OBSERVATIONS SUR LA FORMATION DE COUCHES MINCES DE MnBi

E. Duda, Moïse Marchal

► To cite this version:

E. Duda, Moïse Marchal. OBSERVATIONS SUR LA FORMATION DE COUCHES MINCES DE MnBi. Journal de Physique Colloques, 1971, 32 (C1), pp.C1-140-C1-141. 10.1051/jphyscol:1971145 . jpa-00214472

HAL Id: jpa-00214472

<https://hal.science/jpa-00214472>

Submitted on 1 Jan 1971

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.

OBSERVATIONS SUR LA FORMATION DE COUCHES MINCES DE MnBi

E. DUDA et M. MARCHAL

Résumé. — Des échantillons de MnBi ont été préparés par différentes méthodes : traitement de diffusion à basse température ($< 446^{\circ}\text{C}$), traitement à haute température suivi d'une trempe et d'un recuit, afin de déterminer les meilleures conditions d'obtention de ce composé.

Des lames minces de MnBi ont été obtenues par évaporation sous vide suivie d'un recuit. Leurs caractéristiques permettent dès maintenant d'envisager leur utilisation dans les mémoires magnéto-optiques.

Abstract. — In order to establish the proper preparation conditions, bulk MnBi specimens have been made using two different techniques : low temperature ($< 446^{\circ}\text{C}$) diffusion treatment ; elevated temperature treatment followed by rapid quenching and annealing.

MnBi thin films have been obtained by vacuum evaporation and annealing. These films can readily be used in magneto-optic memories.

MnBi est un composé intermétallique dont les propriétés ferromagnétiques, disparition de l'aimantation spontanée à 360°C et très forte anisotropie magnéto-cristalline (champ d'anisotropie à 300°K : 40 kOe) sont remarquables [1]. Ces propriétés peuvent être exploitées pour la réalisation de mémoires à écriture thermomagnétique et lecture optique pourvu qu'il soit possible de réaliser des couches minces transparentes dont l'aimantation soit perpendiculaire au plan de la couche.

La métallurgie des couches minces de MnBi étant actuellement mal connue, les études que nous effectuons dans ce domaine au Laboratoire Central de Thomson-C. S. F. nous ont conduits à préciser les conditions métallurgiques de la formation de MnBi massif à partir des éléments avant d'envisager la préparation de couches minces.

I. Préparation de MnBi à l'état massif. — Dans les travaux antérieurs, un mélange équiatomique homogène de manganèse et de bismuth est porté à $1\,000^{\circ}\text{C}$. L'alliage fondu est refroidi lentement jusqu'à 440°C et maintenu à cette température pendant une durée variable et comprise entre quelques heures et une semaine. Il est ensuite ramené à la température ordinaire. Cette méthode de préparation est lente, elle conduit à un alliage contenant environ 70 % de MnBi pour une durée totale d'opération de l'ordre de 3 semaines [1].

I.1 MÉTHODES EXPÉRIMENTALES UTILISÉES. — Deux autres méthodes de préparation peuvent théoriquement être envisagées : la préparation à basse température dans laquelle un mélange de Mn en morceaux et Bi est maintenu à 420°C sous vide.

Ce procédé conduit à des échantillons grâce auxquels nous avons mis en évidence le mécanisme de formation de MnBi par diffusion intergranulaire. Il est cependant très lent et conduit à des fractions de MnBi formé de l'ordre de 10 à 20 % pour une durée de traitement thermique de 100 heures.

I.2 PRÉPARATION PAR TRAITEMENT A HAUTE TEMPÉRATURE SUIVIE D'UNE TREMPÉ. — Au-delà de 860°C [2] les alliages étudiés se trouvent sous forme de

liquide homogène. Une trempe rapide permet de conserver à température ambiante un mélange intime de manganèse et bismuth. Il est possible alors de former MnBi par traitement thermique à une température inférieure à 446°C .

Au cours du recuit les précipités de MnBi grossissent, leur développement est d'autant plus rapide que la température de traitement est plus proche de 446° . Par cette méthode, il a été possible d'obtenir des alliages contenant environ 90 % de MnBi après 100 heures de traitement thermique.

Un accroissement de la vitesse de trempe, en augmentant la finesse de la dispersion des précipités de Mn entraîne un nouvel accroissement de la vitesse de formation de MnBi. Ce phénomène a été effectivement constaté en préparant des lingots par coulée de l'alliage fondu dans une lingotière refroidie à l'azote liquide. Après un recuit de quelques heures à 410°C , on obtient un alliage macroscopiquement homogène et contenant environ 95 % de MnBi.

I.3 ETUDE DES ÉCHANTILLONS. — Nous avons utilisé principalement la microscopie de Castaing et les rayons X. Les analyses effectuées à la microsonde ont permis de montrer que le MnBi formé avait la composition suivante : 20 % Mn et 80 % Bi en poids, la précision des mesures étant de $\pm 1\%$. Nous avons constaté en outre que la matrice de bismuth ne contenait pas de manganèse en solution à la température ambiante.

Les études aux rayons X ont été effectuées au moyen d'un diffractomètre muni d'une anticathode de cuivre.

Les paramètres de la maille ont été calculés pour un grand nombre d'échantillons préparés par différents procédés. Dans tous les cas, les valeurs trouvées sont voisines de $a = 4,30\text{ \AA}$, $c = 6,125\text{ \AA}$, ce qui correspond bien aux valeurs citées dans la littérature.

II. Préparation de MnBi en couches minces.

Les couches ont été préparées selon la méthode décrite par Williams [3] et Chen [4] par dépôt successif de $500\text{ \AA}$ de Mn, puis $500\text{ \AA}$ de Bi sur un substrat de verre.

Ces conditions de fabrication correspondent à des proportions massiques largement surstœchiométriques en manganèse. Une couche protectrice de monoxyde de silicium de 500 Å protège ensuite la couche contre la corrosion atmosphérique. Après formation de la couche composite, la lame mince est scellée sous vide dans un tube de quartz et soumise à un traitement thermique de diffusion à 410 °C.

II.1 ETUDE DE MnBi EN COUCHES MINCES. — En dépit de la faible quantité de matière mise en jeu, l'étude au diffractomètre de lames minces de 1 000 Å environ est possible. D'une manière générale, le dépouillement des diagrammes obtenus permet d'identifier uniquement les phases MnBi et bismuth résiduel. La mesure de la hauteur des pics sur les enregistrements obtenus permet d'apprécier grossièrement les proportions relatives de Bi et MnBi. Le dépouillement des diagrammes de diffraction d'un grand nombre de couches a permis de montrer qu'un traitement de 1 heure environ à 410 °C est suffisant pour former une forte proportion de MnBi. Dans quelques cas particuliers, nous avons constaté l'absence totale de pics du bismuth sur les diagrammes, ce qui signifie que tout le Bi a réagi pour former MnBi. La comparaison des intensités de pics de diffraction obtenues par rapport aux valeurs théoriques calculées pour des échantillons non texturés montre que les cristallites ont préférentiellement leur axe perpendiculaire au substrat.

L'examen au microscope optique des couches minces de 1 000 Å environ a été effectué par réflexion et par transmission. Ces couches ne sont pas monocristallines mais présentent d'une manière générale des grains de 10 à 100 microns. Nous avons étudié ces dernières par effet Kerr. La présence de domaines magnétiques se manifeste par l'apparition de plages claires et de plages sombres (Fig. 1).

FIG. 1.

Les mesures magnétiques effectuées sur les couches minces sont dues à MM. Dusson et Langlet (*).

Ces mesures sont destinées à caractériser l'aptitude des couches de MnBi à constituer des mémoires magnéto-optiques. Elles consistent dans la mesure de la rotation de Faraday $2F$, du champ coercitif H_c et de l'atténuation α .

Un moyen commode d'étudier l'hystérèse consiste à mesurer la rotation Faraday en fonction du champ appliqué à la lame mince.

Les caractéristiques des lames de MnBi dont l'épaisseur est de 1 000 Å sont les suivantes :

$$H_c : 1,4 \text{ kOe} \quad 2F : 12^\circ \quad \alpha : 26 \text{ dB}.$$

L'étude de la variation de la rotation Faraday avec la température a permis de vérifier que l'aimantation disparaît à 360 °C à l'échauffement et reparaît à 340 °C au refroidissement.

(*) THOMSON-C. S. F. — Laboratoire de Magnétisme.

Bibliographie

- [1] GUILLAUD, Thèse 1943.
- [2] SEYBOLT (A. U.), HANSEN (H.), ROBERTS (B. W.), YURCIN (P.), *Journal of Metals*, AIME Trans., 1956, **206**, 606.
- [3] WILLIAMS (H. J.), SHERWOOD (R. C.), FOSTER (F. G.), KELLY (E. M.), *Journal of Applied Physics*, 1957, **28**, 1181.
- [4] CHEN (D.), READY (J. F.), AAGARD (R. L.), BERNAL (E.), *Laser, Focus*, 1968, p. 18-22.