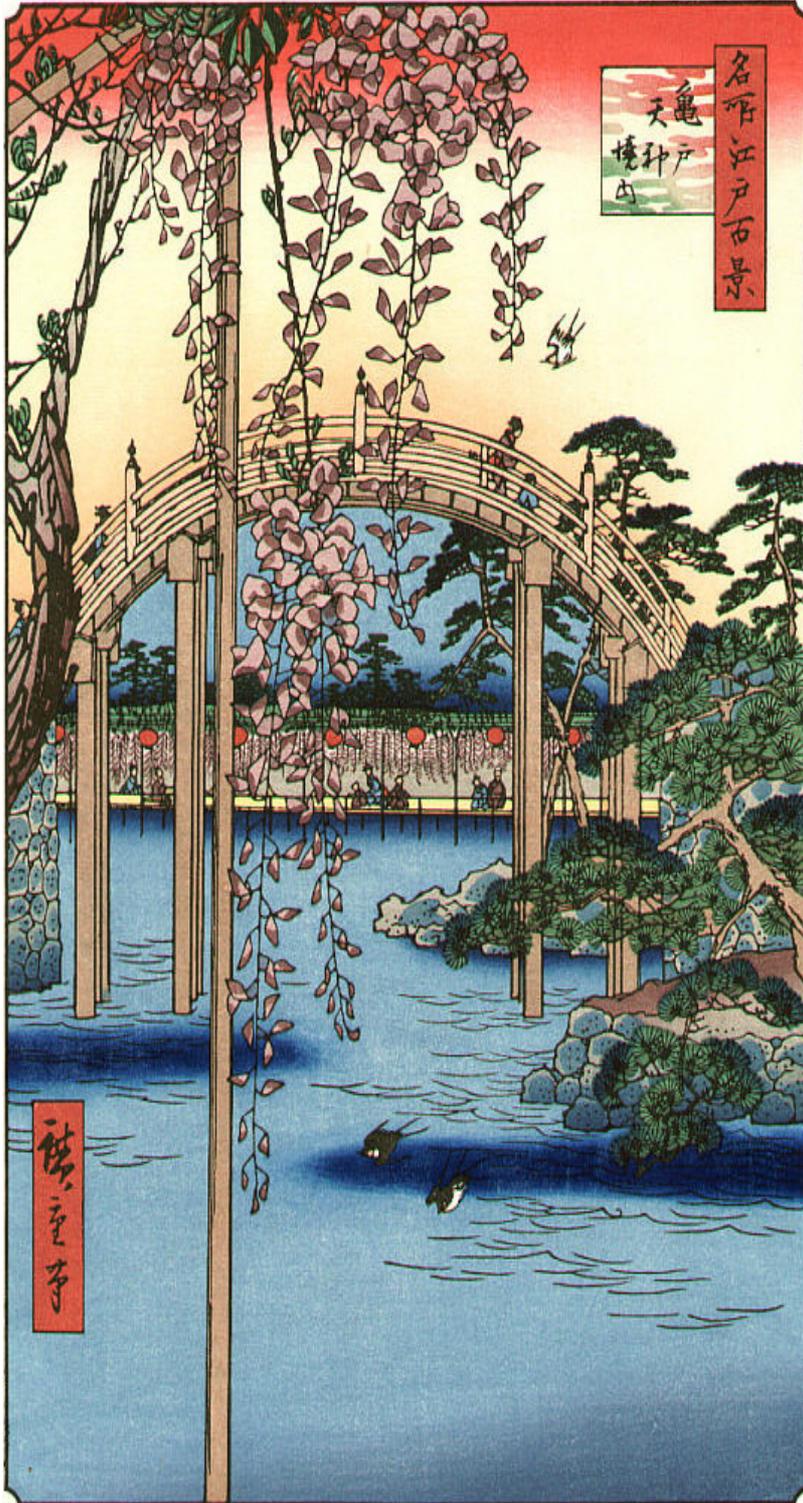
Par la suite, la simulation a permis de démontrer la pertinence du principe du redimensionnement qui était l'objectif important de ce chapitre. Nous avons apporté la preuve d'un gain potentiel en compacité de 20 à 50 % qui se double d'une amélioration du facteur de qualité puisque les effets de proximité qui sont le plus pénalisants s'en trouvent réduits. La faisabilité d'un facteur de qualité équivalent à celui de la self d'origine a donc été établie.

D'autres simulations avec la version granulaire du matériau (FeHfNO) ont montré l'intérêt d'augmenter la résistivité, mais aussi réduire l'aimantation, en rendant possible un rapprochement entre les plans magnétiques et la self. Le rapprochement des plans permet l'augmentation du gain sur L jusqu'à 50 % en configuration TOP sans augmenter les pertes capacitives et en réduisant également les pertes dominantes (effets de proximité) grâce à une aimantation plus faible. Dans ces conditions, il a pu être confirmé que l'usage d'un matériau avec une fréquence de FMR effective modérée (dans un rapport 3 avec la fréquence de travail de la self de référence) devenait tout à fait justifié. Ces simulations pourraient inciter à recentrer le développement d'un matériau granulaire très fortement résistif mais à aimantation modérée dont l'intérêt le plus grand réside dans une utilisation en version TOP. Cette partie nous a permis également de vérifier que le caractère diélectrique du matériau granulaire était négligeable dans la plage de fréquence qui nous intéresse.

Ce chapitre clôt cette étude en confirmant pleinement le potentiel de notre approche bâtie sur le concept d'inductances avec plans magnétiques continus et bidirectionnels. La configuration TOP reste d'un point de vue de l'application industrielle la plus avantageuse.

## Références

- [1] B. Therond, rapport de stage de DESS, « Simulations électromagnétiques 3D d'une inductance planaire avec matériaux magnétiques doux à forte perméabilité », Université de Limoges, 2003 (collaboration IRCOM - LETI – ST).
- [2] B. Viala, Estimations des champs démagnétisants et calcul des spectres de perméabilités magnétiques pour exploitation sur simulateurs 3D-HF, Note interne CCMC, 20/06/03.
- [3] B. Viala, A.-S. Royet, S. Couderc, “Investigation of anomalous losses in thick copper ferromagnetic spiral inductors”, IEEE Trans. Mag., **41**, (10), pp. 3583 - 3585, (2005).
- [4] A-S. Royet, B. Viala, S. Couderc, B. Orlando “Investigation of proximity effects in ferromagnetic inductors with different topologies: modeling and solutions”, Transactions of the Magnetics Society of Japan, **5**, (4), pp. 144-147, (2005).
- [5] W. B. Kuhn, N. M. Ibrahim, "Analysis of current crowding effects in multiturn spiral inductors", IEEE Trans. Microwave Theory Tech., **49**, (1), pp. 31-38, (2001).
- [6] Jean-Philippe Michel, mémoire de DRT, Université Joseph Fourier, Grenoble, à paraître Avril 2005.
- [7] L. F. Tiemeijer, D. Leenaerts, N. Pavlovic, R. J. Havens, « Record Q spiral inductors in standard CMOS », IEEE International Electron Devices Meeting, pp. 40.7.1-40.7.3, (2001).
- [8] A. Farcy, J-F. Carpentier, J. Torres, E. Sabouret, AMC 2003, **69**, (2004).
- [9] J. R. Long, M. A. Copeland, “The Modeling, Characterization, and Design of Monolithic Inductors for Silicon RF IC's”, IEEE Journal of Solid-State Circuits, **32**, (1997).
- [10] J. M. Lopez-Villegas, J. Samitier, C. Cane, P. Losantos, J. Bausells, “Improvement of the quality factor of RF integrated inductors by layout optimization”, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, **48**, (2000).



名所江戸百景  
天亀橋

天亀橋

ついでに  
たかづら  
かづら  
をからむ

芭蕉

Le pont suspendu  
Enroulés à nos vies  
Les lierres grimpants

Bashô



## Conclusion générale

Les enjeux de cette thèse consistaient en trois directions d'étude : développer un matériau magnétique approprié, réussir son intégration dans une filière Above IC et explorer le potentiel de gain en compacité et les limites de tels dispositifs. Ces objectifs répondaient ainsi aux attentes des concepteurs RF sur l'utilisation de spirales avec matériaux ferromagnétiques puisque la surface occupée par les spirales conventionnelles est l'un des facteurs les plus pénalisant en termes de miniaturisation et de coûts des circuits RF. L'état de l'art reflète la motivation forte qui anime les acteurs du domaine mais ne répond pas aujourd'hui à la pertinence de cette approche à cause d'un manque de clarté tant sur les enjeux que sur les résultats obtenus. L'objectif concret annoncé dans notre projet était précisément de répondre à un gain sur l'inductance d'au moins 30 %, pour un gain à terme équivalent sur la surface du composant, avec un facteur de qualité de l'ordre de 20 entre 1 et 2 GHz. Nous avons parfaitement répondu à la première partie en montrant la possibilité de gain à terme jusqu'à 50 % dans des conditions de fabrication très avantageuses. A l'inverse, nous avons aussi clairement mis en évidence l'incompatibilité intrinsèque des spirales ferromagnétiques avec l'idée, souvent avancée, de facteurs de qualité très élevés, c'est à dire en rapport immédiat avec le gain d'inductance. Une analyse précise des causes à cette limitation est dévoilée au chapitre 5. Elle conduira à des solutions qui devraient offrir l'alternative du compromis recherché sur Q. Nous pouvons par conséquent conclure que l'objectif global de ce travail a été atteint bien qu'il ne soit pas totalement finalisé. Nous allons reprendre maintenant les résultats importants des cinq chapitres de ce manuscrit qui ont conduit à cette conclusion.

Le chapitre 2 a été consacré à l'étude des films FeXN, candidats potentiels naturels aux applications RF comme nous l'avons précisé au chapitre 1 à cause de leur très forte aimantation, mais rarement exploités en ce sens en dehors de leur domaine de prédilection qui est celui des têtes d'écriture. Le procédé de nitruration, que nous avons adapté, est bien à l'origine du caractère magnétique doux et anisotrope des films qui s'accompagne d'une augmentation significative de la résistivité ( $\sim 100 \mu\Omega.cm$ ) tout en conciliant l'intérêt primordial de ces matériaux pour leur forte aimantation ( $\sim 19$  kG). Le choix de l'élément d'addition X est crucial et nous avons pu vérifier que Ta et Hf augmentaient très favorablement la limite de solubilité de l'azote dans le fer. L'incorporation d'azote en solution solide interstitielle s'accompagne alors d'un changement de microstructures d'un état cristallin colonnaire vers un état quasi-amorphe, tous deux défavorables, en passant par une structure intermédiaire nanocristalline pour laquelle les propriétés magnétiques sont très optimales. L'obtention et la stabilisation de cette phase où les grains nanométriques de FeXN sont finement dispersés dans une matrice amorphe plus riche en X sont donc déterminantes. Ainsi, nous avons pu montrer que les films nanocristallins FeTaN et FeHfN possèdent un comportement gyromagnétique très faiblement amorti jusqu'à plus de 2 GHz, en parfaite adéquation avec le modèle théorique LLG et qu'il est possible d'étendre à plus de 3 GHz en jouant par exemple sur l'angle d'incidence du dépôt. Les films FeHfN comparés aux films FeTaN ont bénéficié d'une plus forte aimantation et d'une meilleure reproductibilité de leur phase nanocristalline puisque la transition vers l'état amorphe est plus douce. Or, l'aimantation est la caractéristique déterminante au sens où elle garantit une perméabilité élevée et permet le contrôle de la fréquence de FMR jusqu'à plus de 10 GHz comme nous l'avons vu au chapitre 4. L'étude s'est donc poursuivie avec le film de composition optimale

de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  caractérisée par  $4\pi\text{Ms} = 19\text{kG}$ ,  $H_k = 20\text{ Oe}$ ,  $\alpha = 0.011$ ,  $\rho = 110\ \mu\Omega.\text{cm}$ . Ces conclusions relatives aux excellentes caractéristiques RF de ces films qui n'avaient jamais été totalement établies ont été ensuite nuancées par une limitation importante sur l'épaisseur exploitable pour ces films (moins de 200 nm). En effet, au-delà, l'apparition de fluctuations locales d'aimantation ou la formation d'une structure de domaines en rubans masque totalement leur potentiel pour la RF, ce qui rejoint l'image négative souvent attribuée à ces films dans la littérature. Cette limitation en épaisseur a été pénalisante du point de vue de l'application et nous a obligé à utiliser ces films sous forme de matériaux lamellés comme nous l'avons décrit au chapitre 4. Nous avons également étudié la stabilité thermique du film optimisé vis-à-vis d'une élévation potentielle de la température, soit au cours du fonctionnement du dispositif, soit au cours des étapes technologiques de fabrication. Les résultats n'ont montré qu'une stabilité relative jusqu'à 250°C environ, avec une sensibilité très pénalisante à tout champ perturbant non colinéaire à l'axe facile de dépôt dès 100°C. Toutefois, l'adaptation du procédé de fabrication a permis d'en exploiter par la suite tout le potentiel. A l'inverse, les films contenant 6 % atomique d'azote sembleraient offrir une plus grande stabilité en fonction de la température jusqu'à 400°C. Ceci aurait du nous amener à reconsidérer la composition optimale des films FeHfN précédemment établie à 10 % atomique de N, ce qui n'a pas pu être fait en réalité dans la chronologie du travail.

L'objectif du chapitre 3 était de faire évoluer le matériau précédent vers une version granulaire avec une résistivité plus élevée et en conservant une forte aimantation. Ceci a été réalisé avec succès en oxydant sélectivement le FeHfN, mais a souffert aussi de limitations importantes. La combinaison  $\text{N}_2 + \text{O}_2$  a certes permis d'atteindre les niveaux de résistivité souhaités ( $\geq 10^4\ \mu\Omega.\text{cm}$ ) mais les films n'ont alors retenu qu'une aimantation modérée ( $\leq 10\text{ kG}$ ). Le compromis le plus acceptable a été établi avec  $\rho \approx 500\ \mu\Omega.\text{cm}$  et  $4\pi\text{Ms} \approx 12\text{ kG}$ , ce qui est mieux que l'état de l'art mais a confirmé aussi la difficulté à concilier ces deux grandeurs. Nous avons anticipé correctement le caractère sélectif de l'oxydation au profit de Hf et non de Fe et supposé à juste titre que la microstructure propre au film nitruré, notamment de part la présence de la phase amorphe riche en Hf, était favorable à l'augmentation de  $\rho$  tout en conservant un  $4\pi\text{Ms}$  élevé. Ceci s'est effectivement vérifié mais a été nuancé par un autre effet. L'oxydation sélective s'accompagne en effet d'un appauvrissement en Hf des nanograins de FeHfN qui finissent alors par s'oxyder, entraînant une diminution rapide de l'aimantation. Cette étude répondait aussi à une motivation très exploratoire, qui a permis de révéler des résultats nouveaux. En particulier, nous avons montré que l'oxygène est à l'origine d'une autre source d'anisotropie induite qui reste à ce stade inexplicée et dont la particularité est de posséder un axe facile à 90° de la direction normalement figée par les conditions de dépôt sous champ. Nous avons conclu que les films de FeHfO, contrairement à l'état de l'art, possèdent un comportement magnétique dynamique intrinsèque très satisfaisant qui en fait des candidats à part entière pour des applications RF. Un autre résultat important a concerné la grande robustesse de ces films face à la température jusqu'à plus de 300°C confirmant que l'oxygène est nettement moins sujet aux effets de diffusion que l'azote. L'étude a continué avec les films FeHfNO issus du procédé mixte. Nous avons mis en évidence alors un comportement totalement inattendu où les effets propres à l'oxydation perdurent en même temps que ceux spécifiques à la nitruration. Les films de FeHfNO apparaissent donc très doux pour des concentrations en azote modérées et surtout affichent un comportement anisotrope atypique qui résulte de la somme vectorielle des contributions relatives aux deux procédés : nitruration et oxydation. Nous avons alors révélé un comportement final très rare et parfaitement exploitable du point de vue d'applications RF avec de la perméabilité sur une très grande excursion angulaire (plus de 45°), ce qui est contraire aux films classiquement uniaxiaux. Dans une dernière partie, nous nous sommes

intéresser au caractère « dual » des films granulaires qui sont à la fois magnétiques et diélectriques et nous avons, pour la première fois, pu estimer la permittivité de tels matériaux qui s'est avérée particulièrement élevées ( $\epsilon' \sim 200$ ). La structure granulaire semble également responsable de fortes pertes dues probablement à des courants de fuite importants.

Le chapitre 4 répond à l'objectif d'une démonstration de fonctionnalité du concept des spirales avec plans magnétiques continus (Solid Magnetic Planes) qu'il était nécessaire de obtenir suffisamment tôt dans la chronologie du projet. Celui-ci a été parfaitement rempli et a servi à alimenter le volet du chapitre 5 consacré à la simulation. Le choix pour l'intégration s'est donc porté sur une version résistive du FeHfN mais par voie de laminations avec un oxyde, solution la plus mature à ce stade du travail. Ainsi, l'objectif chiffré d'un gain d'inductance d'au moins 30 % a été parfaitement réalisé en respectant de plus la contrainte imposée d'une fréquence de FMR très élevée que nous avons pu mesurer jusqu'à plus de 10 GHz. L'utilisation d'une couche magnétique laminée et couplée au sens d'une fermeture de flux par « edge curling » s'est montrée très avantageuse en conférant aux quatre plans magnétiques un caractère bidirectionnel avec une seule étape de dépôt. A l'inverse, un constat mitigé a dû être dressé à propos de facteurs de qualité fortement dégradés par rapport à ceux des selfs de référence, ce qui nous a semblé alors totalement paradoxal avec les valeurs très élevées des fréquences de FMR atteintes. Si à ce stade, la problématique du facteur de qualité reste posée, la démonstration de gain sur l'inductance d'une spirale a été établie et a confirmé la possibilité d'un redimensionnement des inductances de départ pour une plus grande compacité, potentiel dont nous avons ensuite cherché les limites extrêmes par simulation.

Au chapitre 5, pour la première fois, nous avons montré que des logiciels 3D pour la RF pouvaient traiter correctement de la problématique des matériaux magnétiques anisotropes dont la perméabilité complexe dépend de la fréquence mais aussi de la géométrie. Les résultats ont confirmé un potentiel d'augmentation de l'inductance de 30 % avec une topologie de type TOP qui a ensuite été étendue à plus de 100 % avec la topologie SANDWICH. A ce constat particulièrement avantageux sur L, s'est rapidement opposé celui sur Q qui s'est montré anormalement limité vis-à-vis des seules pertes gyromagnétiques. Des simulations spécifiques ont alors permis de dégager un résultat important qui montre que le comportement du facteur de qualité des spirales est limité très tôt en fréquence par des pertes en excès (qui dépendent de  $f^2$ ) qui ne proviennent ni du caractère gyromagnétique, ni des effets capacitifs ou induits classiques mais des effets de proximités. Des solutions de contournement ont été validées. Les simulations ont ensuite démontré toute la pertinence du principe du redimensionnement qui était l'objectif important de ce chapitre. Nous avons prouvé la possibilité d'un gain en compacité de 25 à 50 % qui se double d'une amélioration du facteur de qualité puisque les effets de proximité qui sont les plus pénalisants s'en trouvent réduits (moins de tours). La faisabilité d'un facteur de qualité équivalent à celui de la self d'origine a donc été établie, ce qui constituait le point le plus critiqué de l'état de l'art. D'autres simulations ont exploré les avantages et les inconvénients de la version granulaire du matériau (FeHfNO). Elles ont montré l'intérêt d'un compromis entre très haute résistivité et aimantation plutôt modérée, ce qui relâche finalement la contrainte sur cette grandeur que nous nous étions imposée au chapitre 3. Le rapprochement des plans et de la self permet d'augmenter le gain sur L jusqu'à 50 % en configuration TOP sans augmenter les pertes capacitives et en réduisant également les pertes dominantes dues aux effets de proximité grâce à l'aimantation plus faible. Cette partie nous a permis également de vérifier que le caractère diélectrique du matériau granulaire était négligeable dans la plage de fréquence qui nous intéresse. Le chapitre 5 a clôturé ce manuscrit mais laisse également ouvertes des voies d'exploration et d'optimisation, en confirmant pleinement le potentiel des inductances

ferromagnétiques pour un gain en compacité (donc en coût) significatif de l'ordre de 50 % avec un surcoût modéré. En ce sens, notre travail sur les inductances spirales avec des plans magnétiques continus et bidirectionnels est tout à fait original et parmi les plus avantageux en version TOP puisqu'il ne recourt qu'à un seul dépôt magnétique. A l'issue de ce travail, nous pourrions aussi suggérer d'étendre les potentialités de ces matériaux à des applications de « cross-talk » ou de blindage.

# Annexes

<b>1</b>	<b>Systèmes d'unités.....</b>	<b>305</b>
<b>2</b>	<b>Techniques d'élaboration .....</b>	<b>306</b>
2.1	La pulvérisation cathodique.....	306
2.1.1	Principe de fonctionnement.....	306
2.1.2	Le procédé diode à tension continue ou diode DC (direct current) .....	307
2.1.3	Le mode diode à tension alternative haute fréquence ou diode H.F. ....	307
2.2	Dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma : PECVD.....	308
2.3	Dépôts électrolytiques des matériaux métalliques .....	308
2.4	Photolithographie.....	309
2.5	Gravure par usinage ionique .....	309
2.6	Planarisation mécano-chimique (PMC).....	310
<b>3</b>	<b>Méthodes de caractérisations magnétiques et mesure de contraintes.....</b>	<b>311</b>
3.1	Méthodes de caractérisations magnétiques .....	311
3.1.1	Statique : le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) .....	311
3.1.2	Statique pleine tranche : l'hystérésimètre.....	312
3.1.3	Dynamique : le perméamètre .....	312
3.1.4	L'effet magnéto-optique : effet Kerr longitudinal.....	314
3.1.5	Mesure de la magnétostriction .....	315
3.2	Mesure de contraintes.....	316
3.2.1	Contraintes d'origine thermique.....	316
3.2.2	Contraintes intrinsèques .....	316
<b>4</b>	<b>Méthodes de caractérisations physico-chimiques.....</b>	<b>318</b>
4.1	Interactions électron – matière .....	318
4.2	Microscope électronique à transmission (MET) .....	319
4.3	La diffraction de rayons X .....	321
4.4	Rutherford Backscattering Spectroscopy .....	322
4.5	Analyse par Réaction Nucléaire.....	322
<b>5</b>	<b>Spectres de perméabilité en température de films de FeTaN et FeHfN avec différentes teneurs en azote .....</b>	<b>323</b>
5.1	FeTaN optimisé : $(\text{FeTa})_{83}\text{N}_{17}$ .....	323
5.2	Films de FeHfN peu nitruré : $(\text{FeHf})_{97}\text{N}_3$ .....	323
5.3	Films de FeHfN peu nitruré : $(\text{FeHf})_{94}\text{N}_6$ .....	324
5.4	Films de FeHfN peu nitruré : $(\text{FeHf})_{93}\text{N}_7$ .....	325
5.5	Films de FeHfN optimisé : $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$ .....	325

5.6	Films de FeHfN surnitruré : $(\text{FeHf})_{86}\text{N}_{14}$ .....	326
6	Spectres de perméabilité en fonction de la température de mesure de films de $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$ élaboré avec $80^\circ$ d'inclinaison .....	327
7	Spectres de perméabilité de films de FeHf(N)O en fonction de l'angle.....	328
7.1	Film A : $(\text{FeHf})_{93}\text{O}_7$ .....	328
7.2	Film B : $(\text{FeHf})_{88}\text{N}_3\text{O}_9$ .....	329
7.3	Film C : $(\text{FeHf})_{79}\text{N}_9\text{O}_{12}$ .....	330
	Références .....	331

# 1 Systèmes d'unités

Le tableau ci-dessous regroupe les facteurs de conversion entre les unités CGS et SI qui sont utilisées dans ce manuscrit. Nous rappelons également la valeur de la constante de perméabilité  $\mu_0$  dans ces deux systèmes ainsi que la relation liant l'induction magnétique B, l'aimantation M et le champ magnétique H.

Symbole	Entité Physique	Unité SI	Unité CGS	Conversion
<b>B</b>	Induction magnétique	Tesla (T)	Gauss (G)	$10^4 \text{ G} = 1 \text{ T}$
<b>M<sub>s</sub></b>	Aimantation	A/m	emu/cm <sup>3</sup>	$1 \text{ emu/cm}^3 = 1 \text{ kA/m}$
<b>H</b>	Champ magnétique	A/m	Oersted (Oe)	$1 \text{ Oe} = 1 \text{ G} \sim 80 \text{ A/m}$ $1 \text{ A/m} = 4\pi \times 10^{-3} \text{ Oe}$
<b>F</b>	Force	N	dyne	$10^5 \text{ dyne} = 1 \text{ N}$
<b>E</b>	Energie	Joule (J)	erg	$10^7 \text{ erg} = 1 \text{ J}$
<b><math>\mu_0</math></b>	Constante de perméabilité	$(4\pi \times 10^{-7})$	(1)	

SI	CGS
$B = \mu_0 (H + M_s)$	$B = H + 4\pi M_s$

## 2 Techniques d'élaboration

Sont présentées ici les seules techniques de dépôts de couches minces utilisées dans le cadre de ce projet ainsi que les principaux procédés technologiques utilisés pour l'élaboration des dispositifs. La pulvérisation cathodique a été consacrée aux dépôts de films de FeTaN, FeHfN, FeHfO et FeHfNO ainsi que SiO<sub>2</sub> et HfO<sub>2</sub>, la méthode de dépôt chimique par voie vapeur (PECVD) aux dépôts de films de SiO<sub>2</sub> et l'électrolyse au dépôt de Cu épais des bobines.

### 2.1 La pulvérisation cathodique

La méthode de dépôt choisie pour les films magnétiques est la pulvérisation cathodique ou « sputtering ». Il s'agit d'un procédé de dépôt sous vide fonctionnant à froid en plasma luminescent permettant de déposer tous types de matériaux simples ou composés, conducteurs ou diélectriques.

#### 2.1.1 *Principe de fonctionnement*

Le matériau à déposer est introduit dans l'enceinte sous forme d'un disque de quelques millimètres d'épaisseur et fixé sur une électrode négative de 3 à 4 kilovolts constituant la cible ou cathode. Le porte substrat constituant l'anode est placé à quelques centimètres de la cible et est maintenu à la masse. Un vide poussé est réalisé dans l'enceinte ( $< 10^{-7}$  mbar pression du gaz résiduel) afin d'éviter les phénomènes de pollution. Un gaz neutre à pression réduite est introduit, en général de l'argon très pur ( $10^{-4}$  à 1 mbar).

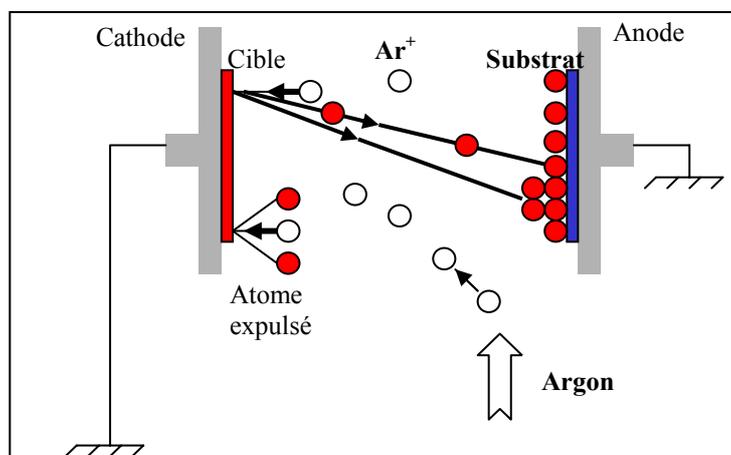


Figure 1 : Principe de la pulvérisation cathodique.

Si la pression résiduelle dans l'enceinte est comprise entre  $10^{-2}$  et 1 mbar alors le champ électrique créé entre les deux électrodes provoque l'ionisation du gaz d'argon. Les électrons vont ioniser à leur tour d'autres atomes d'argon produisant des ions et d'autres électrons, le système s'auto-entretient et un plasma est formé. L'argon devenant conducteur, un courant électrique s'établit entre les deux électrodes. Le flux d'électrons se dirige vers l'anode tandis que les ions positifs sont attirés par la cible. Ceux-ci percutent la cible et transfèrent aux particules de la cible leur énergie cinétique. Cette collision provoque l'éjection d'un ou plusieurs atomes, éventuellement d'un électron secondaire et plus rarement d'un ion (figure 1). Les atomes de la cible sont éjectés dans toutes les directions et une partie se condense sur le substrat tandis que les électrons secondaires permettront l'ionisation du gaz résiduel nécessaire au maintien du plasma. Les ions Ar<sup>+</sup> sont généralement neutralisés et retournent dans l'enceinte sous forme d'atomes. La couche se crée alors progressivement avec des vitesses de dépôt de l'ordre de quelques fractions à quelques centaines d'Å/s. Cette technique est bien

adaptée aux dépôts de couches ultra-minces. Le groupe utilisé dans le cadre de ce projet est un bâti Plassys qui dispose de trois cibles : FeTa, FeHf et HfO<sub>2</sub> remplacé ensuite par du SiO<sub>2</sub>. L'application d'un champ magnétique (100 Oe) au niveau du substrat par le biais d'aimants permet de générer des anisotropies induites dans les couches ferromagnétiques (Hk).

Ce bâti de pulvérisation cathodique comprend deux procédés :

- le procédé diode à tension continu ou diode DC,
- le procédé diode à tension alternative haute fréquence ou diode H.F.

### *2.1.2 Le procédé diode à tension continue ou diode DC (direct current)*

Le matériau à déposer est fixé sur la cathode portée à un potentiel négatif tandis que le substrat est relié à la masse et constitue l'anode. Dans ce type de procédé, le nombre d'ions argon percutant la cible par unité de temps donc le courant ionique est proportionnel à l'épaisseur de la couche déposée. Il est adapté pour déposer des matériaux conducteurs (métaux, alliages) et également des matériaux faiblement conducteurs tels que le germanium, le silicium, le carbone .... Ce procédé ne permet pas de pulvériser directement un matériau diélectrique car les charges électriques apportées par les ions positifs sur la cible ne peuvent être écoulées par le matériau isolant et le processus de pulvérisation peut s'arrêter. Dans ce cas, il faut avoir recours au procédé diode H.F.

La vitesse de dépôt des couches peut être augmentée en utilisant un champ magnétique à la surface de la cible, généré par des aimants permanents. Le champ magnétique créé au voisinage de la cible permet de confiner les électrons près de la surface. Ils ont une trajectoire hélicoïdale à cause de la combinaison du champ électrique et du champ magnétique. La modification des trajectoires électroniques augmente la probabilité de choc entre des électrons et des atomes d'Ar. Le taux d'ionisation et les vitesses de dépôt sont multipliés jusqu'à cinquante dans le cas du dispositif DC.

### *2.1.3 Le mode diode à tension alternative haute fréquence ou diode H.F.*

Elle est généralement utilisée lorsque le composé chimique à déposer est un isolant électrique. C'est ce procédé que nous avons utilisé pour le dépôt de tous nos films magnétiques puisqu'ils sont soit très résistifs soit faiblement conducteurs. En effet, dans ce cas, les charges électriques apportées par les ions ne peuvent s'écouler. Cette accumulation de charge constitue un écran pour les ions argon qui doivent bombarder la cible et conduit à une rupture de l'entretien du plasma. De manière à attirer alternativement les ions positifs qui pulvérisent les atomes et les électrons qui neutralisent les charges positives apportées par les ions, la cible sera tantôt polarisée positivement tantôt négativement. Le matériau (conducteur ou diélectrique) est fixé sur une électrode plane ou cylindrique relié à un générateur H.F. Une tension alternative dans la gamme de fréquence radio, généralement de 13,56 MHz est alors appliquée entre la cible et le substrat. La différence de charge entre les électrons et les ions du plasma fait que seuls les électrons sont capables de suivre les variations temporelles de la tension. De ce fait, beaucoup plus d'électrons viennent frapper la cible lorsque celle-ci est positive que d'ions Ar<sup>+</sup> pendant l'alternance négative. Il s'en suit l'apparition d'une tension continue d'auto polarisation de la cible et la formation d'une charge d'espace qui va accélérer les ions Ar<sup>+</sup> vers le matériau à déposer et permettre la pulvérisation.

Tous les matériaux conducteurs ou isolants peuvent être déposés soit par pulvérisation directe du matériau massif soit par pulvérisation réactive où il est introduit un gaz chimiquement actif pendant la phase de pulvérisation. Pour le dépôt de films de FeHfN et FeHfNO par exemple une pression partielle de diazote et/ou de dioxygène est introduite. Un des principaux avantages de ce procédé est de pouvoir obtenir des couches stœchiométriques reproductibles.

## 2.2 Dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma : PECVD

Le dépôt d'oxyde  $\text{SiO}_2$  a été principalement élaboré par PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition). Comme dans tout procédé CVD, l'élément que l'on désire déposer est assemblé dans la phase gazeuse (figure 2). On favorise ensuite la nucléation du film sur le substrat. Dans le cas d'un procédé PECVD, la dissociation des gaz  $\text{SiH}_4$  (dilué dans  $\text{N}_2$ ) et  $\text{N}_2\text{O}$  injectés dans la chambre est aidée par une décharge plasma. L'énergie apportée par le plasma permet d'abaisser la température du dépôt. Les dépôts ont été soit réalisés à  $220^\circ\text{C}$  soit à  $120^\circ\text{C}$ .

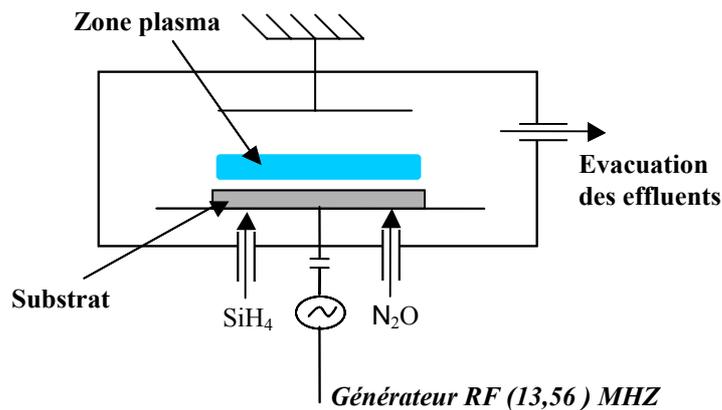
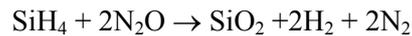


Figure 2 : Schéma de principe d'un réacteur de dépôt PECVD.

## 2.3 Dépôts électrolytiques des matériaux métalliques

La technique de dépôt électrolytique de matériaux métalliques combine un électrolyte qui contient en solution les ions constitutifs du matériau à déposer, une anode, une cathode et un générateur électrique (figure 3 (a)). Pour réaliser un dépôt, le substrat recouvert d'une sous-couche conductrice (ici  $\text{Ti} / \text{Cu}$ ) est placé dans un porte-substrat (figure 3 (b)). L'anneau de cuivre conduit le courant électrique sur toute la plaque par l'intermédiaire de la sous-couche conductrice. Avec ce dispositif, la cathode n'est autre que le substrat lui-même. De manière générale, lorsqu'on applique une tension entre l'anode et la cathode, une réduction a lieu au niveau de la cathode et une oxydation au niveau de l'anode. La réaction de réduction au niveau de la cathode se traduit par un dépôt sur la sous-couche qui recouvre le substrat. Pour réaliser un dépôt localisé il suffit de couvrir la sous-couche de résine sauf au niveau de l'anneau de cuivre et des motifs (photolithographie).

En ce qui concerne le dépôt électrolytique de cuivre, l'électrolyte est une solution de sulfate de cuivre  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  et l'anode est une électrode de graphite. La présence d'une différence de potentiel électrique entre la cathode et l'anode provoque les deux réactions qui suivent :

A l'anode positive, les ions négatifs  $\text{SO}_4^{2-}$  et les molécules d'eau peuvent s'oxyder :



A la cathode négative, les ions positifs  $\text{Cu}^{2+}$  et les molécules d'eau peuvent se réduire :



Bilan de la transformation :  $\text{Cu}^{2+} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Cu}(s) + 1/2\text{O}_2 + 2\text{H}^+$

Les principaux avantages du dépôt électrolytique sont sa forte vitesse de dépôt permettant d'atteindre de fortes épaisseurs (de l'ordre de 10 à 15  $\mu\text{m}$ ).

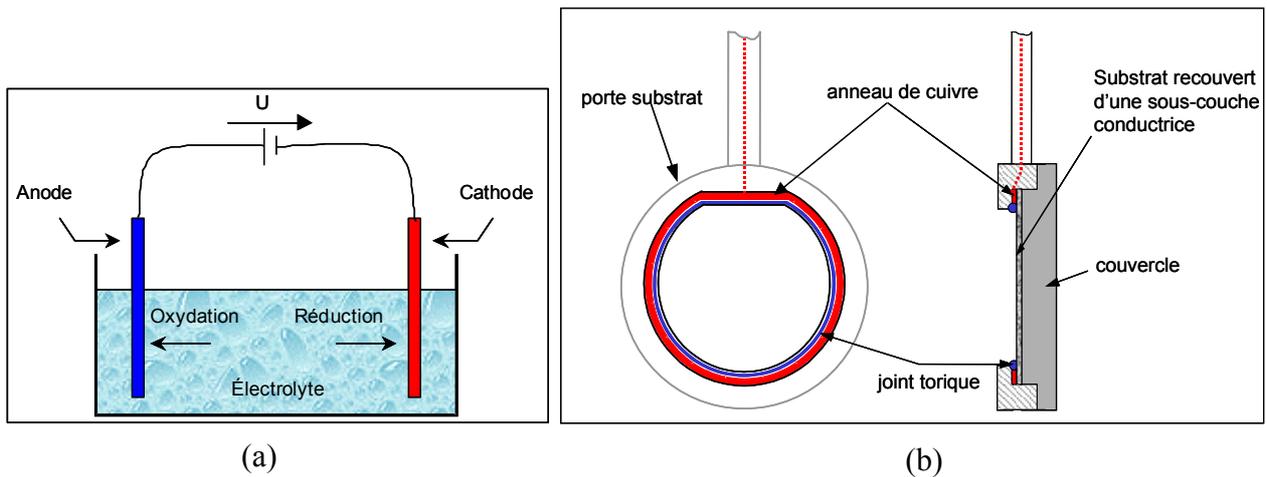


Figure 3 : Schéma de principe du dépôt électrolytique (a) et vue schématique d'un porte-substrat pour le dépôt électrolytique (b).

## 2.4 Photolithographie

La photolithographie permet de transférer sur le substrat une géométrie définie sur un masque. Ce procédé combine les éléments suivants : une résine photosensible, un masque et un appareillage d'insolation Ultra Violet permettant les alignements (figure 4). La résine (positive) est un mélange d'un polymère, d'un composé photosensible et d'un solvant. Le polymère sert à assurer la tenue mécanique du film et la résistance à une éventuelle gravure. Le solvant permet de conserver la résine sous forme liquide. La première étape consiste à étaler la résine par centrifugation sur le substrat. Un recuit permet d'évacuer tout ou une partie du solvant pour solidifier le film. L'équipement d'insolation permet ensuite de venir positionner un masque au-dessus du substrat. Ce masque est une plaque de verre recouverte d'une couche de chrome. Les motifs à reporter sur le substrat sont évidés dans le chrome. La résine n'est soumise aux ultraviolets qu'au niveau des motifs. Le développeur est une solution chimique qui dissout la résine modifiée par l'exposition aux ultraviolets. Ce film de résine pourra par exemple servir à protéger une partie de la plaque pendant une gravure ou pendant une électrolyse. Pour certaines gravures il sera nécessaire de polymériser la résine par un recuit (c'est à dire d'augmenter la taille des chaînes de polymères) pour rendre le film plus résistant.

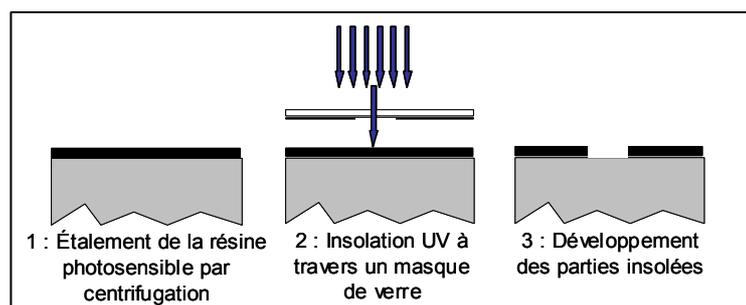


Figure 4 : Les trois étapes de base d'une photolithographie.

## 2.5 Gravure par usinage ionique

L'utilité de l'usinage ionique est de pouvoir graver tous les matériaux sans prendre en compte leur réactivité. Pour ce faire, il faut privilégier l'action mécanique. On utilise donc des ions argons extraits d'un plasma et accélérés vers le substrat. Le plasma et la zone d'accélération des ions argons sont séparés. Dans la zone de création du plasma, un filament de tungstène sert de source d'électrons.

Ces électrons sont ensuite attirés par l'anode tout en subissant l'influence de bobines ce qui permet d'augmenter le libre parcours moyen. Les chocs entre les électrons et l'argon ionisent le gaz. La grille d'extraction, portée à un potentiel négatif, permet d'extraire les ions de la zone plasma. Une fois dans la chambre principale, ils subissent l'action de la tension d'accélération et viennent heurter le substrat (figure 5).

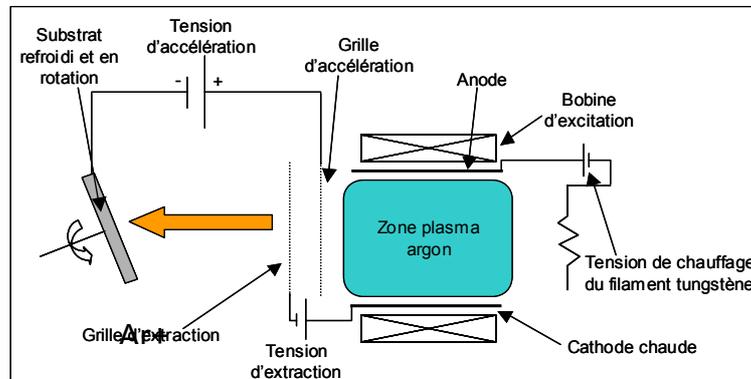


Figure 5 : Principe de l'usineur ionique.

## 2.6 Planarisation mécano-chimique (PMC)

La Planarisation mécano-chimique est utilisée pour planariser les dépôts métalliques après dépôts électrolytiques mais aussi pour améliorer l'état de surface des plaques avant les collages moléculaires. Dans sa configuration la plus simple, une machine de PMC rassemble les éléments indiqués par la figure 6. La machine est constituée d'un plateau et d'une tête porte substrat. Le plateau est recouvert d'un feutre de polissage, sur lequel une solution appelée slurry est versée régulièrement. En général cette solution contient des particules abrasives et une solution ayant une action chimique sur le matériau à planariser (par exemple un agent oxydant dans le cas du cuivre). La tête et le plateau sont en rotation. L'axe de la tête décrit un mouvement périodique par rapport à l'axe du plateau. La combinaison de ces mouvements permet d'obtenir une vitesse relative entre le feutre et la face à planariser du substrat sur toute la surface de la plaque. Les vitesses de consommations des matériaux dépendent des paramètres de la machine mais aussi du type de slurry. Par ailleurs la forme et la répartition des motifs dans le plan, ainsi que la forme des reliefs à planariser ont aussi une grande importance.

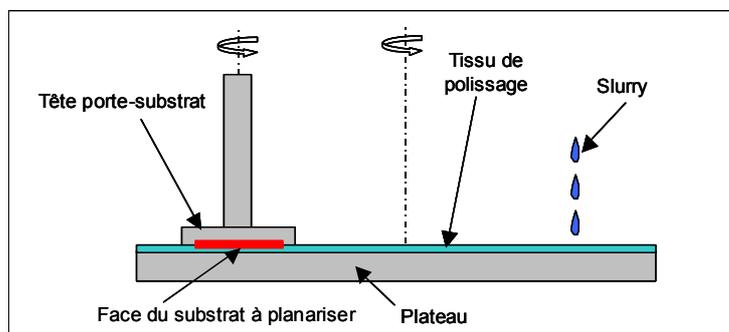


Figure 6 : Schéma de principe d'une machine de planarisation mécano-chimique.

## 3 Méthodes de caractérisations magnétiques et mesure de contraintes

### 3.1 Méthodes de caractérisations magnétiques

Cette partie présente le principe et décrit succinctement les appareillages utilisés pour caractériser les propriétés des matériaux magnétiques étudiées au cours de cette thèse.

#### *3.1.1 Statique : le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM)*

Le VSM (Vibrating Sample Magnetometer) donne une description du cycle d'hystérésis ainsi qu'une mesure de l'aimantation totale de l'échantillon. Le principe est basé sur la mesure de la tension induite dans une bobine fixe par le mouvement d'un échantillon magnétique polarisé par le champ d'excitation.

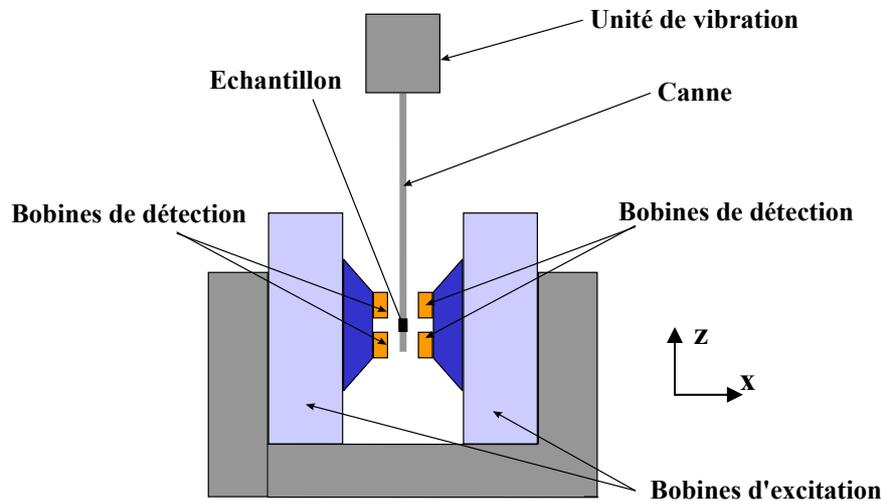


Figure 7 : Schéma de principe du VSM.

L'échantillon est fixé sur une canne qui vibre entre deux bobines et plongé dans un champ magnétique créé par un électroaimant (figure 7). Les vibrations de l'échantillon sont verticales (axe z), à une fréquence  $f_0 = \omega/2\pi$  et d'amplitude constante  $z_0$ . Le mouvement de l'échantillon décrit par la relation  $z = z_0 \sin \omega_0 t$  provoque une variation de flux (proportionnelle à l'aimantation du matériau) captée par quatre bobines de détection placées de part et d'autre de l'échantillon. Le champ magnétique est horizontal (axe Ox).

$$e = -\frac{d\phi}{dt} = -m \frac{d(B_x / I)}{dz} \frac{dz}{dt} \quad (1)$$

L'aimantation moyenne de l'échantillon (en Gauss) peut s'obtenir en divisant le moment magnétique (en emu) par le volume de l'échantillon (en  $\text{cm}^3$ ) :

$$4\pi M_s = \frac{4\pi \cdot \text{moment}_\text{magnétique}}{V} \quad (2)$$

La distance et la géométrie des bobines de détection sont calculées de façon à ce que le déplacement de l'échantillon ait lieu dans un gradient de champ constant. Le signal fourni par ces bobines étant proportionnel à la dérivée première de l'aimantation, après intégration et amplification de ce signal à l'aide d'une détection synchrone, on obtient le cycle d'hystérésis du matériau.

L'appareil permet de mesurer des cycles d'hystérésis de matériaux magnétiques dans une gamme de champ généré par l'électroaimant de  $10^{-2}$  Oe jusqu'à  $2.10^4$  Oe.

### 3.1.2 Statique pleine tranche : l'hystérésimètre

Les propriétés magnétiques des couches magnétiques déposées pleine tranche (sur un wafer entier) sont mesurées à l'aide d'un hystérésimètre. Les échantillons sont soumis à un champ appliqué à la fréquence industrielle de 50 Hz, produit par un bobinage primaire approprié. Le principe général alors utilisé est basé sur la loi de l'induction électromagnétique : toute variation du flux  $\phi$  coupé par une bobine produit dans celle-ci une tension induite proportionnelle à  $d\phi/dt$ . Si l'on sait mesurer cette tension en fonction de l'excitation qui produit la variation de flux, on peut remonter par intégration à la valeur de l'aimantation et donc tracer le cycle d'hystérésis. Cet appareil est muni de deux capteurs qui permettent d'appliquer un champ soit parallèle soit perpendiculaire à la surface des couches. Ils comportent : une bobine d'aimantation, une bobine de lecture placée à l'intérieur, autour de l'échantillon. Le champ maximal que l'on peut appliquer est de l'ordre de 400 Oe.

### 3.1.3 Dynamique : le perméamètre

#### Perméamètre du CEA Leti

La méthode utilisée est la mesure de la perméabilité par perturbation en spire [1]. Un échantillon magnétique est introduit dans une bobine de mesure et en modifie l'inductance dans une gamme de fréquence donnée. D'un point de vue électronique la spire est un quadripôle dont on mesure le coefficient  $S_{11}$  (coefficient de réflexion). On réalise d'abord une mesure à vide avec la bobine seule, puis on introduit l'échantillon, l'insertion de la couche mince est vue comme une perturbation de la bobine.

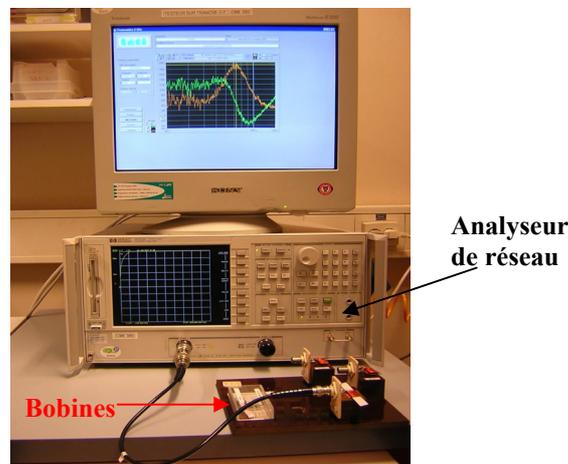


Figure 8 : Description du perméamètre.

L'excitation et la mesure sont faites à l'aide d'un analyseur de réseaux HP 8553 (figure 8). A l'intérieur de la spire, il passe un courant hyperfréquence sinusoïdal créant ainsi un champ uniaxial alternatif de très faible amplitude (quelques mOe) à l'intérieur de la bobine. Dans le cas d'une mono-spire, on peut considérer qu'il est proportionnel au courant traversant la spire.

$$\tilde{h}_{rf} = \frac{K \cdot \tilde{i}}{l} \quad (3)$$

$\tilde{h}_{rf}$  est la norme du champ hyperfréquence,  $l$  la longueur de la spire,  $\tilde{i}$  le courant et  $K$  une constante de proportionnalité.

La variation de flux entre la mesure avec et sans l'échantillon s'écrit :

$$\Delta\phi = (\mu_e - 1) \cdot \tilde{h}_{rf} \cdot l \cdot e \quad (4)$$

$\mu_e$  est la perméabilité de l'échantillon et  $e$  son épaisseur.

D'après la loi de Faraday, la variation de tension complexe induite par l'échantillon vaut :

$$\Delta\bar{V} = 2\pi j \cdot f \cdot (\mu_e - 1) \cdot \tilde{h}_{rf} \cdot l \cdot e \quad (5)$$

$f$  est la fréquence de travail.

En substituant la valeur du champ  $\tilde{h}_{rf}$  de la première équation dans l'équation précédente, on en déduit la variation d'impédance due à l'insertion magnétique :

$$\Delta Z = j2\pi \cdot f \cdot K \cdot (\mu_e - 1) \cdot e \quad (6)$$

En séparant la partie réelle et la partie imaginaire de la perméabilité, on en déduit les expressions

$$\text{suyvantes} \quad \mu' = \frac{\Delta Z''}{Ke2\pi f} + 1 \quad \mu'' = \frac{\Delta Z'}{Ke2\pi f} \quad (7)$$

L'expression détaillée de la perméabilité est donnée ci-dessous :

$$\mu' = \frac{1}{\mu_0} \left( \frac{Zi_c - Zi_v}{\omega_{mes}} \right) \cdot \frac{K}{n'^2 \cdot V} + 1 \quad \mu'' = \frac{1}{\mu_0} \left( \frac{Zr_c - Zr_v}{\omega_{mes}} \right) \cdot \frac{K}{n'^2 \cdot V} \quad (8)$$

$Zr_{c/v}$  : Partie réelle de l'impédance de la bobine en charge et à vide

$Zi_{c/v}$  : Partie imaginaire de l'impédance de la bobine en charge et à vide

$\omega_{mes}$  : Pulsation de mesure ( $\omega = 2\pi f$ )

$K$  : Facteur correctif de la fréquence de résonance  $K = \left[ 1 - \left( \frac{\omega_{mes}}{\omega_{res}} \right)^2 \right]^2$

$n'$  : Nombre de spires par unité de longueur de la bobine

$V$  : Volume du matériau

$\mu_0$  : Perméabilité magnétique du vide

La sensibilité de ce type d'appareil dépend fortement des dimensions géométriques de la spire. On ne peut pas par conséquent, avoir simultanément une grande sensibilité et un domaine de fréquence étendu, d'où la nécessité d'utiliser plusieurs bobines. Pour explorer des fréquences élevées, il convient de réduire le nombre de spires, et d'augmenter la largeur de celle-ci : le cas limite étant une cellule constituée d'une seule spire. Nous disposons de quatre bobines, chacune ayant sa gamme d'utilisation.

	Nombre de spires/mètre	Gamme d'utilisation en fréquence (MHz)	Fréquence de résonance (MHz)
Bobine 5	2058	0,1 → 45	134
Bobine 6	726	1 → 100	360
Bobine 7	247	10 → 200	840
Bobine HF	66	200 → 1500 Car signal très bruité en basse fréquence	4400

Tableau 1: Caractéristique des différentes bobines utilisées.

On considère que la bande de fréquence d'utilisation des bobines est limitée à un tiers de leur fréquence de résonance. En superposant les données obtenues avec chaque bobine, nous pouvons obtenir le spectre en fréquence de l'échantillon de 0,1 MHz à 1500 MHz.

## Mesure de la perméabilité en température : perméamètre du CEA Le Ripault

Le CEA Le Ripault a conçu un banc de mesure de perméabilité en température qui permet de mesurer les spectres de perméabilité de films et de fils ferromagnétiques de 80 K à 400 K sur une gamme de fréquences de 10 MHz à 6 GHz. Le principe est basé sur la même technique de mesure par perturbation de spire seule l'exploitation des résultats est différente [2].

### 3.1.4 L'effet magnéto-optique : effet Kerr longitudinal

Les effets magnéto-optiques désignent les modifications de l'état de polarisation d'un faisceau lumineux en interaction avec un matériau porteur de moments magnétiques. La visualisation des domaines magnétiques par effet Kerr magnéto-optique (MOKE) utilise l'effet de l'aimantation à la surface d'un matériau sur la polarisation de la lumière incidente. Cette rotation du plan de polarisation induite par l'aimantation, dite rotation de Kerr, dépend de l'angle entre l'aimantation locale et la direction de polarisation du rayon incident. La rotation de l'analyseur permet d'obtenir la transmission de la lumière polarisée suivant la même direction et l'extinction de la lumière polarisée dans la direction opposée. On peut donc faire apparaître deux domaines dits de Weiss adjacents, l'un en blanc l'autre en noir.

La dénomination précise de l'effet Kerr dépend de la disposition relative du vecteur aimantation  $M$  par rapport au plan d'incidence (plan déterminé par le rayon incident et la normale du matériau). On distingue ainsi trois types d'effet Kerr (figure 9) :

- L'effet Kerr polaire : aimantation perpendiculaire à la surface réfléchissante.
- L'effet Kerr longitudinal : aimantation parallèle à la surface réfléchissante et au plan d'incidence.
- L'effet Kerr transversal : aimantation parallèle à la surface réfléchissante mais est normale au plan d'incidence.

Les effets polaire et longitudinal induisent une rotation  $\Theta_K$  du plan de polarisation de la lumière et aussi l'ellipticité  $\eta_K$  de la lumière réfléchie pour une polarisation incidente rectiligne.

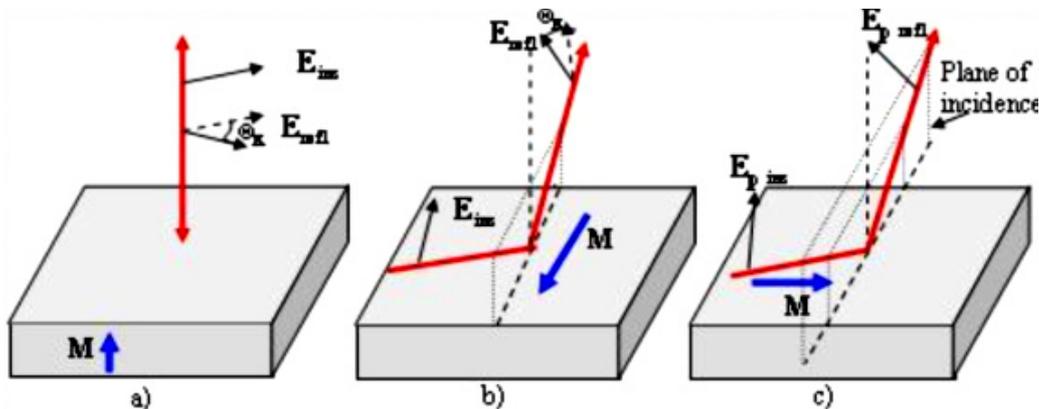


Figure 9 : Configurations géométriques de l'effet Kerr polaire (a), longitudinal (b) et transverse (c).

L'observation de domaines magnétiques à la surface d'un matériau ferromagnétique, dont l'aimantation  $\vec{M}$  est parallèle à la surface, ne peut être envisagée qu'avec la géométrie propre de l'effet Kerr longitudinal ou transversal. L'effet Kerr longitudinal génère essentiellement une rotation, du plan du plan de polarisation qui, bien que faible, est plus facilement observable et mesurable. C'est par cette méthode que nous avons observé la structure en domaines de nos échantillons.

### 3.1.5 Mesure de la magnétostriction

Ces mesures ont été réalisées en Alabama avec la méthode classique de déflexion d'une poutre mesurée de façon optique. Le système de mesure de la magnétostriction est montré par la figure 10 (a) suivante. Le principe de fonctionnement est très bien décrit dans [3]. Pour réaliser une mesure, un échantillon de dimension moyenne 8 mm par 40 mm (avec un rapport longueur sur largeur d'au moins 3) est monté un porte-échantillon standard et positionné avec sa surface parallèle au plan dans lequel le champ magnétique est appliqué. Les électroaimants sont alimentés via un amplificateur par un générateur de signaux Wavetek. Le signal de sortie de l'oscillateur est séparé en deux chacun alimentant un électroaimant. Les deux jeux de bobines sont alimentés par des signaux déphasés de  $90^\circ$  l'un par rapport à l'autre ce qui provoque la rotation du champ appliqué dans le plan de la couche de l'échantillon. L'amplitude du champ au centre de l'échantillon mesuré avec une sonde de Hall peut varier de 0 à 60 Oe en changeant l'amplitude à la sortie de l'oscillateur. Un laser He-Ne de 2 milliwatt est utilisé comme source de lumière du système. Une fois l'échantillon fixé, le point d'impact du faisceau laser sur l'échantillon est repéré. Le faisceau laser réfléchi sur l'échantillon passe à travers un prisme qui transmet la lumière dans un photo-détecteur séparateur. Les signaux séparés en deux issus du détecteur vont dans un circuit électronique qui convertie les courants du photo détecteur en tension et les signaux en sortie représentent la différence de tensions divisée par la somme des tensions. Lorsque le champ magnétique en rotation de fréquence  $f_0$  est appliqué à l'échantillon, celui-ci commence à fléchir avec une fréquence  $2f_0$ . Cette déflexion provoque un changement de position du faisceau réfléchi sur le photodétecteur avec la même fréquence  $2f_0$ . Les deux demi-signaux issus du photodétecteur résultent en un seul signal à l'entrée de l'amplificateur « lock-in » variant à la même fréquence. Quand l'amplificateur est placé à une fréquence de référence de  $2f_0$ , le signal de sortie de l'amplificateur est proportionnel au gain de déflexion de l'échantillon. Le gain de déflexion lorsque l'échantillon est saturé permet de calculer la magnétostriction à saturation du film. Un PC interfacé facilite l'acquisition des données. Un programme contrôle l'amplitude du champ magnétique, reçoit les données de l'amplificateur « lock-in », calcule la constante de magnétostriction du film et trace les résultats. Un exemple est montré sur la figure 10 (b).

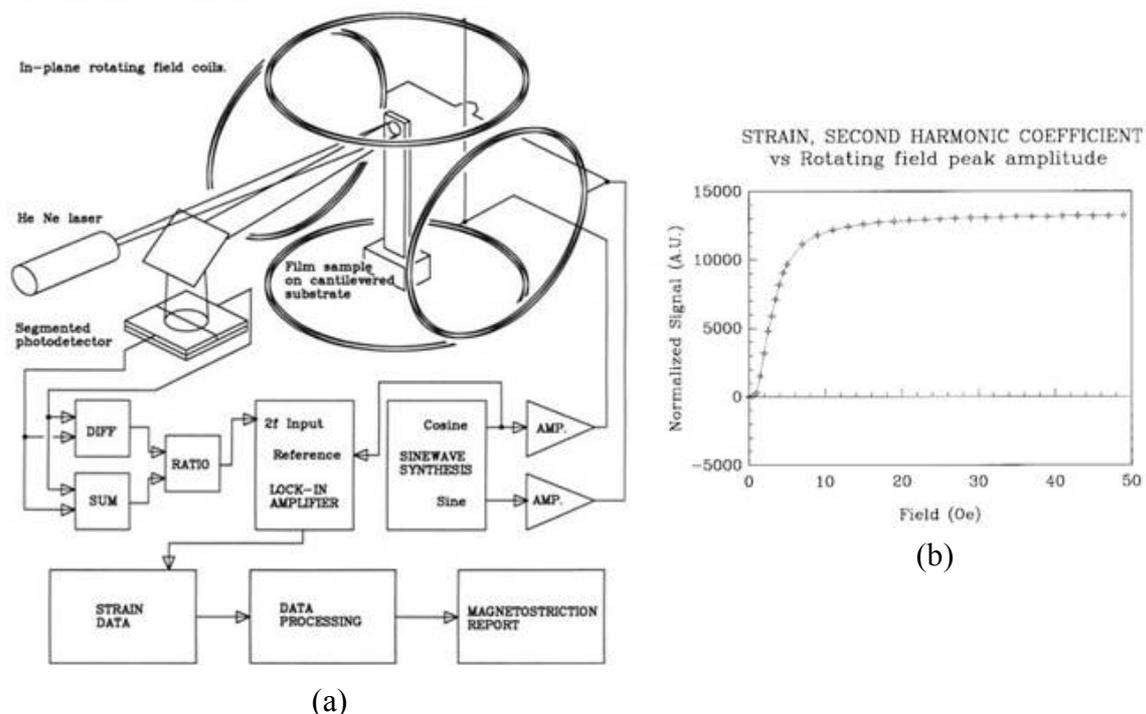


Figure 10 : Schéma du magnétomètre LAMBDA09 (a) et illustration d'une mesure de magnétostriction (b).

## 3.2 Mesure de contraintes

Nous ne possédons pas de banc de mesure directe des contraintes. Nous évaluons alors la valeur de la contrainte à partir de la mesure de flèche pleine tranche obtenue grâce à un profilomètre. Il convient cependant de distinguer différents types de contraintes.

### 3.2.1 Contraintes d'origine thermique

La différence entre les coefficients de dilatation thermique du substrat et du dépôt génère une contrainte dite thermique ( $\sigma_{th}$ ). Les dépôts sont généralement réalisés à une température élevée. Lors du retour à la température ambiante, il y a génération d'une contrainte dans le plan du dépôt qui s'exprime par l'équation suivante :

$$\sigma_{Th} = \frac{E_d}{1 - \nu_d} \cdot (\alpha_s - \alpha_d) \cdot (T - T_0) \quad (9)$$

$E_d$  et  $\nu_d$  correspondent au module d'Young et au coefficient de Poisson du dépôt.  $\alpha_s$  et  $\alpha_d$  sont les coefficients de dilatation du substrat et du dépôt.

$T$  est la température de dépôt et  $T_0$  la température initiale à laquelle le dépôt et le substrat sont dans un état libre de contraintes.

### 3.2.2 Contraintes intrinsèques

Le processus de croissance du matériau sous forme de microstructure génère un autre type de contrainte qu'on appelle contrainte intrinsèque ( $\sigma_{int}$ ) [4][5]. La nature et l'origine des contraintes intrinsèques dans les films minces sont reliées à la microstructure inter-granulaire de ces films. Elles traduisent une évolution des propriétés du film au cours du dépôt qui peuvent encore être modifiées au cours de certaines étapes (recuit, stockage ...) qui affectent sa nature, sa structure, sa masse volumique. Il n'y a pas de formulation mathématique comme pour les contraintes thermiques. A défaut, elles s'obtiennent par différence de la contrainte résiduelle mesurée et de la contrainte thermique ( $\sigma_{intrinsèque} = \sigma_{résiduelle} - \sigma_{thermique}$ ).

Quand un dépôt adhérent à un substrat se trouve soumis à des contraintes biaxiales, il exerce des forces sur le substrat qui entraînent une courbure de ce dernier. Si son module d'Young est isotrope dans le plan du dépôt, le dépôt prend une forme sphérique. La relation entre la contrainte moyenne dans le dépôt,  $\sigma_{rés}$  et le rayon de courbure du substrat  $R$ , est donnée par la formule de Stoney :

$$\sigma_{rés} = \frac{4}{3} \cdot \frac{E_s}{1 - \nu_s} \cdot \frac{e_s^2 \cdot \Delta F}{L^2 \cdot e_d} \quad (10)$$

$\sigma_{rés}$  : contrainte résiduelle (dyne/cm<sup>2</sup>).

$E_s$  (Si) = 150.10<sup>10</sup> dyne/cm<sup>2</sup> (module d'Young).

$\nu_s$  (Si) = 0,28 (coefficient de Poisson du substrat).

$E_s$  : épaisseur du substrat.

$e_d$  : épaisseur du dépôt.

$L$  : longueur sur laquelle est faite la mesure de flèche.

$\Delta F$  : variation de la flèche générée par le film.

Cependant, certaines hypothèses d'application doivent être vérifiées :

- l'épaisseur et la rigidité du dépôt sont négligeables par rapport à celles du substrat,
- le substrat silicium a un comportement élastique,
- l'état des contraintes est plan et homogène dans le dépôt.

La figure 11 illustre l'évolution de l'intensité de la contrainte résiduelle en fonction de la flèche par micron de FeHfN déposé calculée à l'aide de la formule de Stoney.

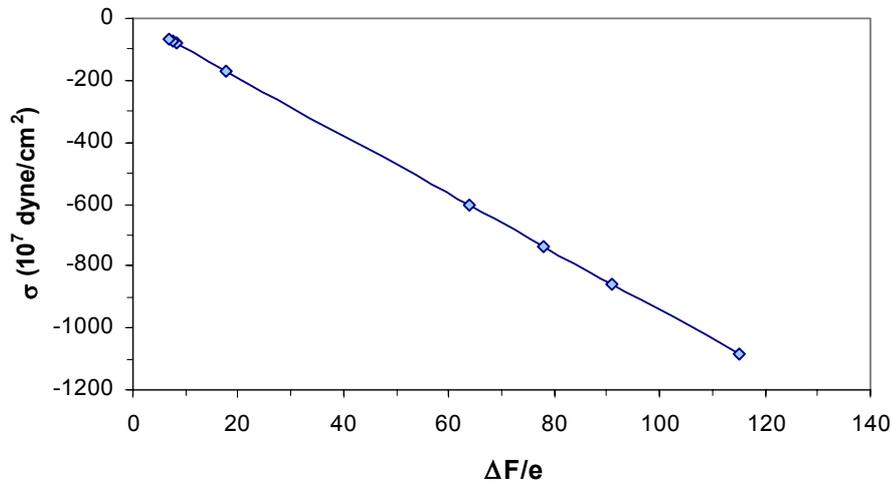


Figure 11 : Mesure de la contrainte en fonction de la flèche par  $\mu\text{m}$  déposé pour des films de FeHfN optimisé (10 % at. N).

Par convention, lorsque le dépôt est en tension, sa contrainte résiduelle est positive et le rayon de courbure est compté positivement (concavité du côté du film), inversement lorsque le dépôt est en compression, la contrainte est négative et la plaque convexe (figure 12).

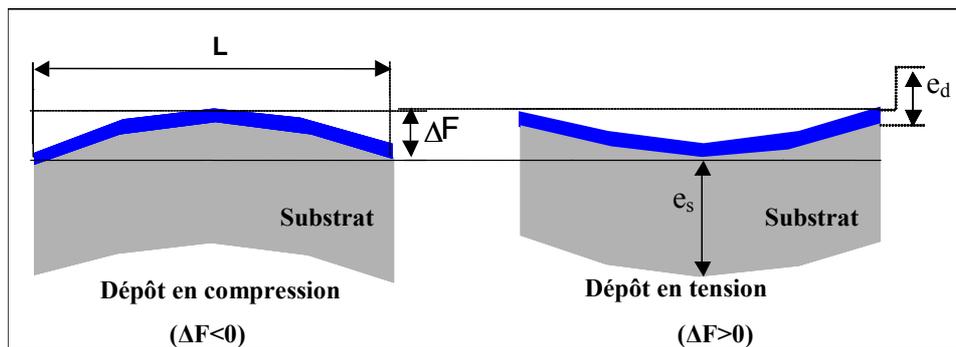


Figure 12 : Représentation schématique de la mesure de la déformation d'un substrat épais sous l'effet des contraintes d'un dépôt uniforme mince.

## 4 Méthodes de caractérisations physico-chimiques

### 4.1 Interactions électron – matière

La figure 14 suivante résume les deux grands types d'interactions électron-matière.

1) En traversant le nuage électronique de l'atome, l'électron incident peut, par collision, céder une partie de son énergie à un autre électron, et subir alors une diffusion inélastique (avec perte d'énergie) (figure 14). Sa trajectoire est légèrement déviée mais surtout il perd de la vitesse. Suite à cette interaction, l'atome en question est ionisé. La désexcitation se fait par des sauts électroniques de façon à ce que l'atome retrouve sa configuration stable. L'atome restitue l'énergie acquise sous différentes formes (figure 15 (b)):

- Excitation d'un *plasmon* (interaction collective de tous les électrons du solide) : perte d'énergie = 10 eV
- Ionisation de niveaux profonds: émission de *RX*
- Emission d'un *phonon*: oscillation de tous les noyaux de tous les atomes: variation de température.
- Emission d'un *photon*: formation d'une paire électron/trou dans un matériau possédant un gap: émission de lumière. La mesure des énergies des photons X réémis par l'échantillon permet de déterminer la composition chimique de l'échantillon (microanalyse).
- Excitation d'un électron de conduction : création d'un *électron secondaire*: perte d'énergie = 50 eV

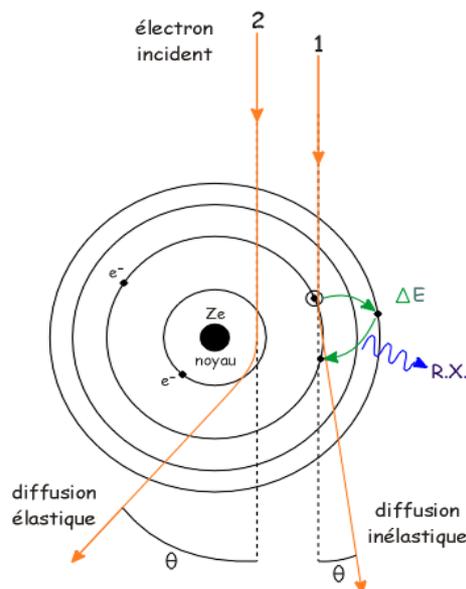


Figure 13 : Interaction entre le faisceau d'électrons et la surface de l'échantillon.

Les électrons secondaires proviennent de l'arrachement d'électrons par ionisation. Sous l'effet du bombardement, certains électrons de faible énergie (< 50 eV) sont éjectés de l'échantillon. Dans le cas d'analyses par microscopie électronique, comme seuls les électrons secondaires produits près de la surface sont détectés, ils forment des images avec une haute résolution (3-5 nm). Le contraste de l'image est surtout donné par le relief de l'échantillon mais on peut également observer un contraste chimique qui est lié au facteur de diffusion de l'atome donc au numéro atomique. En effet, plus le numéro atomique croît, plus le nombre d'électrons secondaires augmente, et plus la zone sera brillante.

2) Si les électrons arrivent sur les plans réticulaires en position de Bragg, ils vont être diffusés dans les directions particulières. On parle de diffraction. Il s'agit d'une interaction élastique (sans perte d'énergie). Ce sont tous des *électrons rétrodiffusés* et *diffusés (diffractés)*. Du fait de leur plus grande énergie, les électrons rétrodiffusés peuvent provenir d'une profondeur plus importante et la résolution de l'image sera moins bonne qu'avec les électrons secondaires (6-10 nm). Suivant le type de détecteur utilisé, les électrons rétrodiffusés fournissent une image topographique (contraste fonction du relief) ou une image de composition (contraste fonction du numéro atomique).

Ainsi, on peut distinguer à la sortie de l'échantillon (figure 15 (b)):

- Les *électrons transmis* n'ayant pas interagi avec l'échantillon
- Les *électrons diffusés* élastiquement (diffractés), dont les trajectoires se répartissent dans un cône de diffusion dont la forme dépend principalement de la tension d'accélération et du numéro atomique de l'échantillon. Dans ce volume, les électrons et les rayonnements électromagnétiques produits sont utilisés pour former des images ou pour effectuer des analyses physico-chimiques.
- Les électrons qui ont cédé de l'énergie à l'échantillon (diffusion inélastique).

La distinction entre les deux premiers types d'électrons va permettre de créer le contraste des images en microscopie électronique en transmission.

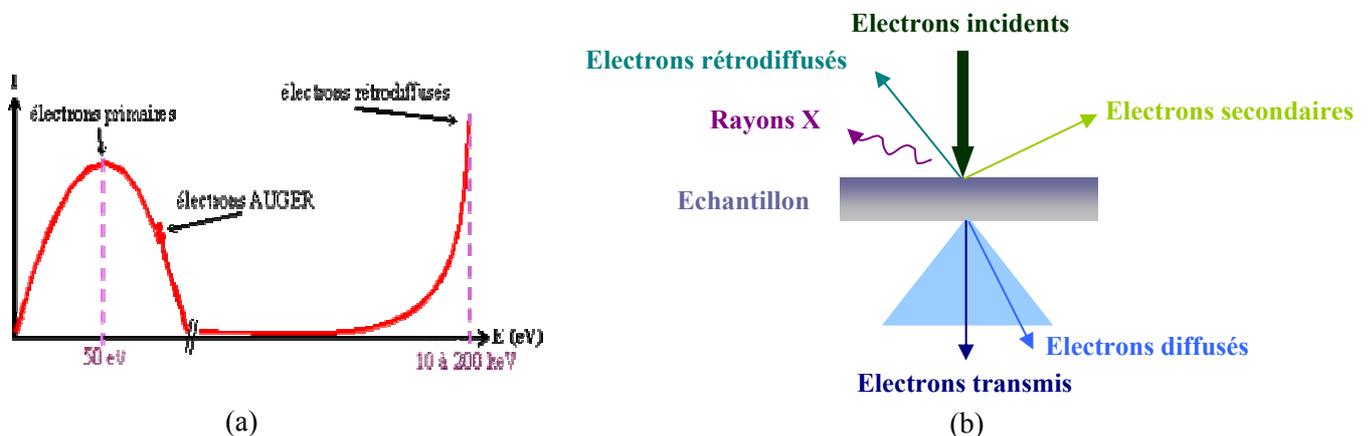


Figure 14 : Spectre d'émission d'électrons avec les différents modes de désexcitation possibles (a) et représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon (b).

## 4.2 Microscope électronique à transmission (MET)

Le microscope électronique en transmission permet l'étude de la structure morphologique interne, de la structure cristalline des échantillons. L'étude de la composition des éléments lourds et légers fait appel à l'analyse de l'émission des rayons X par spectrométrie à sélection en énergie (EDS) et à la spectroscopie par perte d'énergie des électrons transmis (EELS).

Le microscope électronique en transmission est constitué de trois systèmes principaux (figure 16):

- Colonne optique électronique
- Système de vide
- Éléments électroniques de mesure (détecteurs de Rayons X, ...)

La colonne est constituée de tous les appareils nécessaires à la production, focalisation et observation du faisceau d'électrons. Elle regroupe le canon à électrons, les lentilles électromagnétiques et un écran fluorescent dans la chambre de projection permettant l'observation de l'image finale. Ce film photographique est constitué d'une poudre phosphorescente qui émet de la lumière dans la gamme jaune-vert sous l'impact des électrons et est sensible à l'intensité du rayonnement auquel il a été exposé. Les diaphragmes placés le plus souvent derrière les lentilles permettent de sélectionner le

faisceau d'électrons en partie ou en totalité et d'obtenir des images contrastées en champ clair (diaphragme centré) ou en champ sombre (diaphragme légèrement décentré). La colonne du MET supporte à sa base un microscope binoculaire permettant l'examen des écrans fluorescents sur lesquels se forme l'image microscopique. Le canon est composé d'un filament supporté par un isolateur et d'un dispositif d'extraction des électrons. La pointe du filament vient se positionner à l'intérieur de l'ouverture du Wehnelt relié à un pôle du générateur THT alors que l'autre pôle est relié à une cathode qui laisse passer les électrons accélérés. En appliquant une très grande différence de potentiel au niveau de la pointe d'un filament de tungstène chauffé à 2700 degrés, les électrons sont arrachés au métal et constituent alors la source du faisceau. Ce dispositif constitue un canon à électrons. La source électronique est alimentée par une tension pouvant aller de 100 kV à 3000 kV. Les lentilles électroniques agissent sur les électrons pour les dévier dans leur course grâce à des champs magnétiques générés par de puissants bobinages. Les carters contenant ces bobines peuvent être portés à de hautes températures. Chaque lentille est donc entourée d'un serpentin dans lequel circule un liquide de refroidissement. En outre aboutissent à différents étages de la colonne des tuyaux de refroidissement des lentilles, les tuyaux d'air comprimé des vannes pneumatiques conduisant à la colonne de distribution du vide.

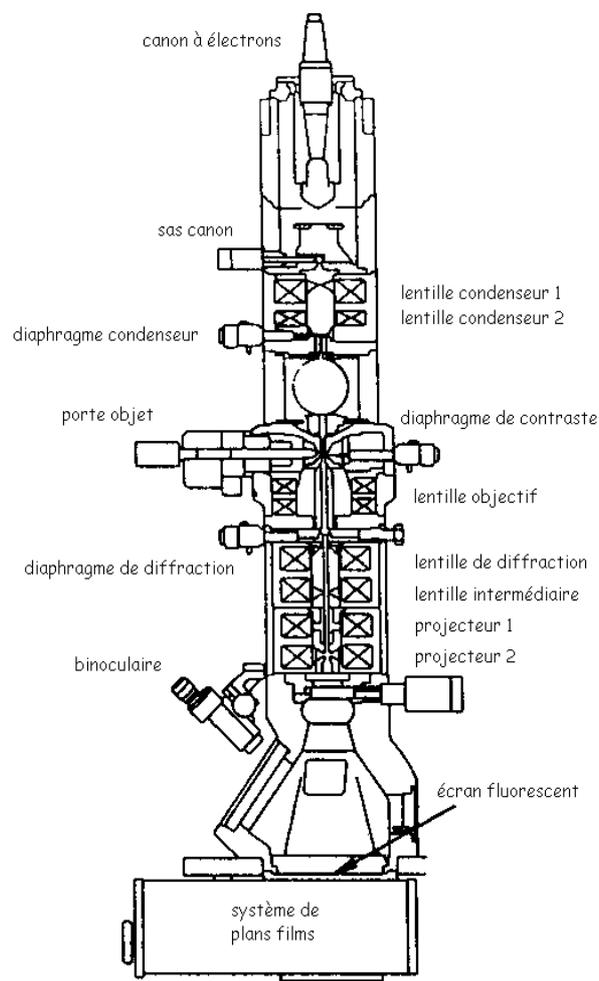
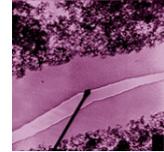


Figure 15 : Schéma d'un microscope électronique à transmission.

Les objets introduits dans un MET doivent au préalable subir un une coupe réalisée à l'aide de l'Ultra-Microtome (coupes de 1/100 de micron) après inclusion dans la résine. Les coupes sont montées sur un porte-objet après avoir été déposées sur une grille de 3 mm de diamètre. Il existe plusieurs modes d'observation en microscopie électronique comme le fond clair, le fond noir, la diffraction.

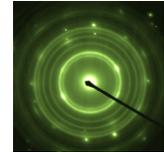
- **Morphologie :**

L'image est traduite par des contrastes d'absorption ou de diffraction. Les zones qui diffractent apparaissent en sombre. On peut ainsi déterminer la taille des cristaux et des grains.



- **Diffraction :**

La caractérisation structurale se fait par l'acquisition des diagrammes de diffraction en sélection d'aires: diagrammes de poudre et monocristallins. Ce qui permet une définition de l'orientation cristallographique, de l'orientation des joints de grains de la texture.



- **Analyses EELS :** Cette technique est essentiellement effectuée sur des MET. L'analyse par EELS permet la spectroscopie de petits grains ou domaines par sélection d'aire. On peut obtenir des lignes d'analyses et en plaçant une fente en énergie, on peut également former une image en sélectionnant les électrons caractéristiques d'un élément chimique et faire ainsi de la cartographie. Cette technique est adaptée à la détection d'éléments légers. Le but est de tracer le spectre du nombre d'électrons en fonction de leur vitesse, laquelle est fonction de leur énergie, et donc de leur longueur d'onde. Pour distinguer les électrons en fonction de leur vitesse, on utilise un prisme magnétique (figure 16). On peut aussi déterminer l'épaisseur de l'échantillon. En effet, le libre parcours moyen d'un plasmon est égal à la longueur d'onde, alors le nombre de pics dus aux plasmons détermine l'épaisseur du matériau: elle est égale à n fois (s'il y a n pics) la longueur d'onde. Les oscillations permettent de déterminer la distance entre proches voisins à quelques milli-angströms près.

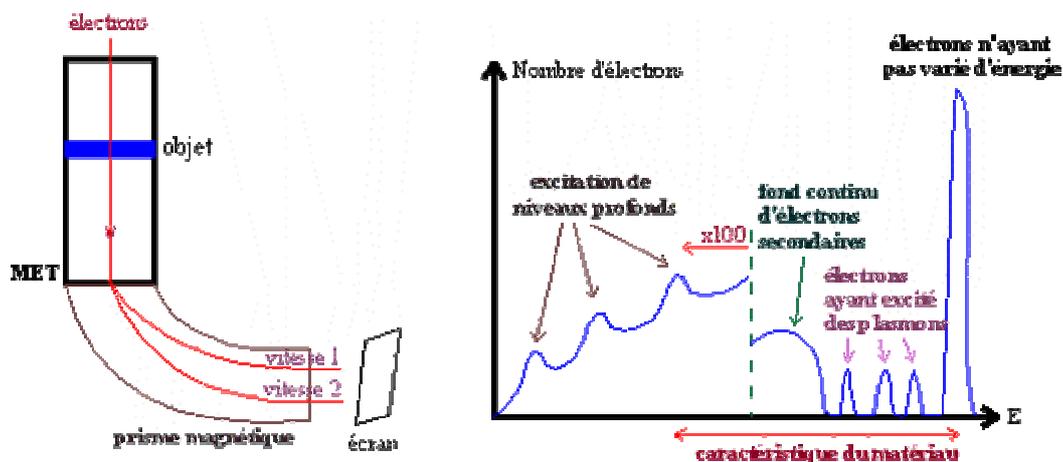


Figure 16 : Schéma illustrant le principe de l'analyse MET-EELS (a) et Spectre de perte d'énergie d'électrons (EELS) (b).

### 4.3 La diffraction de rayons X

La structure cristallographique des couches est obtenue par diffraction des rayons X (XRD) en  $\theta$ - $2\theta$  au moyen d'un diffractomètre de type Bragg-Brentano dont le schéma de principe est donné sur la figure 13 suivante. Un faisceau de rayons X monochromatiques correspondant à la raie  $K_\alpha$  du cuivre ( $\lambda = 0.154$  nm) interagit avec les nuages électroniques des atomes en diffusant. Si l'échantillon présente une structure cristalline, il peut y avoir diffraction lorsque les ondes associées aux rayons X sont en phase, ce qui arrive lorsque la distance inter-réticulaire des plans repérés par les indices de Miller (hkl) vérifie les conditions de Bragg :

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda. \quad (11)$$

$d_{hkl}$  : distance entre les plans réticulaires (hkl) du réseau cristallin.  
 $\theta$  : angle d'incidence des rayons X par rapport à la surface de l'échantillon.  
 $\lambda$  : longueur d'onde du faisceau incident. ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ )  
 $n$  : entier représentant l'ordre du mode de diffraction.

Le principe du diffractomètre  $\theta - 2\theta$  est de fixer la source de rayons X et de faire tourner le compteur d'un angle  $2\theta$  à la vitesse  $2\omega$  lorsque le goniomètre qui porte l'échantillon tourne sur lui-même d'un angle  $\theta$  à la vitesse  $\omega$  (figure 13). Lorsqu'un angle correspondant à une famille de plans (hkl) dans les conditions de Bragg est atteint, le compteur enregistre une augmentation de l'intensité réfléchie. Ainsi, la position des pics sur un diagramme de l'intensité réfléchie en fonction de l'angle d'incidence  $\theta$  est caractéristique du réseau cristallin. L'identification de la phase, ou des phases cristallines présentes dans le matériau, se fait en comparant les angles  $2\theta$  et les intensités relatives obtenus pour chaque raie à partir du diagramme expérimental, avec un fichier de référence. Les diagrammes de diffraction ont été réalisés sur une plage angulaire  $2\theta$  variant entre  $0^\circ$  et  $90^\circ$  avec un pas de  $0,05^\circ$  car c'est dans ce domaine angulaire que sont situés les pics caractéristiques du FeHfN.

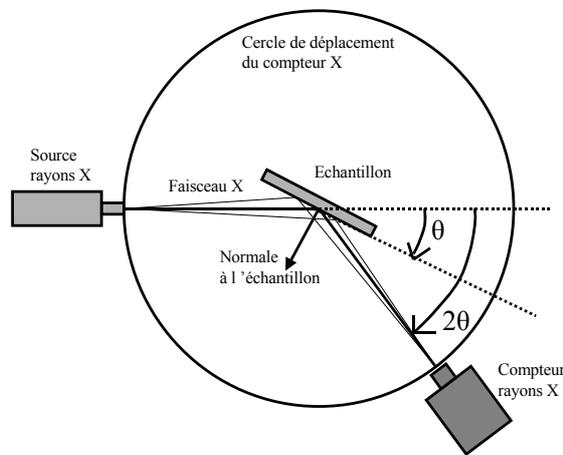


Figure 17 : Schéma de fonctionnement d'un diffractomètre X.

#### 4.4 Rutherford Backscattering Spectroscopy

Cette technique est basée sur l'étude de l'énergie des ions rétrodiffusés. Un faisceau d'ions  $^4\text{He}^+$  monochromatique d'énergie de quelques MeV bombarde la surface d'un échantillon. Les ions sont alors rétrodiffusés par les atomes de l'échantillon et se dirigent vers un détecteur où leur énergie sera analysée. La RBS mesure la perte d'énergie subie par le faisceau primaire après rétrodiffusion par les atomes de la cible. Cette perte dépend du numéro atomique, de la composition et du lieu d'interaction. La RBS permet une analyse qualitative et quantitative ainsi que des mesures d'épaisseur de film.

#### 4.5 Analyse par Réaction Nucléaire

La NRA est basée sur le même principe d'interaction que la RBS. Cette méthode consiste en la réaction d'un faisceau d'ions énergétiques de faibles masses (protons, deutérons, ...) avec les noyaux des atomes légers de la cible (N, O...). Les particules émises par ces réactions nucléaires permettent de déterminer le dosage absolu d'éléments légers avec une sensibilité de  $10^{12} \text{ at/cm}^2$  et une précision de quelques %.

## 5 Spectres de perméabilité en température de films de FeTaN et FeHfN avec différents teneurs en azote

### 5.1 FeTaN optimisé : $(\text{FeTa})_{83}\text{N}_{17}$

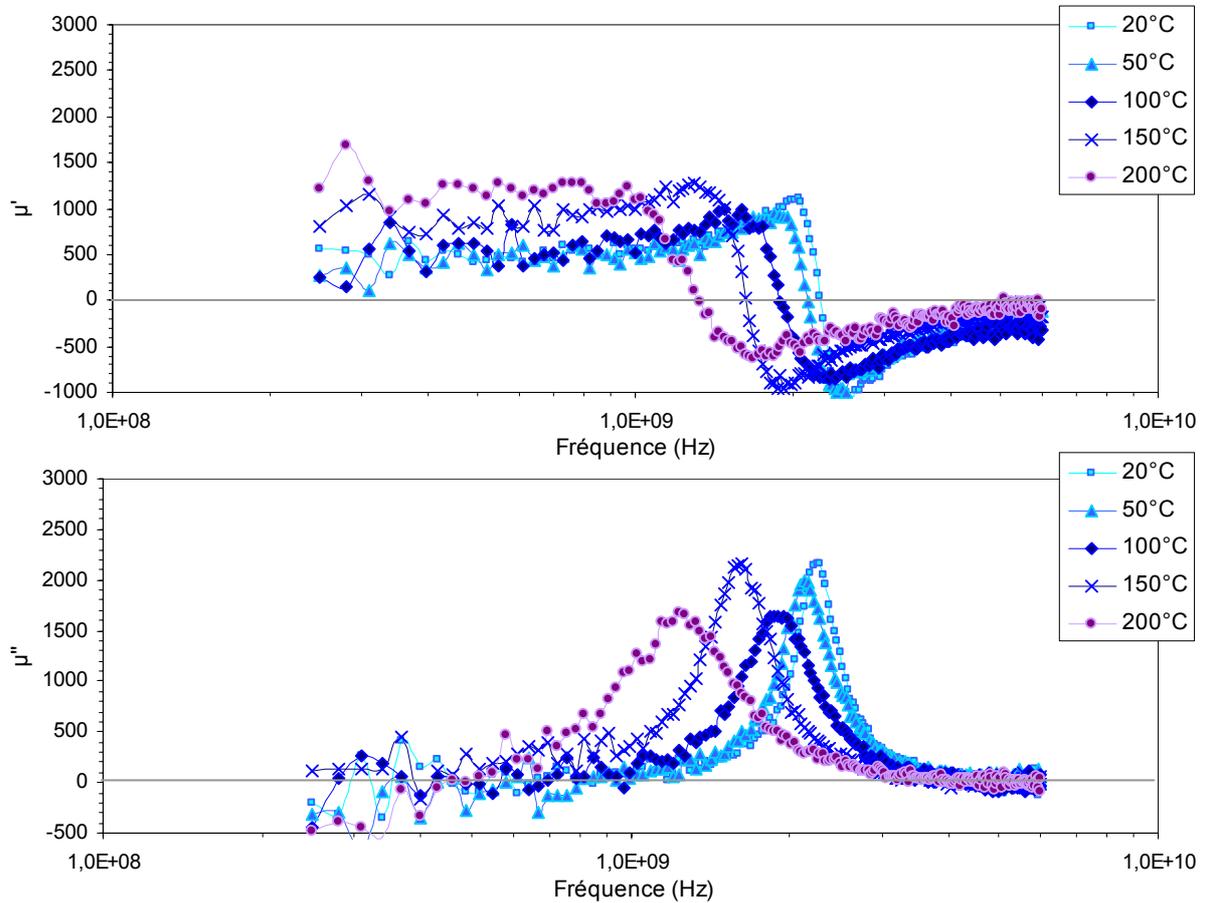


Figure 18 : Evolution de la perméabilité réelle et imaginaire en fonction de la fréquence et de la température (20°C à 300°C) pour des couches minces de  $(\text{FeTa})_{83}\text{N}_{17}$  d'épaisseur 100 nm.

### 5.2 Films de FeHfN peu nitruré : $(\text{FeHf})_{97}\text{N}_3$

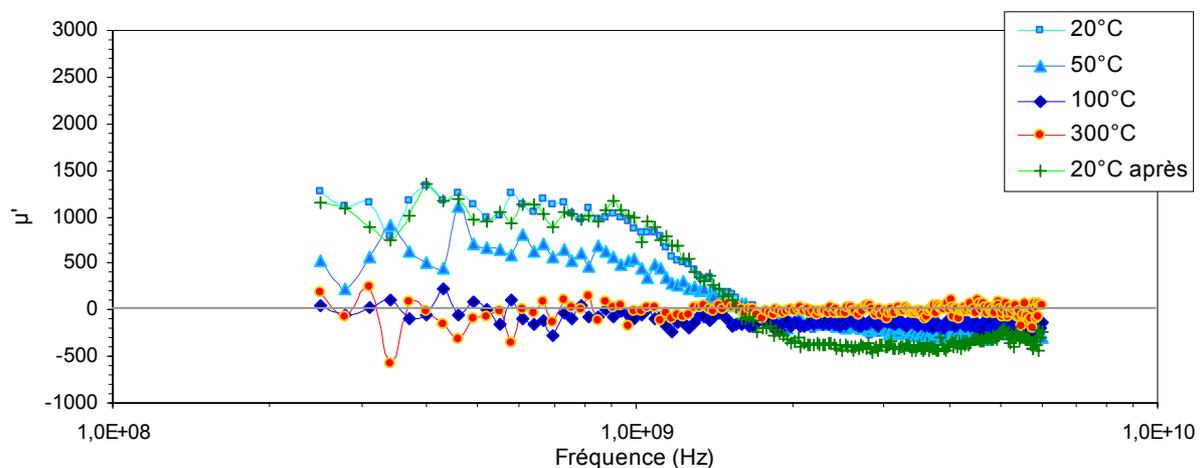


Figure 19 : Evolution de la perméabilité réelle en fonction de la fréquence et de la température (20°C à 300°C) pour des couches minces de  $(\text{FeHf})_{97}\text{N}_3$  d'épaisseur 100 nm.

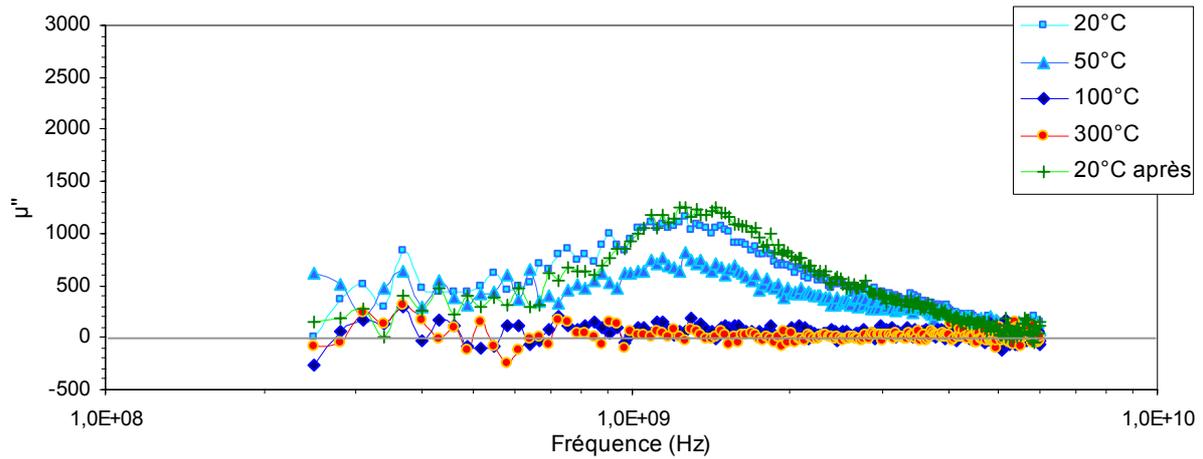


Figure 20 : Evolution de la perméabilité imaginaire en fonction de la fréquence et de la température (20°C à 300°C) pour des couches minces de  $(\text{FeHf})_{97}\text{N}_3$  d'épaisseur 100 nm.

### 5.3 Films de FeHfN peu nitruré : $(\text{FeHf})_{94}\text{N}_6$

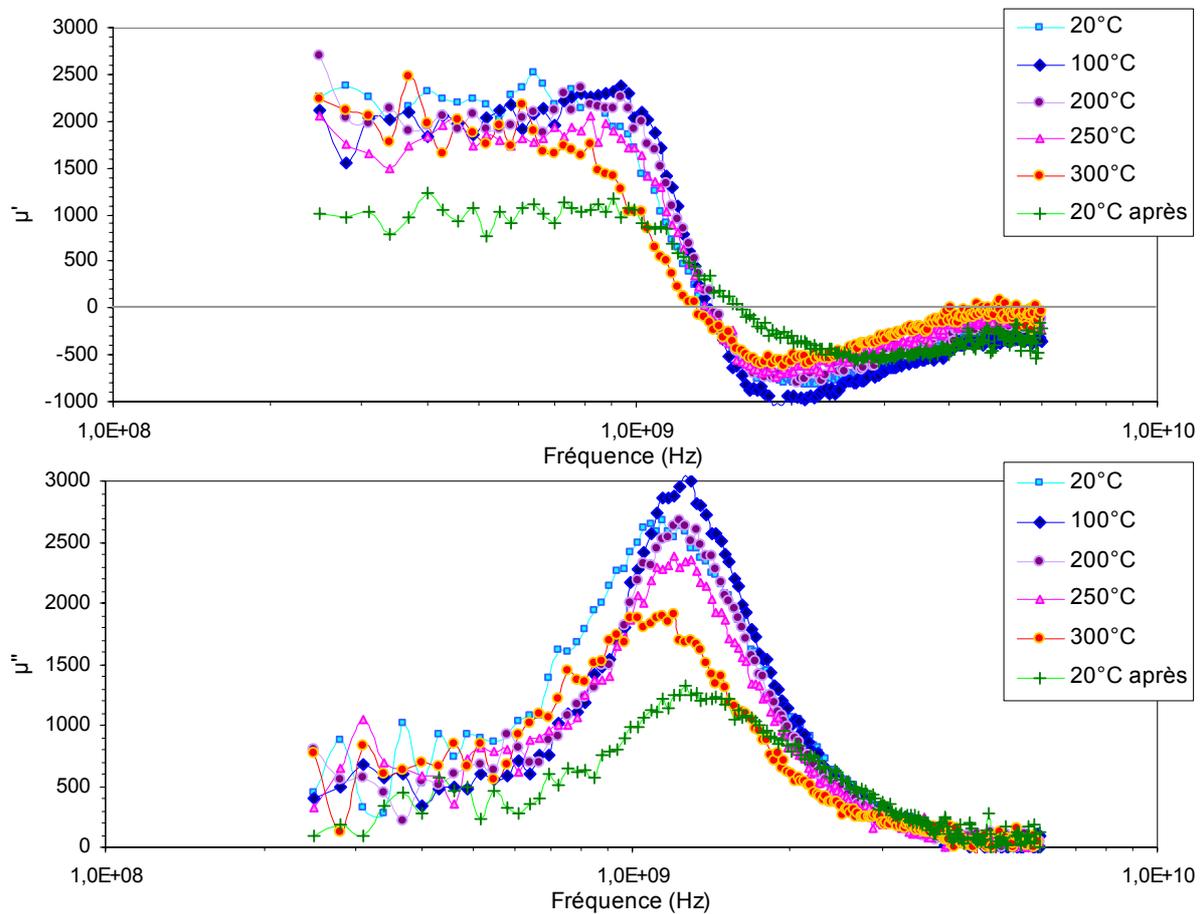


Figure 21 : Evolution de la perméabilité réelle et imaginaire en fonction de la fréquence et de la température (20°C à 300°C) pour des couches minces de  $(\text{FeHf})_{94}\text{N}_6$  d'épaisseur 100 nm.

## 5.4 Films de FeHfN peu nitruré : $(\text{FeHf})_{93}\text{N}_7$

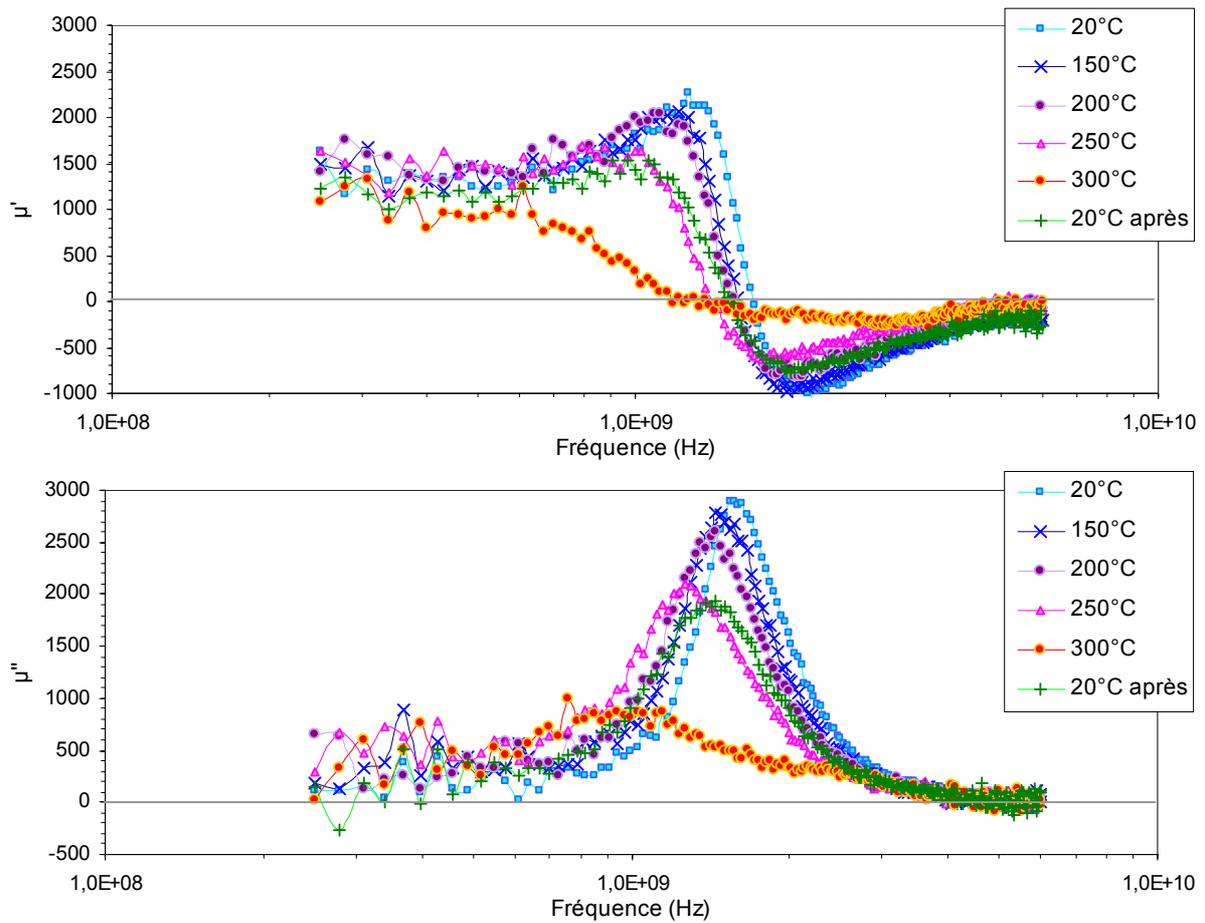


Figure 22 : Evolution de la perméabilité réelle et imaginaire en fonction de la fréquence et de la température (20°C à 300°C) pour des couches minces de  $(\text{FeHf})_{97}\text{N}_3$  d'épaisseur 100 nm.

## 5.5 Films de FeHfN optimisé : $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$

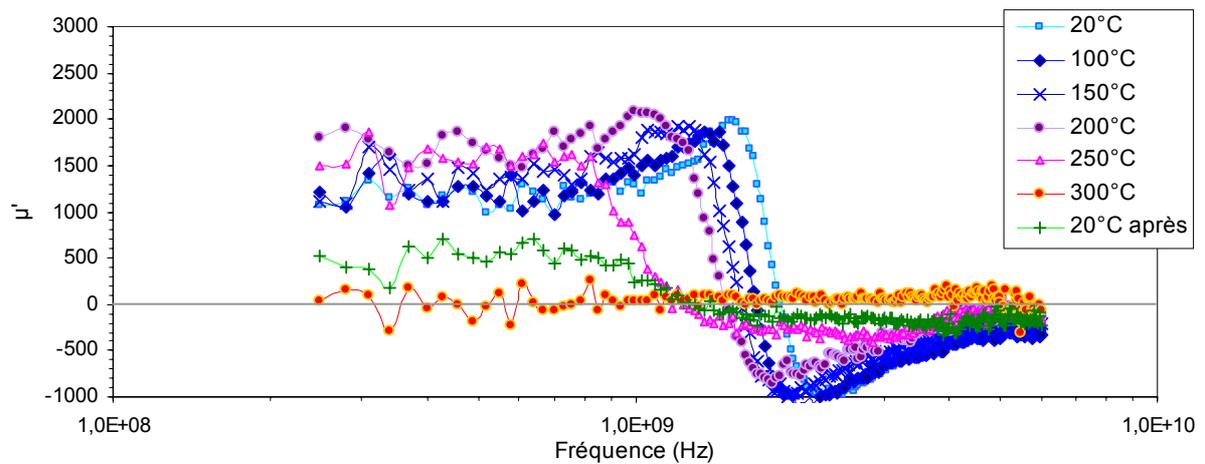


Figure 23 : Evolution de la perméabilité réelle en fonction de la fréquence et de la température (20°C à 300°C) pour des couches minces de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  d'épaisseur 100 nm.

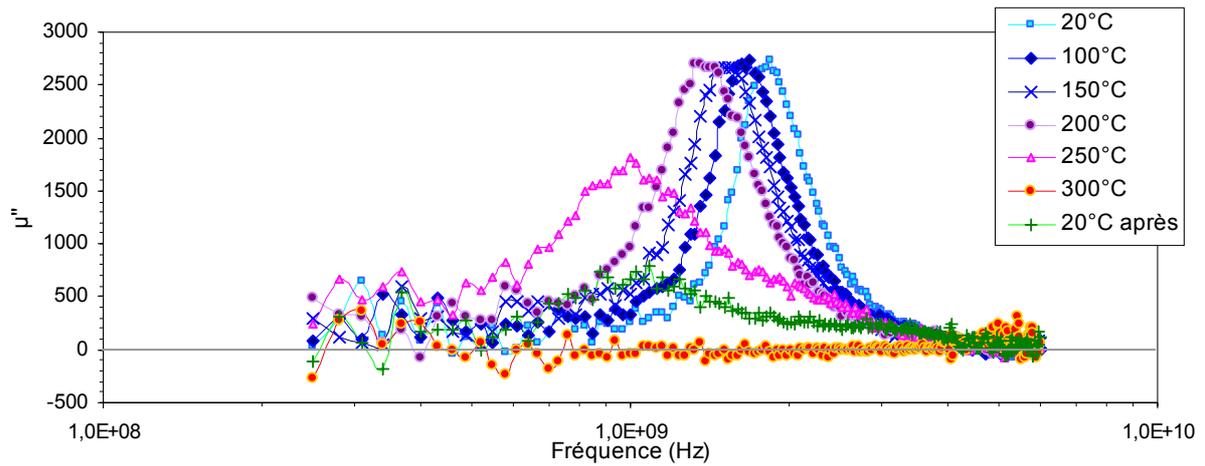


Figure 24 : Evolution de la perméabilité imaginaire en fonction de la fréquence et de la température (20°C à 300°C) pour des couches minces de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  d'épaisseur 100 nm.

## 5.6 Films de FeHfN surnitruré : $(\text{FeHf})_{86}\text{N}_{14}$

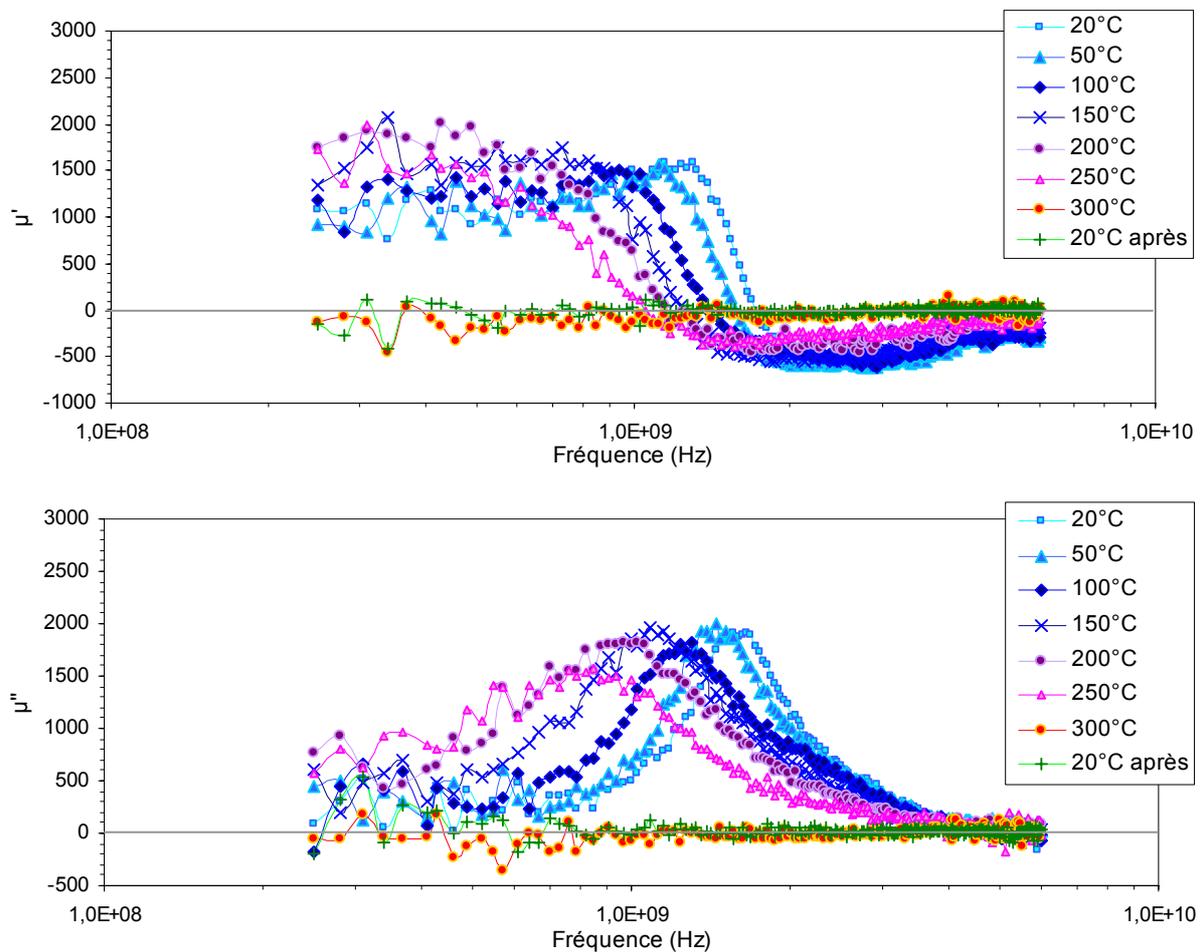


Figure 25 : Evolution de la perméabilité réelle et imaginaire en fonction de la fréquence et de la température (20°C à 300°C) pour des couches minces de  $(\text{FeHf})_{84}\text{N}_{16}$  d'épaisseur 100 nm.

## 6 Spectres de perméabilité en fonction de la température de mesure de films de $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$ élaboré avec $80^\circ$ d'inclinaison

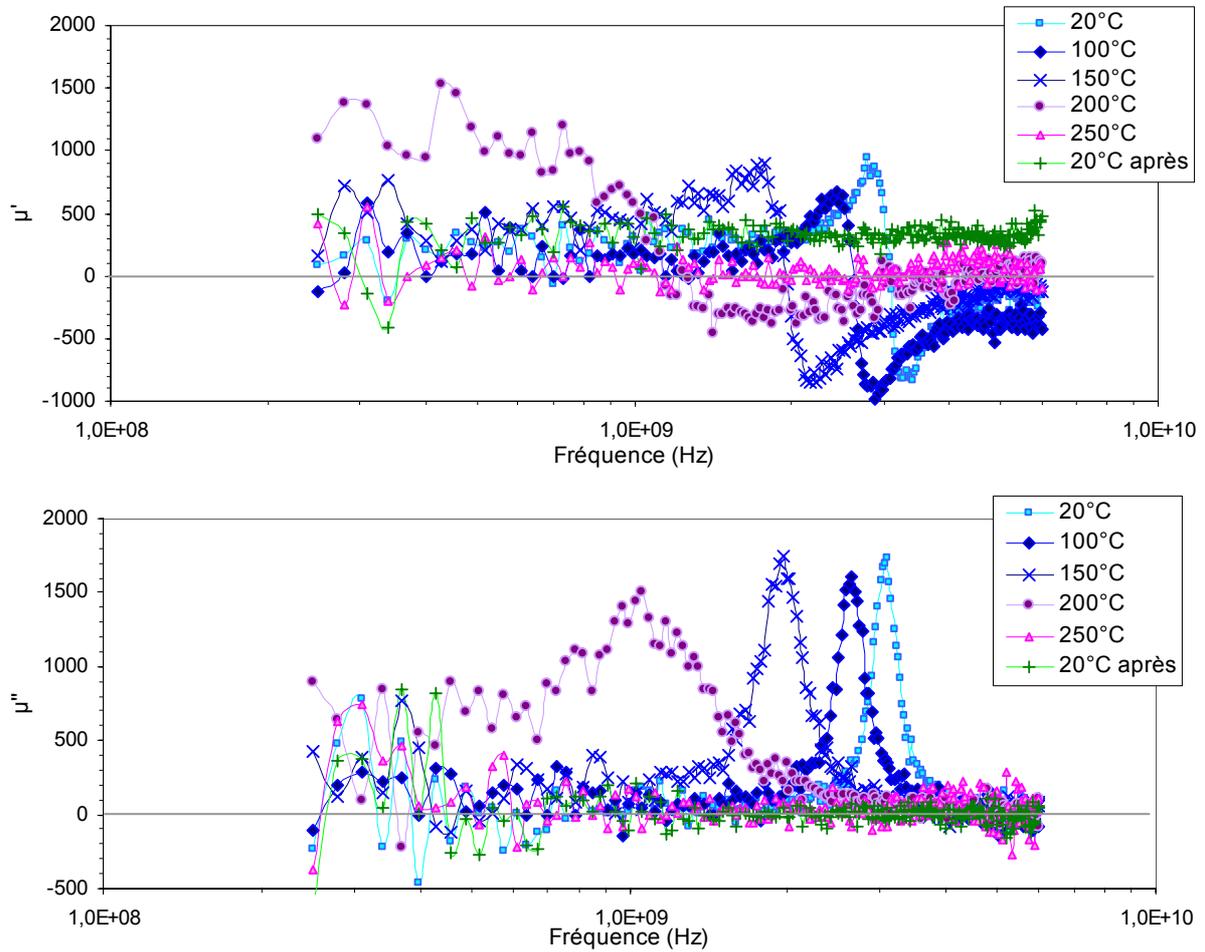


Figure 26 : Evolution de la perméabilité réelle et imaginaire en fonction de la fréquence et de la température ( $20^\circ\text{C}$  à  $300^\circ\text{C}$ ) pour des couches minces de  $(\text{FeHf})_{90}\text{N}_{10}$  d'épaisseur 100 nm déposées à  $80^\circ$  d'inclinaison.

## 7 Spectres de perméabilité de films de FeHf(N)O en fonction de l'angle

### 7.1 Film A : (FeHf)<sub>93</sub>O<sub>7</sub>

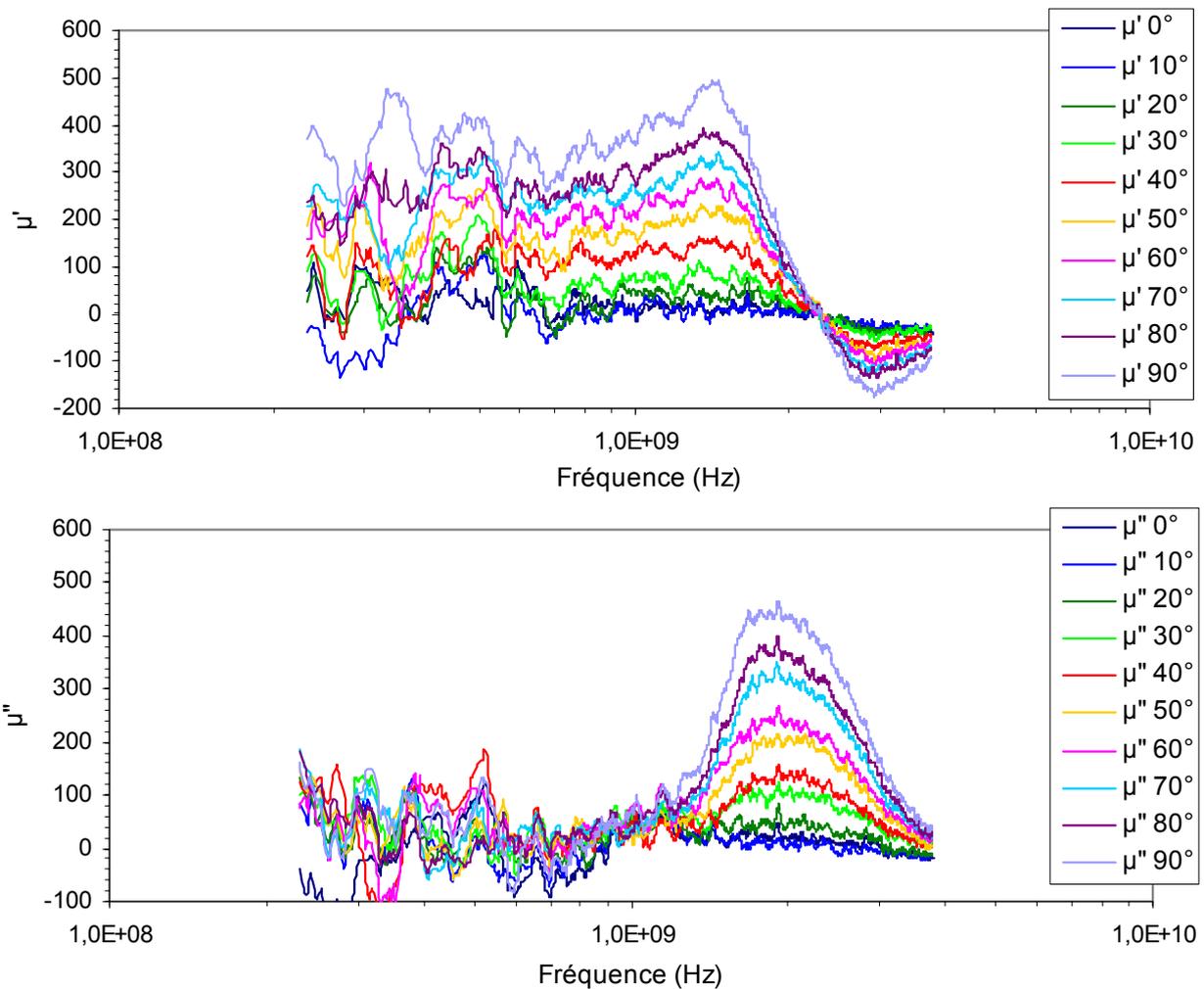


Figure 27 : Evolution de la perméabilité réelle et imaginaire en fonction de la fréquence pour le film A de composition atomique approximative  $(\text{FeHf})_{93}\text{O}_7$ , (1.1 % vol.  $\text{O}_2$ ), d'épaisseur 100 nm et brut de dépôt mesuré dans le plan de l'échantillon selon différents angles  $\psi$  définis à partir de la direction du champ appliqué pendant l'élaboration du film.

## 7.2 Film B : $(\text{FeHf})_{88}\text{N}_3\text{O}_9$

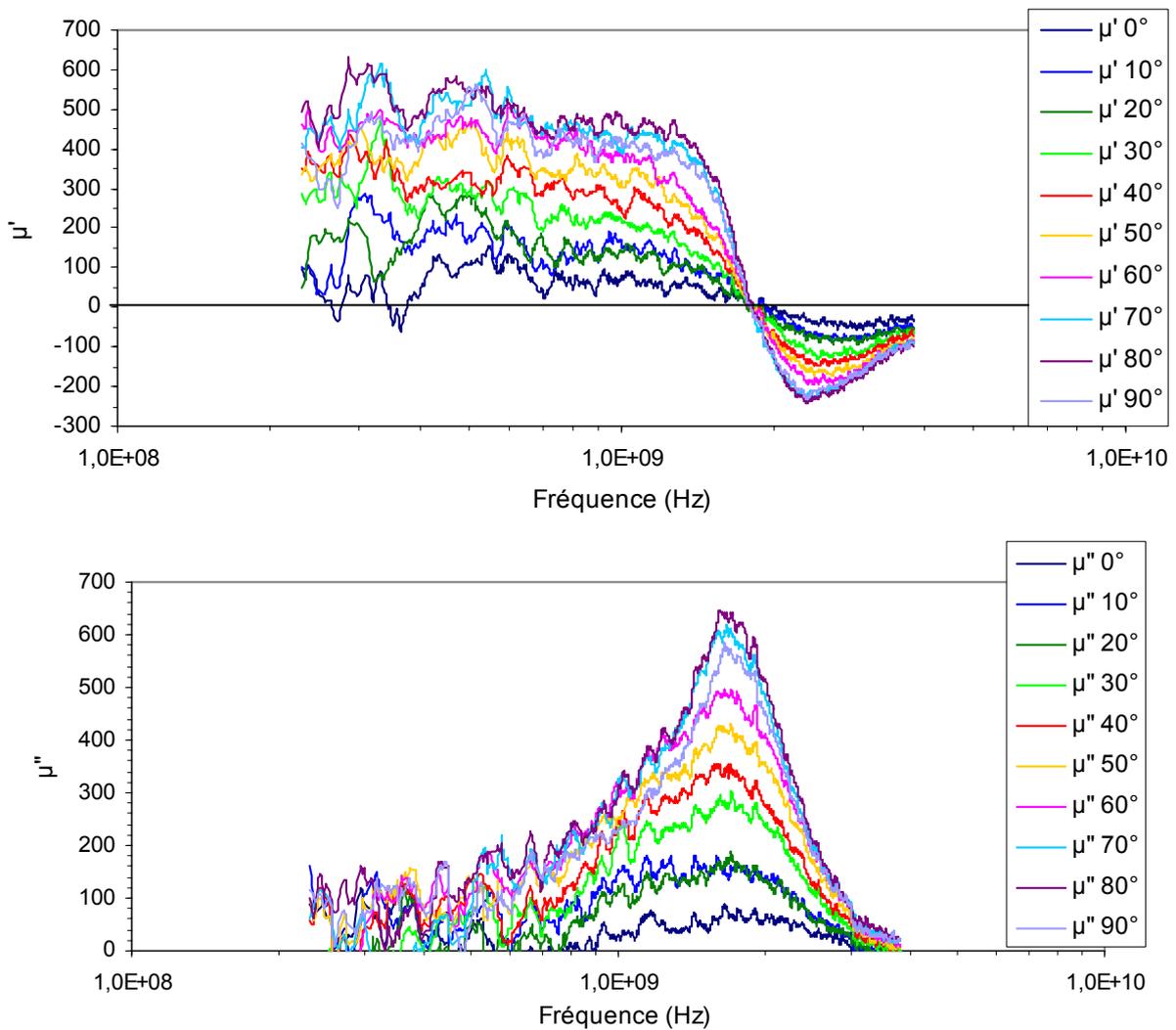


Figure 28 : Evolution de la perméabilité réelle et imaginaire en fonction de la fréquence pour le film B de composition atomique approximative  $(\text{FeHf})_{88}\text{N}_3\text{O}_9$ , (1.1 % vol.  $\text{O}_2$  et 1 % vol.  $\text{N}_2$ ), d'épaisseur 100 nm et brut de dépôt mesuré dans le plan de l'échantillon selon différents angles  $\psi$  définis à partir de la direction du champ appliqué pendant l'élaboration du film.

### 7.3 Film C : $(\text{FeHf})_{79}\text{N}_9\text{O}_{12}$

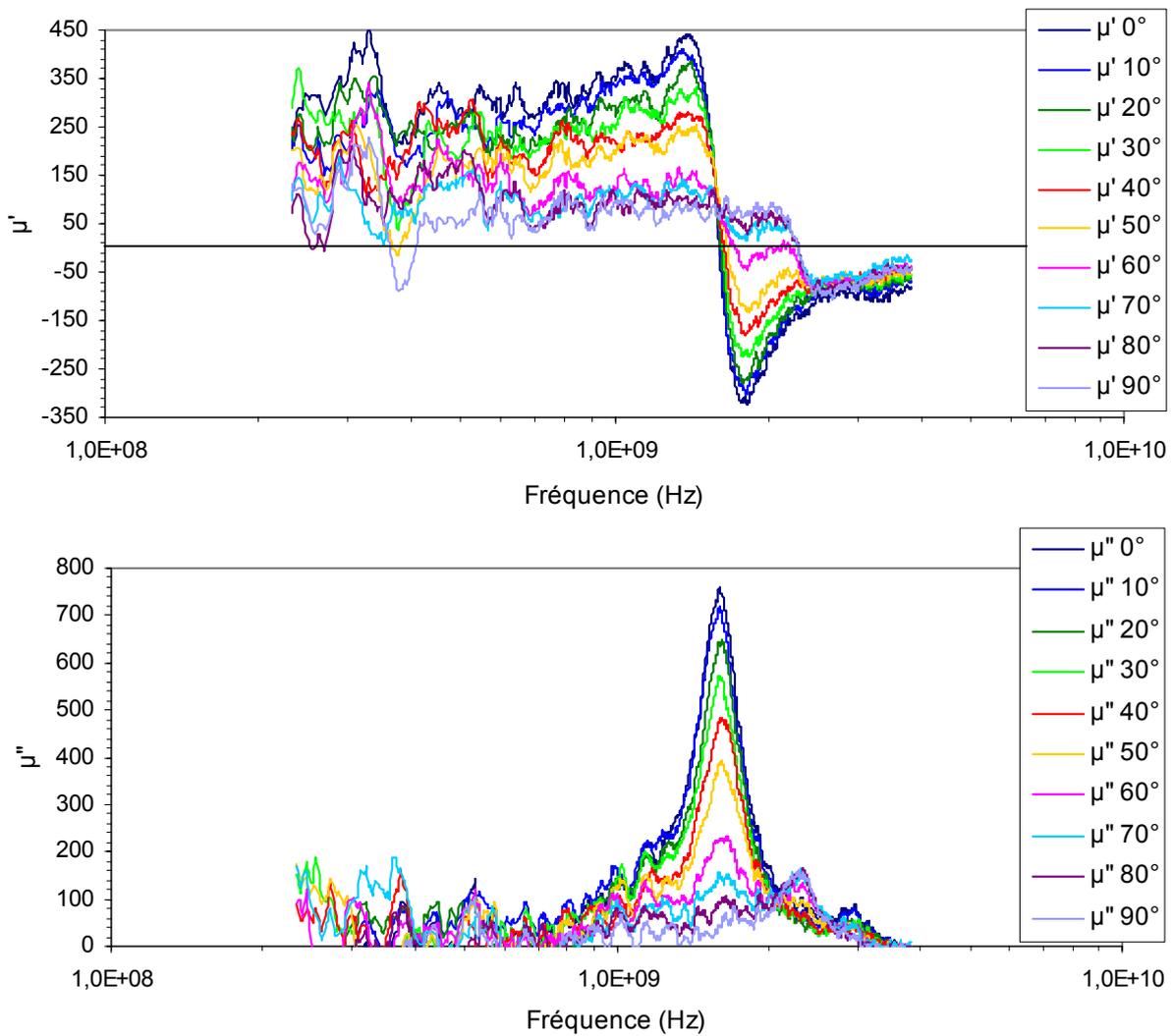


Figure 29 : Evolution de la perméabilité réelle et imaginaire en fonction de la fréquence pour le film C de composition approximative  $(\text{FeHf})_{79}\text{N}_9\text{O}_{12}$  (1.1 % vol.  $\text{O}_2$  et 2 % vol.  $\text{N}_2$ ) d'épaisseur 100 nm et brut de dépôt mesuré dans le plan de l'échantillon selon différents angles  $\psi$  définis à partir de la direction du champ appliqué pendant l'élaboration du film.

## **Références**

- [1] M. Ledieu, F. Schoenstein, J.-H. Le Gallou, O. Valls, S. Queste, F. Duverger and O. Acher, “Microwave permeability spectra of ferromagnetic thin films over a wide range of temperatures”, *J. Appl. Phys.*, **93**, (10), pp 7202-7204, (2003).
- [2] J. C. Peuzin, J. C. Gay, “Mesure de perméabilité magnétique radiofréquence”, note interne LETI (1986).
- [3] James C. Cates, “Magnetostriction studies of Iron-Nitride based films for thin film recording heads”, thèse de l’Université d’Alabama (1993).
- [4] M. Xia, X. Liu, « Simulation of thin films growth, *Applied Optics*, 32 (1993)
- [5] E. S. Machlin, « The relationship between thin film processing and structure », *Materials Science in Microelectronics* p21, 1995



## Production scientifique

### Publications

B. Viala, S. Couderc, A. S. Royet, P. Ancey, G. Bouche, "Bi-directional ferromagnetic spiral inductors using single deposition", IEEE Trans. Mag., **41**, (10), pp. 3544 - 3549, Oct. 2005.

S. Couderc, B. Viala, P. Ancey, G. Bouche, "FeHfN and FeHfNO soft magnetic films for RF applications", IEEE Trans. Mag., **41**, (10), pp. 3319 - 3321, Oct. 2005.

B. Viala, A.S. Royet, S. Couderc, "Investigation of anomalous losses in thick Cu ferromagnetic spiral inductors", IEEE Trans. Mag., **41**, (10), pp. 3583 - 3585, Oct. 2005.

S. Couderc, B. Viala, A. S. Royet, "On the improvement of ferromagnetic spiral inductors with using high-magnetization and high-resistive FeHf-based materials", Transactions of the Magnetics Society of Japan, **5**, (4), p. 165 - 170, Nov. 2005

A-S Royet, B. Viala, S. Couderc, B.Orlando, "Investigation of proximity effects in ferromagnetic inductors with different topologies : modeling and solutions", Transactions of the Magnetics Society of Japan, **5**, (4), p. 144 - 146, Nov. 2005

R. Pantel, S. Couderc, P. Ancey, C. Wyon, and B. Viala, "Transmission electron microscopy study of FeHfN thin films for magnetic properties optimization and integration above silicon circuits", J. Microanalysis and Microscopy, Juillet 2005.

S. Couderc, B. Viala, P. Gaud, M. Aïd, D. Cros, G. Bouche et P. Ancey, "Développement de films magnétiques doux à forte aimantation et à anisotropie élevée pour les composants inductifs intégrés", JNRDM (Journée Nationale du Réseau de Doctorants) mai 2004.

S. Couderc, B. Viala, M. Aïd, D. Cros, G. Bouche et P. Ancey, "Développement de couches minces magnétiques douces isolantes FeX(N)O pour la réalisation d'inductances très compactes à haut facteur de qualité opérant dans la gamme 1 GHz à 10 GHz", JNRDM mai 2003.

### Brevets

B. Viala, S. Couderc, P. Ancey et G. Bouche, "Procédé d'obtention d'un film mince magnétique doux, à forte aimantation et isolant, film et circuit intégré correspondants", ref. : B034516FR.

B. Viala, S. Couderc, P. Ancey et G. Bouche, "Augmentation de l'anisotropie par dépôt avec un angle d'inclinaison", ref : 03-GR3-490 ; B03/4517FR.