

Anisotropie magnétique statique et dynamique dans des films minces amorphes de FeCoB élaborés sous incidence oblique

A M Aldimassi, Alexis Chevalier, J Ben Youssef, Vincent Laur, B. Rouvellou

▶ **To cite this version:**

A M Aldimassi, Alexis Chevalier, J Ben Youssef, Vincent Laur, B. Rouvellou. Anisotropie magnétique statique et dynamique dans des films minces amorphes de FeCoB élaborés sous incidence oblique. JCMM2018, 15èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux, Mar 2018, Paris, France. hal-02009795

HAL Id: hal-02009795
https://hal.science/hal-02009795

Submitted on 6 Feb 2019

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Anisotropie magnétique statique et dynamique dans des films minces amorphes de FeCoB élaborés sous incidence oblique.

A.M Aldimassi, A. Chevalier , J. Ben Youssef ,V. Laur et B. Rouvellou
Lab-STICC, UMR CNRS 6285, Université de Bretagne Occidentale, 6 avenue Le Gorgeu, CS93837, 29238 Brest Cedex 3
Abdel-Majid.Aldimassi@univ-brest.fr

***Résumé*—Cette étude est basée sur la croissance et la caractérisation de couches minces FeCoB. Le but de ce travail est de mettre en évidence l'évolution de la fréquence de résonance et du champ d'anisotropie lorsqu'on augmente l'angle d'incidence du dépôt de 0° à 75°. Nous avons comparé les résultats obtenus par les méthodes statiques et dynamiques.**

I. INTRODUCTION

Les circuits micro-ondes sont couramment utilisés dans le domaine des télécommunications ou des capteurs sans contact, où ils sont un constituant des chaînes de transmission / réception (antennes, filtres, adaptation d'impédance, amplification). Des niveaux élevés de miniaturisation, d'efficacité et d'intégration sont donc recherchées pour les composants passifs, éléments les plus encombrants de ces systèmes. De plus, de nouvelles fonctionnalités sont aujourd'hui recherchées telles que l'accordabilité. Pour satisfaire à ces exigences, les matériaux doivent posséder des valeurs élevées de permittivité et/ou de perméabilité dans les fréquences micro-ondes (entre 1 et 20 GHz), propriétés si possible ajustables au travers d'une commande extérieure pour satisfaire le besoin en accordabilité des composants. Dans ce contexte, l'utilisation de films minces ferromagnétiques doux est une solution prometteuse et, plus particulièrement, celle des alliages amorphes / nanocristallisés. La structure amorphe de ces alliages est due aux métaux de transition non magnétiques (Zr, Pt, Nb, Ta…) ou aux metalloïdes (B, Si…) qui sont associés aux métaux de transition. Ces couches minces possèdent une perméabilité élevée jusqu'à plusieurs GHz, dont la valeur peut être ajustée par un champ magnétique, pouvant être exploitée pour la conception de dispositifs hyperfréquences miniatures accordables.

Dans ce contexte, nous avons entrepris une étude sur le FeCoB, un alliage amorphe qui possède des propriétés magnétiques intéressantes [1]. Les nanostructures de FeCoB ont été élaborées par pulvérisation cathodique (magnetron sputtering). Les propriétés magnétiques requises pour les applications radiofréquences ont été étudiées en modifiant les conditions de dépôt. Nous nous sommes plus particulièrement intéressés à l'effet de l'orientation du substrat lors du dépôt sur les propriétés magnétiques statiques et dynamiques des échantillons obtenus. Nous présenterons tout d'abord les procédures expérimentales mises en œuvre puis les résultats seront discutés avant de conclure.

Remerciements
Les auteurs remercient Jean-Luc Mattei et François Michaud pour leurs contributions respectives aux mesures d'ARM et XRD. Ce Travail est soutenu par l'union européenne via l' European Regional Development Fund (ERDF), le ministère de la recherche, la Région Bretagne, le Conseil général du Finistère and Brest Métropole Océane, à travers le projet CPER 2015-2020 MATECOM.

II. PROCEDURES EXPERIMENTALES

Nous avons élaboré des films minces par pulvérisation cathodique (magnétron sputtering) sur des substrats de silicium (Si/SiO_2) à partir de cibles de $Fe_{43}Co_{43}B_{14}$ [2]. Les dépôts ont été réalisés sous un champ magnétique très faible (celui généré par le magnétron, de l'ordre de 5 Gauss au niveau du substrat), à une puissance de 50 W pour une cible de 3'', avec un débit d'argon de 8 sscm correspondant à une pression de 9.10^{-3} mbar. Ces conditions résultent d'une optimisation faite sur le champ coercitif. Les échantillons étudiés ici ont été obtenus en faisant varier l'angle entre le substrat et la cible de 0° à 75°. L'épaisseur des échantillons été déterminée à l'aide d'un profilomètre à pointe diamant. Le FeCoB a été déposé pendant une heure, ce qui correspond à des épaisseurs comprises entre 110 et 150 nm. Une couche de SiO_2 de 5 nm a été ensuite déposée pour protéger les échantillons.

La cristallinité des matériaux est analysée par diffraction des rayons X (DRX). Un VSM (Vibrating Sample Magnetometer), magnétomètre à échantillon vibrant, a permis de mesurer l'aimantation de l'échantillon magnétique en fonction du champ appliqué et d'obtenir le champ d'anisotropie statique H_k^{stat}, le champ coercitif H_C et l'aimantation à saturation $4\pi Ms$. Des mesures angulaires rémanentes (ARM) ont permis d'obtenir la dispersion angulaire de l'anisotropie $\Delta\alpha_{90}$ [3].

La perméabilité dynamique est mesurée à l'aide d'un perméamètre microruban court-circuité et d'un analyseur de réseau. Pour l'extraction de la perméabilité il est nécessaire de faire un « blanc sous champ » en saturant l'échantillon dans la direction du champ radiofréquence. Nous avons aussi mesuré la réponse dynamique en appliquant un champ statique perpendiculairement à la direction du champ radiofréquence et en parcourant le cycle d'hystérésis en faisant varier le champ statique de la valeur de saturation positif (+Hs) jusqu'à la valeur de saturation négative (-Hs) de l'échantillon testé. En traçant le carré de la fréquence en fonction du champ statique appliqué, on peut déduire la valeur du champ d'anisotropie dynamique et la comparer au champ d'anisotropie statique [4].

III. RESULTATS ET DISCUSSION

Nous avons étudié des échantillons élaborés avec des angles entre le substrat et la cible - l'angle d'incidence

oblique β - de 0°, 25°, 45° et 75°. Le tableau I récapitule l'ensemble des valeurs mesurées. Notons que l'échantillon β = 75° a une épaisseur sensiblement inférieure aux autres. De plus, cet échantillon possède un gradient d'épaisseur qui varie de 80 nm et 130 nm.

Tableau I. Valeurs mesurées pour les différents angles d'incidence.

angle β (°)	0	25	45	75
t (nm)	140	150	150	106
$4\pi Ms$ (KG)	15.8	16	15.1	16.5
$\Delta\alpha_{90}$ (°)	26	8	6	–
H_C^{EA} (Oe)	5.4	5.1	7.5	15.9
H_C^{HA} (Oe)	9.5	16.5	15.9	31.1
H_k^{stat} (Oe)	38	112	226	170
$< H_k^{dyn} >$ (Oe)	36	127	276	–
H_k^0 (Oe)	-18	-18	-42	–
FHWM (GHz)	2.3	0.81	0.98	–

A. *Etude structurale*

La Fig.1 montre les mesures de diffraction de rayons X obtenues pour tous les échantillons considérés dans notre étude. Tous les diffractogrammes présentent une très large structure unique correspondant à la raie (110) de FeCoB autour d'un angle 2θ compris entre 43 et 45°. Cette structure ne varie pas en fonction de l'angle d'incidence oblique β. L'observation de cette structure de diffraction des rayons X est une indication que le FeCoB est amorphe ou qu'il existe des nanocristallites de FeCoB noyés dans une matrice amorphe. En mesurant la largeur à mi-hauteur des pics et à l'aide de l'équation de Scherrer, on peut estimer que la taille des grains de ces différents échantillons est comprise entre 2 nm et 5 nm.

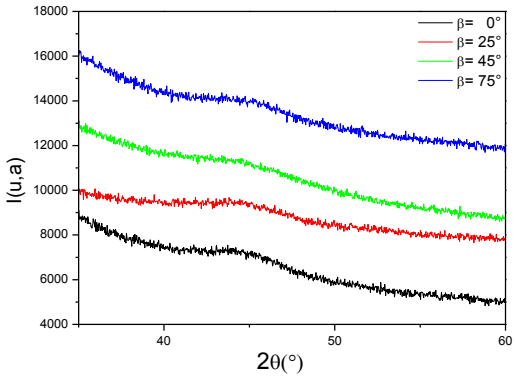


Fig.1. Diffractogrammes de rayons X pour les différents angles d'incidence.

B. *Etude magnétique statique*

Les cycles d'hystérésis des quatre échantillons mesurés le long de l'axe difficile sont présenté Fig.2.

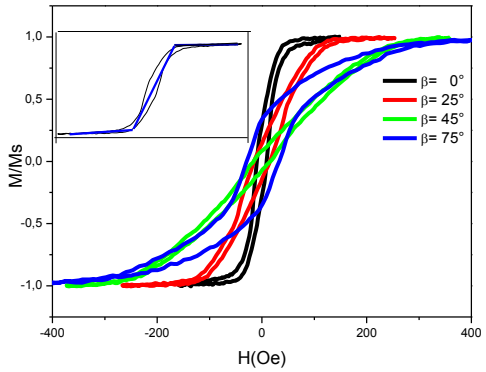


Fig.2. Cycles d'hystérésis selon l'axe difficile pour les différents angles d'incidence

On observe, pour tous les échantillons, une ouverture du cycle qui diffère du modèle de rotation cohérente qui est le mécanisme qui domine le long de l'axe difficile. La détermination du champ d'anisotropie statique H_k^{stat} a été effectuée avec deux méthodes : i) à partir d'une courbe du modèle de rotation cohérente simulée, présentée dans l'encadré de la Fig.2 ; ii) par intégration de surface [5], à partir de l'énergie d'anisotropie entre l'axe facile et l'axe difficile :

$$H_k^{stat} = 2\int_0^{Hs} [m_{ea}(H) - m_{ha}(H)]dH \qquad (1)$$

où m_{ea} et m_{ha} signifie l'aimantation réduite ($m = M/Ms$) prise des cycles mesurées selon l'axe facile et difficiles. Ces deux méthodes donnent des valeurs très proches qui ont été moyennées. L'ensemble des valeurs obtenues à partir des cycles mesurés le long des axes facile et difficile est présenté tableau I. Le tableau montre que l'aimantation à saturation de l'ordre de 16 kG est quasi-constante alors que les champs coercitifs mesurés le long des axes de facile H_C^{EA} et difficile aimantation H_C^{HA}, tout comme le champ d'anisotropie statique H_k^{stat}, augmentent avec l'angle d'incidence oblique jusqu'à β = 45°. Cette tendance est commune au dépôt réalisé en incidence oblique [6], l'augmentation de l'anisotropie uniaxiale pouvant être attribuée à un effet d'ombre décrite par le model « self-shadowing » [7]. La diminution du champ d'anisotropie à β = 75° peut être attribuée à changement de nature du stress présent dans l'échantillon [1].

C. *Etude magnétique dynamique*

La Fig. 3 montre les spectres des perméabilités imaginaires pour ces différents angles de dépôt.

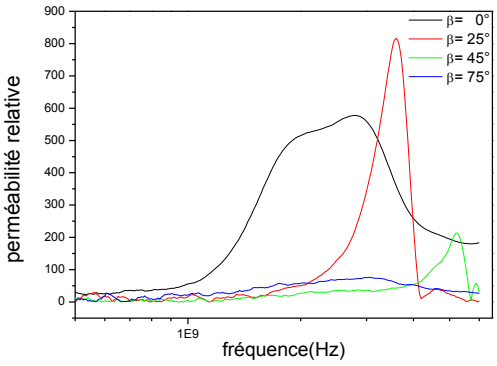


Fig. 3. Spectres des perméabilités imaginaires en fonction de la fréquence pour les différents angles d'incidence.

La Fig. 3 et le tableau I montre que la largeur à mi-hauteur FHWM dépend de l'angle d'incidence oblique. Elle diminue par rapport à l'incidence normale (β = 0°) d'un facteur 2 pour β = 25° et β = 45°. Ceci s'explique notamment par une diminution de la dispersion angulaire $\Delta\alpha_{90}$ de l'axe d'anisotropie : les valeurs de la dispersion angulaire ARM obtenues pour β = 0° à β = 45° sont respectivement $\Delta\alpha_{90}$ = 26° et $\Delta\alpha_{90}$ = 6°. Par ailleurs, on observe que la fréquence de résonance augmente de 0° à 45°, comme attendue [8], puis diminue à 75°. Les valeurs des fréquences de résonance (*fr* exp) sont reportées Fig. 4, ainsi que celles obtenues à partir les mesures statiques de VSM (*fr* calc).

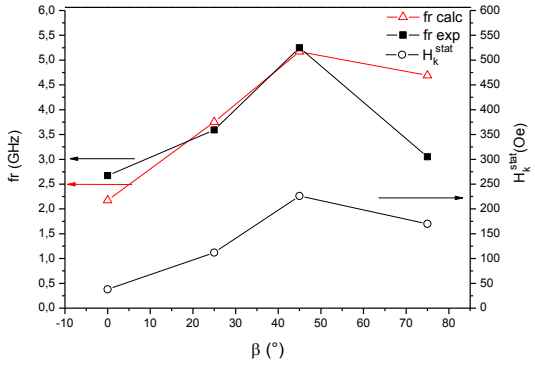


Fig. 4. Variation de la fréquence de résonance et du champ d'anisotropie en fonction de l'angle d'incidence.

La fréquence de résonance est calculée à partir de la relation [8]:

$$fr = \frac{\gamma}{2\pi}\sqrt{4\pi Ms.H_k^{stat}} \qquad (2)$$

Elle varie dans le même sens que la fréquence mesurée et suit l'évolution du champ d'anisotropie statique H_k^{stat}, l'aimantation à saturation $4\pi Ms$ étant quasiment constante.

La Fig. 5 montre la variation du carré de la fréquence lorsqu'un champ statique H_{ex} est appliqué suivant l'axe facile perpendiculairement au champ RF pour les échantillons β = 0° à β = 45°.

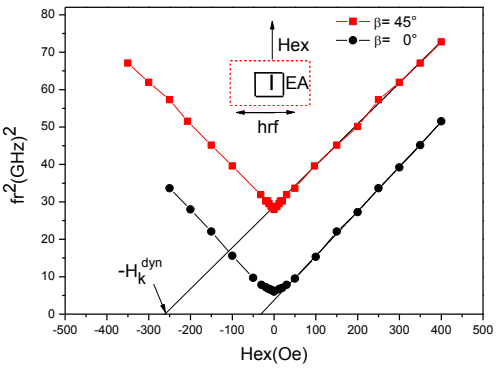


Fig. 5. Variation du carré de la fréquence en fonction du champ statique appliqué H_{ex} pour deux angles d'incidence β=0° et β=45°.

Lorsqu'un champ statique H_{ex} est appliqué, H_k^{stat} dans la relation (2) est remplacé par H_{eff} qui est égale à :

$$H_{eff} = \left|H_k^{stat} + H_{ex}\right| \qquad (3)$$

si H_{ex} et H_k^{stat} sont dans le même sens et,

$$H_{eff} = \left|H_k^{stat} - H_{ex}\right| \qquad (4)$$

si H_{ex} et H_k^{stat} sont opposés.

Le champ coercitif H_C^{EA} étant relativement faible, la condition (4) se réalise près de H_{ex}= 0. Pour des valeurs de H_{ex} éloignées de H_C^{EA}, la fréquence au carré décroit linéairement avec le champ statique appliqué H_{ex} puis croit linéairement après renversement de l'aimantation. L'intersection entre la ligne droite de la courbe expérimentale ajustée pour H_{ex} positifs et la droite horizontale fr^2 = 0 nous permet d'extraire les valeurs du champ d'anisotropie dynamique H_k^{dyn}. Pour 0°, les valeurs de H_k^{dyn} (31 Oe) et H_k^{stat} (36 Oe) sont très proches alors qu'elles diffèrent de 32 Oe pour 45° (H_k^{dyn} = 260 Oe et H_k^{stat} = 228 Oe). Cette différence peut être attribuée à l'existence d'un champ d'offset purement dynamique H_k^0 dont l'expression est donnée par la relation suivante [9]:

$$H_k^{dyn} = H_k^0 + H_k^{stat}\cos(2\theta) \qquad (5)$$

où θ représente l'angle entre l'axe de facile aimantation et celui de H_{ex} (ici θ =0). Des mesures ont été réalisées pour θ = 90° afin de confirmer cette hypothèse.

La Fig. 6 montre, pour l'angle d'incidence β= 45°, la variation de fr^2 lorsqu'un champ statique est appliqué perpendiculairement au champ RF suivant l'axe facile (θ = 0°) et perpendiculairement à l'axe facile (θ =90°). Les faibles variations de valeurs du champ d'anisotropie dynamique H_k^{dyn} par rapport à la Fig.5 sont dues au fait que le champ de saturation a été augmenté Fig.6 de 800 G à 1300 G afin de s'assurer que l'échantillon soit bien saturé.

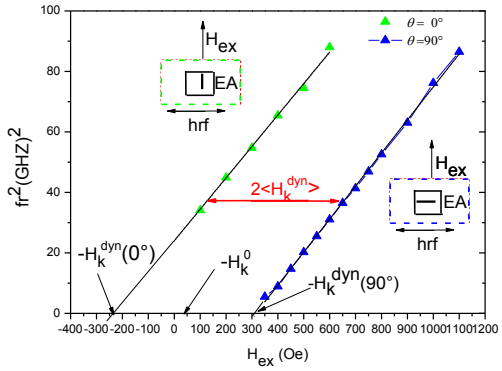


Fig. 6. Variation du carré de la fréquence en fonction du champ statique appliqué H_{ex} selon les deux axes facile et difficile pour β=45°.

En appliquant l'équation (5) et à l'aide des droite ajustées Fig.6 on déduit H_k^0 et l'anisotropie dynamique moyenne $< H_k^{dyn} >$. Les différentes valeurs de H_k^0 et $< H_k^{dyn} >$ sont reportées tableau I. Les valeurs de l'échantillon 75° ne sont pas présentées dans le tableau car le signal était trop faible pour être exploité. On observe que les valeurs de $< H_k^{dyn} >$ sont proches de celles du champ statique et que les valeurs de H_k^0 sont négatives. Dans les systèmes couplés ferromagnétique/antiferromagnétique, H_k^0 est interprété comme un terme d'anisotropie rotatoire [10] due à des spins non-compensés qui suivent l'aimantation du ferromagnétique. Ici les moments magnétiques responsables de ce terme sont couplés antiferromagnétiquement car les valeurs de H_k^0 sont négatives. Un tel couplage a récemment été observé dans un système ferromagnétique/antiferromagnétique séparé par une couche non magnétique [10]. Par ailleurs, H_k^0 augmente en valeur absolue entre 25° et 45°. Cette augmentation peut être directement corrélée à celle observée sur H_C^{EA} [11].

IV. CONCLUSION

L'incidence oblique lors du dépôt, au moins jusqu'à 45°, permet d'augmenter la valeur de l'anisotropie et de diminuer sa dispersion angulaire. Conséquemment, la fréquence de résonance augmente et la largeur à mi-hauteur diminue. Des mesures complémentaires de résonnance ferromagnétique sont prévues pour préciser la nature de l'anisotropie d'incidence oblique à l'origine de ces observations. Elles permettront notamment de faire varier l'angle entre le champ appliqué et l'axe facile. Nous prévoyons également de recuire les échantillons pour expliquer le comportement observé à 75°.

REFERENCES

[1] M. K. Minor, T. M. Crawford, T. J. Klemmer, Y. Peng and D. E. Laughlin,"Stress dependence of soft, high moment and nanocrystalline FeCoB films", *J. Appl. Phys.*, vol. 91, pp. 8453, 2002.

[2] V. Laur, P. Queffelec, F. Rasoanoavy, G. Lebedev, B. Viala and M.P. Thi, "Microwave Magnetoelectric Couplings in FeCoB/piezoelectric Bilayers.", *IEEE Transactions on Magnetics.*,vol. 49, no. 3, pp. 1060–1063, 2013.

[3] L. Xiaomin and G. Zangari, "Easy Axis Dispersion and Micromagnetic Structure of Electrodeposited, High Moment Fe–Co–Ni Films", *Journal of Applied Physics*, vol. 90, no. 10, pp. 5247–5252, 2001.

[4] B.S Zhang, Z. Yuan, H. Zhao, Y.Yang and D.M Tang,"Hysteretic Behavior of the Dynamic Permeability in FeCoB Thin Films." *IEEE Transactions on Magnetics.*, vol. 52, no. 2, pp. 1–4, 2016.

[5] A. Neudert, J. McCord, R. Schäfer and L.Schultz, "Dynamic Anisotropy in Amorphous CoZrTa Films", *Journal of Applied Physics*,vol. 95, no. 11, pp. 6595–6597, 2004.

[6] N. Phuoc, F. Xu and C. K. Ong, "Tuning Magnetization Dynamic Properties of Fe–SiO2 Multilayers by Oblique Deposition", *Journal of Applied Physics.*, vol.105, no. 11, pp. 113926, 2009.

[7] O.D. Smith, "Anisotropy in Permalloy Films", *Journal of Applied Physics*, vol. 30, no. 4, pp. 264–265, 1959

[8] T. J. Klemmer, K. A. Ellis, L. H. Chen, B. Van Dover and S. Jin, "Ultrahigh Frequency Permeability of Sputtered Fe–Co–B Thin Films", *Journal of Applied Physics.*, vol. 87, no. 2, pp. 830–833, 2000.

[9] R. Lopusnik, J. P. Nibarger, T. J. Silva, and Z. Celinski , "Different Dynamic and Static Magnetic Anisotropy in Thin Permalloy™ Films", *Applied Physics Letters.*, vol 83, no. 1, pp.96–98, 2003.

[10] S. Nicolodi, L. G. Pereira, A. Harres, G. M. Azevedo, J. E. Schmidt, I. García-Aguilar, N. M. Souza-Neto, C. Deranlot, F. Petroff and J. Geshev, "Negative Rotatable Anisotropy in IrMn/Cr/Co Thin Films", *Physical Review B*, vol. 85, no. 22, pp. 224438, 2012.

[11] J. McCord, R. Mattheis and D. Elefant. "Dynamic Magnetic Anisotropy at the Onset of Exchange bias:The NiFe/IrMn Ferromagnet/antiferromagnet System", *Physical Review B*, vol.70, pp. 094420, 2004.