

Etude des propriétés magnéto-optiques des couches minces à base de ferrite de cobalt obtenues par voie sol-gel

N. LAMAÏ^{1,2*}, F. ROYER², A. MATIBEYE¹, G. SAKA⁴, J. P. CHATELON², D. JAMON², S. NEVEU³,
M. F. BLANC-MIGNON² et J. J. ROUSSEAU²

¹ Institut Universitaire des Sciences et Techniques d'Abéché, BP 130 Abéché, Tchad

² Université de Lyon, F-42023 Saint-Etienne, France et Université de Saint-Etienne, Jean Monnet,
F-42000 Saint-Etienne, LT2C EA 3523, France

³ Laboratoire PHENIX, Université Pierre et Marie Curie, UMR 8234, 4 place Jussieu,
75252 Paris Cedex 05, France

⁴ Institut Universitaire Polytechnique de Mongo, BP4377, Tchad

*Correspondance, courriel : lamaïhubert@yahoo.fr

Résumé

Ce travail est consacré à l'étude des propriétés magnéto-optiques (rotation Faraday) de couches minces à base de ferrite de cobalt obtenues par voie sol-gel. La contribution de la méthode sol-gel utilisée est très importante et cela permet d'obtenir des couches minces ayant une bonne qualité optique. Cette démarche nécessite juste l'utilisation de liquides magnétiques ou ferrofluides, de précurseurs de silice (pas cher) et d'un substrat de verre. Le but est d'obtenir des couches minces et étudier leurs propriétés magnéto-optiques. Les courbes obtenues à la longueur d'onde de 820 nm présentent des cycles d'hystérésis avec des rotations rémanentes de 40, 60 et 81 °/cm. Ces résultats présentent une excellente rotation Faraday de 212, 318 et 340 °/cm à la longueur d'onde de 820 nm. Ceci montre la forte potentialité de la matrice sol-gel dopée.

Mots-clés : *nanoparticules magnétiques, ferrite de cobalt, sol-gel, couches minces, rotation Faraday.*

Abstract

Study of the magneto-optical properties of thin films cobalt ferrite obtained by the sol-gel

This work is devoted to the study of magneto-optical (Faraday rotation) of thin cobalt ferrite layers obtained by sol-gel. The contribution of the sol-gel method is very important and it allows obtaining thin films having a good optical quality. This requires only the use of magnetic fluids or ferrofluids, silica precursors (cheap) and a glass substrate. The goal is to obtain thin layers and study their magneto-optical properties. The curves obtained for the wavelength of 820 nm have hysteresis loops with retentive rotations of 40, 60 and 81 °/cm. These results show excellent Faraday rotation 212, 318 and 340 °/cm at a wavelength of 820 nm. This shows the high potential of the doped sol-gel matrix.

Keywords : *magnetic nanoparticles, cobalt ferrite, sol-gel, thin films, Faraday rotation.*

1. Introduction

L'élaboration des matériaux composites sous la forme de couches minces à base de ferrite de cobalt et de précurseurs de silice (sol-gel) présente un intérêt majeur dans des domaines d'applications. Leurs propriétés particulières leur confèrent ainsi une utilisation comme composants optiques, amplificateurs optiques intégrés, etc. L'objectif de ce travail est de réaliser des dépôts de couches minces de ferrite de cobalt par voie sol-gel à l'aide d'un appareillage et de caractériser leurs propriétés magnéto-optiques dans le but des applications technologiques.

2. Matériel et méthodes

2-1. Méthode d'élaboration de ferrofluides

Un ferrofluide ou liquide magnétique est un colloïde ayant une taille nanométrique de 3 à 30 nm en suspension dans un liquide porteur [1]. Ils (liquides magnétiques) n'existent pas à l'état naturel : il faut les assembler et deux méthodes existent actuellement dans la littérature pour les élaborer. Pour notre travail, nous avons utilisé un liquide magnétique synthétisé [2] en suivant la méthode obtenue par R. Massart [3]. C'est un liquide magnétique constitué de nanoparticules dispersées dans l'eau. Les particules magnétiques utilisées pour fabriquer ces ferrofluides sont généralement constituées d'oxydes de fer.

2-2. Méthode d'élaboration de sol-gel

Cette méthode de préparation consiste à faire un mélange de précurseurs en phase liquide (sol) de dioxyde de silicium (SiO_2), de dioxyde de Zirconium (ZrO_2) et d'acide méthacrylique ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_2$) à des proportions 10.3.3 [8] respectivement. Le dioxyde de silicium, composant majoritaire présente une bonne transparence dans le visible. Ensuite on ajoute le photo initiateur qui déclenche la polymérisation sous UV. Enfin nous filtrons le sol obtenu avec un filtre de $0,2\mu\text{m}$ pour respecter les conditions de réalisation des couches minces ayant une bonne qualité optique. Le sol ainsi obtenu est dopé par le liquide magnétique de ferrite de cobalt (S437A).

Echantillons	Sol10.3.3	Dopé S437A	Filtré	Vitesse de tirage	TT(90°)/1h	UV/ λ (/20mn)	Epaisseur (μm)
HV6	X	0.5mL	0.45 μL	5	X	X	6.2
HV7	X	0.5mL	0.45 μL	8	X	X	5.41
HV8	X	1mL		5	X	X	6.15

Le substrat utilisé est du verre et doit tout d'abord être nettoyé à l'éthanol pour conférer une bonne adhérence des couches minces.

2-3. Matériel de dépôt : trempage-retrait

Pour l'obtention des couches minces sur un substrat, différentes techniques existent dans la littérature. Dans notre cas, c'est la méthode de « dip-coating » ou trempage-retrait qui est particulièrement bien adaptée à la réalisation de couches minces qui est utilisé.

Elle facilite le dépôt de films très homogènes sur des substrats de grande taille, tout en permettant le contrôle de l'épaisseur et de la structure du dépôt (porosité, cristallinité...) [10].

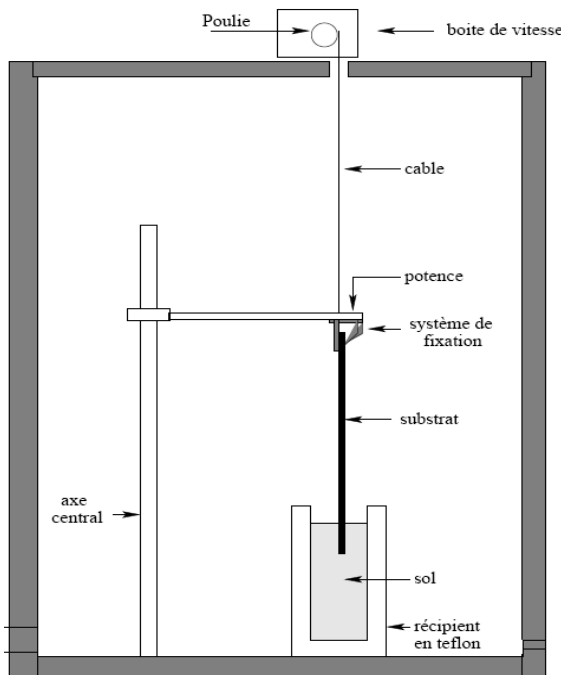


Figure 1 : Principe de la méthode « Dip-coating » : trempage-retrait

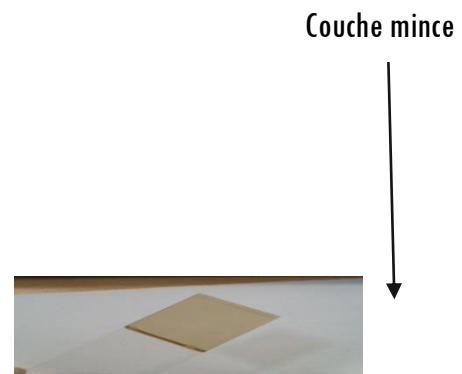


Figure 2 : Photographie d'une couche mince

Le dispositif utilisé (**Figure 1**) est composé d'un récipient spécial en téflon contenant la solution à déposer, le câble relié à un moteur est utilisé pour introduire le substrat dans la solution. On laisse stabiliser la surface du sol, puis on remonte le substrat à vitesse constante (cm/min). Cette précaution évite la formation de stries lors du tirage engendrées par le liquide en mouvement (vaguelettes). Un film se forme par évaporation rapide des solvants lors de son retrait. Cette évaporation entraîne la densification partielle de la couche formée. Après vient le traitement thermique dans un four à une température de 90°C pendant une heure puis un traitement sous UV, afin d'obtenir le matériau désiré. Ces deux étapes vont permettre l'évaporation des solvants, la densification du matériau et sa transformation en une phase purement inorganique (matériau final) [9]. Une photographie (**Figure 2**) présente une couche déposée sur verre à la vitesse de tirage 4cm/min puis séchée pendant 1h à la température de 90°C. Un traitement UV final à 365 nm puis 254 nm est effectué.

3. Résultats et discussion

Afin de caractériser les couches minces obtenues avec respectivement des vitesses (5 cm/min ; 8 cm/min et 5 cm/min), un montage polarimétrique (**Figure 3**) pour la détermination de la rotation Faraday est décrit. La rotation Faraday est une rotation non réciproque de la polarisation rectiligne de la lumière dans un matériau soumis à un champ magnétique. Le montage polarimétrique est constitué d'une lampe qui envoie une source de lumière aléatoire, qui après le polariseur est polarisée rectilignement et qui après l'échantillon est polarisée elliptiquement et dont on veut déterminer ces deux paramètres : l'ellipticité (ϵ_f) et la rotation Faraday (θ_f) (ce qui nous intéresse).

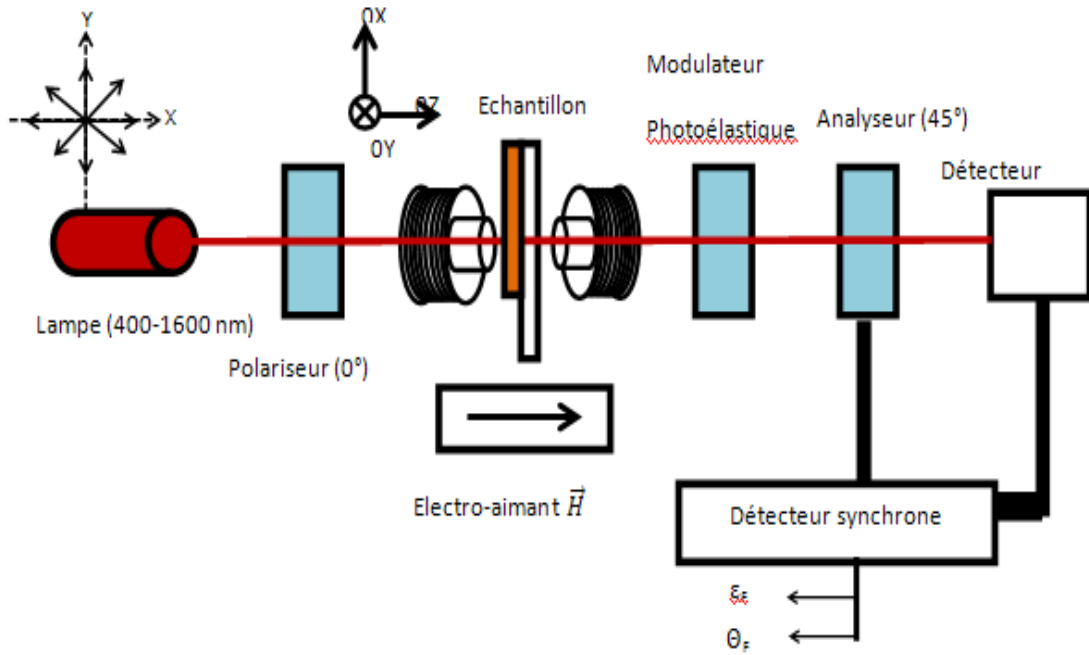


Figure 3 : Montage polarimétrique utilisant le modulateur photo-élastique(LT2C)

Ce dispositif a servi à faire des mesures sur trois échantillons à la longueur d'onde de 820 nm. Les **Figures 4, 5,6** illustrent la rotation Faraday spécifique ($^{\circ}/\text{cm}$) de trois échantillons de couches minces obtenues par voie sol-gel. Les courbes ont une allure attendue, à savoir un cycle d'hystérésis avec un champ coercitif et une rotation rémanente. La **Figure 4** illustre la rotation Faraday spécifique d'une couche mince (HV7). La courbe présente un cycle d'hystérésis qui se caractérise par sa rotation Faraday à saturation $\theta_F (^{\circ}/\text{cm}) = 212^{\circ}/\text{cm}$, son champ coercitif H_c 190 Oe, sa rotation rémanente θ_{Fr} , ce qui est très important car cela suppose que le matériau peut avoir une rotation sans appliqué un champ $40^{\circ}/\text{cm}$.

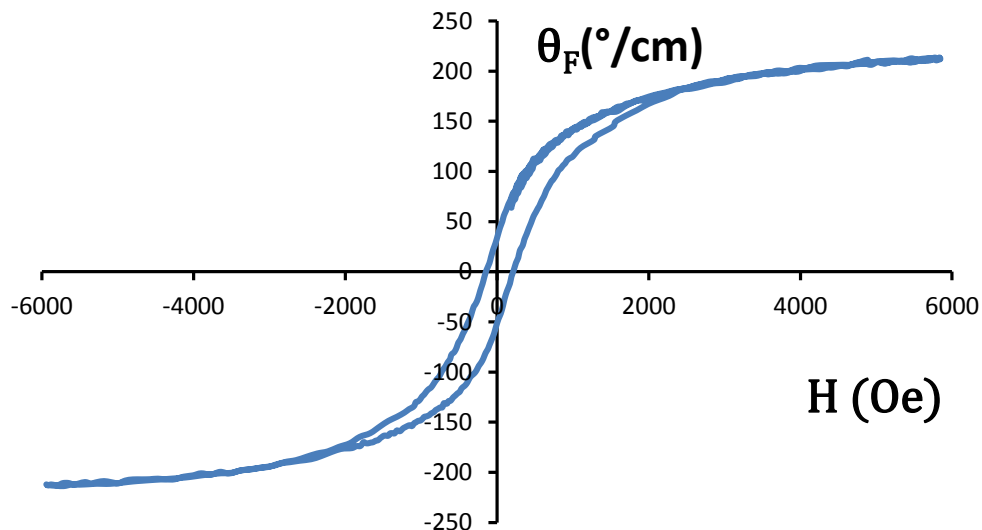


Figure 4 : Rotation Faraday spécifique $\theta_F (^{\circ}/\text{cm})$ d'une couche mince d'épaisseur $5.41\mu\text{m}$ en fonction du champ appliqué. La concentration volumique en nanoparticules est de 0,13 %

La **Figure 5** illustre la rotation Faraday spécifique d'une couche mince (HV8). La courbe présente un cycle d'hystérésis qui se caractérise par sa rotation Faraday à saturation θ_F ($^{\circ}/\text{cm}$) = 318 $^{\circ}/\text{cm}$, son champ coercitif H_C 115 Oe, sa rotation rémanente θ_{Fr} , ce qui est très important car cela suppose que le matériau peut avoir une rotation sans appliqué un champ 60 $^{\circ}/\text{cm}$.

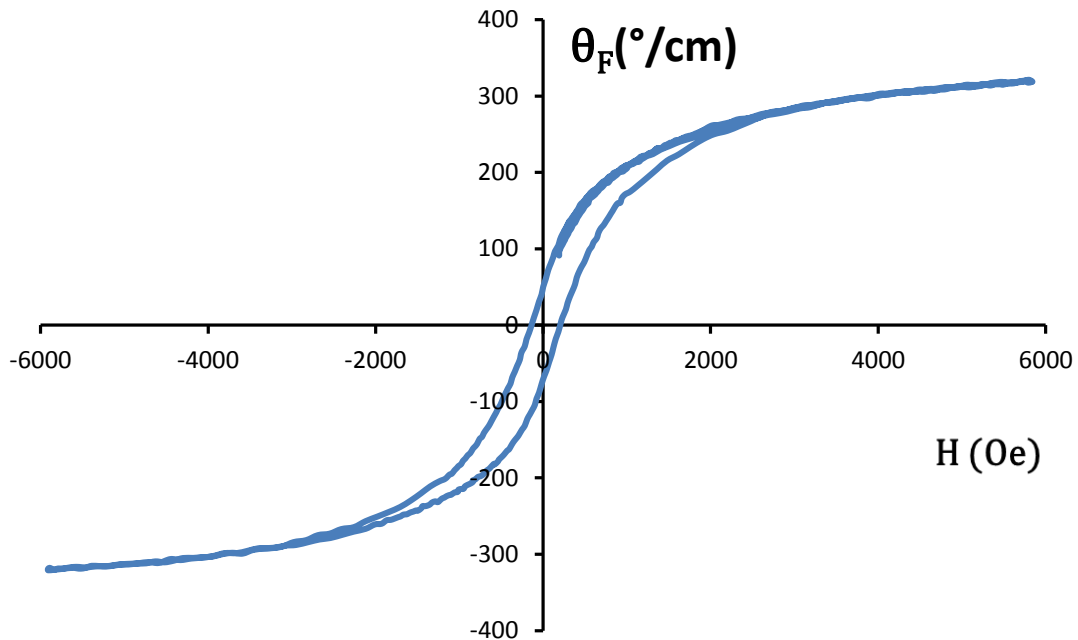


Figure 5 : *Rotation Faraday spécifique θ_F ($^{\circ}/\text{cm}$) d'une couche mince d'épaisseur 6.15 μm en fonction du champ appliqué. La concentration volumique en nanoparticules est de 0,13 %.*

La **Figure 6** illustre la rotation Faraday spécifique d'une couche mince (HV6). La courbe présente un cycle d'hystérésis qui se caractérise par sa rotation Faraday à saturation θ_F ($^{\circ}/\text{cm}$) = 340 $^{\circ}/\text{cm}$, son champ coercitif H_C 180 Oe, sa rotation rémanente θ_{Fr} , ce qui est très important car cela suppose que le matériau peut avoir une rotation sans appliqué un champ 81 $^{\circ}/\text{cm}$.

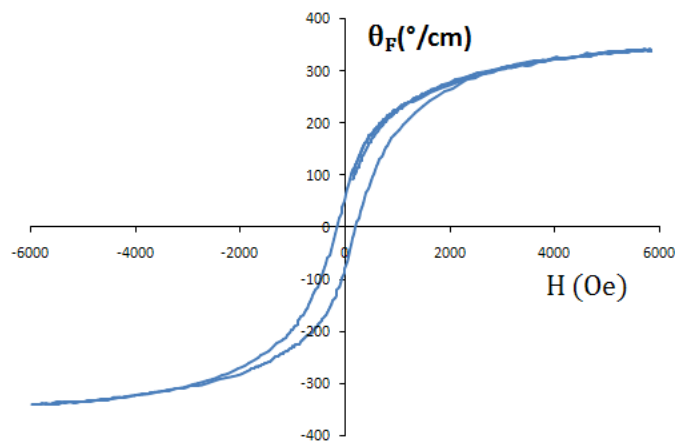


Figure 6 : *Rotation Faraday spécifique θ_F ($^{\circ}/\text{cm}$) d'une couche mince d'épaisseur 6.2 μm en fonction du champ appliqué. La concentration volumique en nanoparticules est de 0,13 %.*

4. Conclusion

La base du travail porte sur la procédure d'élaboration des couches minces par voie sol-gel. Dans l'autre partie, nous avons exposé la procédure d'élaboration des échantillons par la technique de dip-coating. Les résultats obtenus résident dans l'importante amplitude de la rotation Faraday sur une matrice SiO₂/ZrO₂ dopée par des nanoparticules de ferrite de cobalt. Cette étude a mis en évidence l'influence de la vitesse de retrait et l'épaisseur de la couche mince sur les propriétés magnéto-optiques. Nous précisons que cette étude s'inscrit dans la suite des travaux déjà réalisés au laboratoire LT2C (Université Jean Monnet de St-Etienne) et tenons à remercier l'AUF (Bureau Afrique Centrale et des Grands-Lacs) pour le soutien financier.

Références

- [1] - J. C. BACRI, R. PERZYNSKI, D. Salin, V. CABUIL and R. MASSART « Magnetic colloidal properties of ionic ferrofluids ». *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 62 (1) (1986) 36-46.
- [2] - S. NEVEU, « Size-Selective Chemical Synthesis of Tartrate Stabilized Cobalt Ferrite Ionic Magnetic Fluid », *J. Coll. Int. Sc.*, Vol.255, N° 2 (2002) 293-298.
- [3] - R. MASSART, « Preparation of aqueous magnetic liquids in alkaline and acidic media » *IEEE Trans. Magn.* 17(1981) 1247.
- [4] - J. P. JOLIVET, E. TRONC, et C. CHANEAC, «Synthesis of iron oxide- and metal-based nanomaterials», *Eur. Phys. J. AP*10(2000) 167.
- [5] - P. Berger, N. B. ADELMAN, K. J. BECKMAN, D. J. CAMPBELL, A. B. ELLIS, G. C. LISENSKY, «Synthesis of Aqueous Ferrofluid» *Journal of Chemical Education*, 76 (1999) 943-8.
- [6] - C. J. BRINKER and G. W. SCHERER, *Sol-Gel Science: «The Physics and Chemistry of Sol-Gel» Processing*. Academic Press, San Diego, 1990.
- [7] - C. ALAIN PIERRE, «Introduction to Sol-Gel Processing ». Kluwer Academic Publishers, Boston, 1998.
- [8] - F. CHOUEIKANI, F. ROYER, S. DOUADI, A. SKORA, D. JAMON, D. BLANC and A. SIBLINI «Low birefringent magneto-optical waveguides fabricated via organic-inorganic sol-gel process»*The European Physical Journal Applied Physics*, 2009.
- [9] - F.ROYER, A. DZAROVA , M. TIMKO, D. jamon , P. KOPCANSKY , J. KOVAC , F.CHOUEIKANI , H. GOJZEWSKI , J. J. ROUSSEAU, «Magneto-optical study of magnetite nanoparticles prepared by chemical and biomineralization process» *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 323 (2011) 1453-1459.
- [10] - S. SAKKA, T. YOKO *Struc. Bonding «Sol-gel derived coating films and Applications»*77 (1992) 89
- [11] - A. REMI (2010), Thèse de l'Université de Toulouse.
- [12] - F. TOURNUS, A. TAMION, N. BLANC, A. HILLION and V. DUPUIS, *Journal of Applied Physics*, Vol 109, N° 7 (2011) p 07B502.
- [13] - S. PAULINE and A. PERIS AMALIYA, *Archives of Applied Science Research*, Vol 3, N°5 (2011) 213-223.
- [14] - J. H. MOKKATH and G. PASTOR, *Physical Review B*, Vol 85, N°5 (2012) p054407.