



HAL
open science

Intégration de nanoparticules magnétiques douces sur inductances planaires pour applications RF

Melik Maksem, Adrien Bourguine, Kosseila Ait-Oukaci, Georgiana Dragomir-Maties, Thierry Leichle, David Bourrier, Alexandre Rumeau, Thomas Blon, Lise-Marie Lacroix, Thierry Parra

► **To cite this version:**

Melik Maksem, Adrien Bourguine, Kosseila Ait-Oukaci, Georgiana Dragomir-Maties, Thierry Leichle, et al.. Intégration de nanoparticules magnétiques douces sur inductances planaires pour applications RF. XXIIIèmes Journées Nationales Microondes (JNM 2024), Jun 2024, Juan les bains, France. hal-04904622

HAL Id: hal-04904622

<https://laas.hal.science/hal-04904622v1>

Submitted on 21 Jan 2025

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.

Intégration de nanoparticules magnétiques douces sur inductances planaires pour applications RF

Mélik E. Maksem^{1,2}, Adrien Bourguine³, Kosseila Ait-Oukaci^{1,2}, Georgiana Dragomir-Maties¹, Thierry Leïchlé², David Bourrier², Alexandre Rumeau², Thomas Blon¹, Lise-Marie Lacroix^{1,4}, Thierry Parra²

¹ Laboratoire de Physique et Chimie des Nano-Objets, UMR 5215 INSA, CNRS, UPS, Toulouse Cedex 4, France

² LAAS, CNRS, UT3, Toulouse Cedex 4, France

³ Toulouse Tech Transfer, 118 route de Narbonne, 31432 Toulouse

⁴ (IUF), 103 boulevard Saint Michel, 75005 Paris, France

maksem@insa-toulouse.fr

Résumé – Cette étude montre une approche ascendante pour l'intégration de matériaux diélectriques magnétiques sur inductances. Des nanoparticules magnétiques sont synthétisées par voie chimique en solution puis assemblées en micro-aimant submillimétrique par magnétophorèse directement sur les inductances. Les propriétés résultantes en permittivité et perméabilité ont été mesurées jusqu'à 20 GHz. Une augmentation significative de la valeur d'inductance est observée, particulièrement après protection des particules contre l'oxydation grâce à un dépôt de résine époxy sur les micro-aimants. Les mesures RF montrent alors une augmentation de 50-60 % jusqu'à 3 GHz sans détérioration du facteur de qualité jusqu'à environ 1 GHz pour des valeurs d'inductances entre 2 nH et 4 nH.

1. Introduction

Dans le contexte d'une société numérique caractérisée par une intensification continue des communications sans fil, il devient primordial de limiter la surconsommation énergétique [1]. L'intégration de matériaux magnétiques doux sur des inductances permet de concentrer le flux magnétique localement et donc de réduire les pertes et d'améliorer les densités d'intégration. Les nanoparticules métalliques à base de fer telles que $\text{Fe}_x\text{Co}_y\text{Ni}_z$ sont de bons candidats en raison de la valeur réelle de leur perméabilité (μ') parmi les plus importantes [2], d'une aimantation à saturation importante et d'une faible anisotropie magnétique. Pour limiter les pertes, il est intéressant de se concentrer sur des nanoparticules présentant un comportement magnétique monodomaine [3] assemblées en un micro-aimant électriquement isolant et localisé sur le microcomposant visé.

Lors de précédentes études sur l'intégration de nanoparticules magnétiques sur inductances Koh *et al.* ont réalisé des dépôts de nanoparticules de FeNi_3 sur des inductances planaires induisant des augmentations d'inductance de 20 à 50% suivant la gamme de fréquence [4]. Toutefois le dépôt est opéré sur une zone bien plus large que l'inductance elle-même, conduisant à une surconsommation du matériau magnétique. Garnero *et al.* ont reporté une augmentation d'inductance de 10 à 20% sur des inductances commerciales par le report d'un

matériau composite combinant nanoparticules de FeCo et résine époxy [5]. Desvaux *et al.* ont reporté une augmentation de 40% sur des inductances recouvertes de particules de FeCo ordonnées en super-cristal [6,7]. Dans ces deux études, le matériau magnétique réalisé par ailleurs est reporté sur le composant limitant l'industrialisation du procédé.

L'étude présentée ici consiste en une approche ascendante avec des nanoparticules de Fe, FeCo et FeNi synthétisées par co-décomposition de précurseurs organométalliques, puis assemblées en un micro-aimant localisé directement sur le micro-composant et ce en utilisant la méthode de magnétophorèse [8]. L'intérêt de cette voie d'intégration, compatible avec les procédés microélectroniques est une potentielle réduction des coûts de fabrication avec une utilisation particulièrement locale et ainsi limitée du matériau magnétique. Les propriétés électromagnétiques RF résultantes sont étudiées à partir de la caractérisation sous pointes de lignes coplanaires jusqu'à 20 GHz.

2. Elaboration et intégration des nanoparticules sur inductances et lignes de transmissions

2.a. Puces de caractérisation électrique

Afin d'évaluer les propriétés radiofréquences des nanoparticules, des puces de tests sur silicium haute résistivité ($> 3000 \Omega \cdot \text{cm}$) et d'épaisseur 400 μm ont été réalisées. Ces puces de 1 cm^2 contiennent six lignes de transmissions coplanaires (CPW) et six inductances (Fig. 1-a) réalisées par électrodéposition de cuivre. Les lignes CPW présentent une impédance caractéristique sans matériau de 50 Ω à partir de 3 couples de valeurs de largeur (W) du ruban central et de l'espacement (S) de ce ruban avec les plans de masse de largeur 150 μm (S vaut 38 μm , 45 μm et 53 μm pour des valeurs W respectives de 50 μm , 60 μm et 70 μm). Les caractéristiques des inductances L sont présentées dans le tableau 1. Les caractéristiques de tous ces composants sont notamment choisies pour obtenir des géométries compatibles avec le test sous pointes, en limitant les discontinuités, et avec les exigences de la magnétophorèse [8] (Fig. 1a)). En effet, deux plots de nickel de 500 μm de long, 200 μm de large

et 75 μm d'épaisseur sont électrodéposés de part et d'autre de chacune des structures. Ceux-ci sont nécessaires pour l'étape de magnétophorèse qui permet de déposer localement les nanoparticules entre les deux plots.

Inductance	W (μm)	S (μm)	Nbr. spires	f_c (GHz)	L (nH)
L_1	10	10	1.5	12.0	2
L_3	10	10	1.75	7.0	4

Tableau 1. Paramètres géométriques et électriques des inductances.

2.b. Synthèse des nanoparticules

Les nanoparticules utilisées sont synthétisées par voie organométallique par réduction de précurseurs (amidure de fer(II), amidure de cobalt(II), amidinate de nickel(II)) sous dihydrogène. L'ajout d'un couple de ligands acide/amine à longue chaîne (ex : acide palmitique, hexadécylamine) permet de contrôler la taille et la forme des nanoparticules [5] et d'assurer une barrière électriquement isolante en surface, comme cela a été démontré antérieurement [6,7].

Des nanoparticules cubiques de fer d'environ 13 nm ont ainsi été synthétisées et étudiées notamment par microscopie électronique en transmission (MET, Fig.1-b). Celles-ci présentent une aimantation à saturation de 150 Am^2/kg ., à comparer à la valeur du fer massif de 220 Am^2/kg . Deux échantillons de nanoparticules cubiques de fer-cobalt sont également étudiés, les particules FeCo-a d'environ 16 nm (Fig. 1-e) et les particules FeCo-b d'environ 9 nm (Fig. 1-d). Ces deux systèmes présentent une aimantation à saturation de 180 Am^2/kg (massif 240 Am^2/kg)[4]. Enfin sont également considérées des nanoparticules sphériques de FeNi (Fig. 1-c) d'environ 6 nm de diamètre et d'aimantation à saturation de 70 Am^2/kg (massif 125 Am^2/kg) [9]. La monocristallinité de ces diverses particules a été confirmée par diffraction des rayons X.

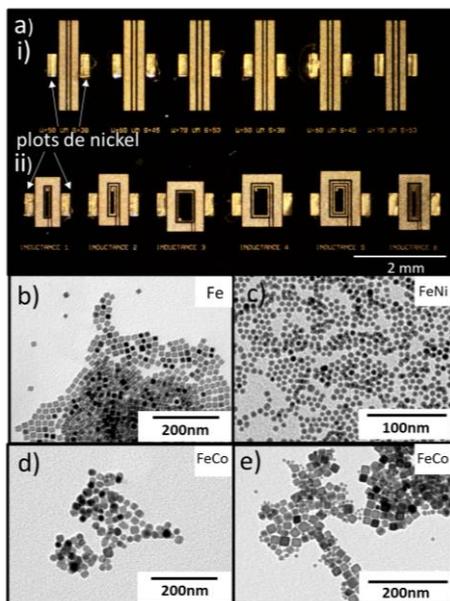


Figure 1. (a)(i) Images optiques des CPW, (ii) et des inductances des puces de caractérisation. (b) Images MET de nanoparticules de Fe, (c) FeNi, (d) FeCo-b et (e) FeCo-a.

2.c. Dépôt par magnétophorèse

La magnétophorèse est une méthode d'assemblage de particules en solution dirigée par champ magnétique [8]. Le principe est représenté sur la figure 2-a : sur un substrat décoré de deux plots de Ni en regard, une solution de NPs est déposée. Les plots de Ni engendrent des gradients magnétiques, particulièrement entre les plots, attirant les particules (Fig. 2-a(i)). Après plusieurs imprégnations, l'évaporation du solvant conduit à un assemblage dense de particules entre les plots de Ni (Fig. 2-a(ii)). Ici, une solution colloïdale de nanoparticules de concentration $7\text{g}_{\text{NP}}/\text{mL}$ est utilisée pour un dépôt par magnétophorèse sur les puces présentées précédemment. La puce est immergée dans un bain d'éthanol placé au centre d'un électroaimant générant un champ externe homogène de 0.5 T. Deux gouttes de 100 μL de solution colloïdale sont déposées aux deux extrémités de la puce afin d'obtenir une couverture la plus homogène possible. Le bain d'éthanol est ensuite retiré et des lavages à l'éthanol sont effectués pour éliminer les dépôts non spécifiques. Enfin, le dépôt est laissé à sécher à température ambiante pendant une dizaine de minutes afin de permettre l'évaporation totale de l'éthanol, conduisant au compactage et à la densification du dépôt sous l'effet des forces capillaires. Une seconde imprégnation dans les mêmes conditions est nécessaire pour augmenter l'épaisseur du dépôt, suivie des mêmes étapes de lavage et séchage. L'image optique d'une puce après dépôt par magnétophorèse permet d'observer la sélectivité de cette méthode (Fig. 2(b)) : la quasi-totalité des nanoparticules magnétiques se situe entre les plots de nickel. L'imagerie MEB (microscopie électronique à balayage) permet d'apprécier l'alignement des particules (Fig. 2(c)), notamment l'arrangement à courte distance entre nanoparticules (Fig. 2(d)).

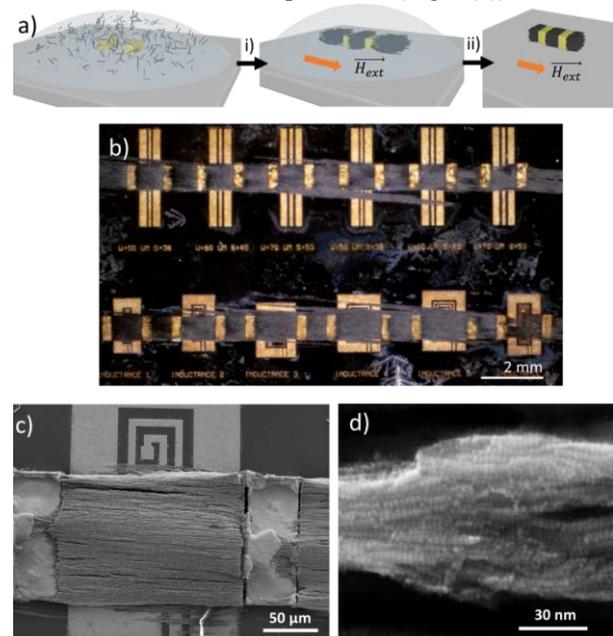


Figure 2. (a) Vue schématique de l'intégration de micro-aimant par magnétophorèse, (i) application du champ magnétique externe, (ii) évaporation et compaction du dépôt. (b) Image optique d'une puce après dépôt. (c, d) Images MEB des micro-aimants.

Afin de prévenir l'oxydation des NPs, des dépôts par magnétophorèse ont également été réalisés en boîte à gants sous atmosphère inerte d'argon en remplaçant l'éthanol par du toluène. Le champ magnétique est dans ce cas appliqué grâce à des aimants permanents en NdFeB permettant d'appliquer 0.4 T. Ces dépôts ont ensuite été recouverts d'une résine époxy pour les protéger de l'air après sortie de la boîte à gants.

2.d. Caractérisation micro-ondes

Les structures de test avec micro-aimants ont été caractérisées électriquement jusqu'à 20 GHz sous pointes à l'aide d'un analyseur de réseau vectoriel. Les permittivité diélectrique (ϵ) et perméabilité magnétique (μ) sont extraites à partir des paramètres S_{21} en transmission et S_{11} en réflexion en utilisant les expressions [10] :

$$\Gamma = \chi \pm \sqrt{\chi^2 - 1} \quad (1)$$

$$\chi = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2}{2S_{11}} \quad (2)$$

$$P = \frac{S_{11} + S_{21} - \Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma} = |P|e^{-j\varphi} \quad (3)$$

$$\gamma = \frac{1}{L} \cdot \ln\left(\frac{1}{|P|}\right) + j\frac{-\varphi}{L} \quad (4)$$

$$\gamma_0 = j\frac{\omega}{c} \quad (5)$$

$$\epsilon_{eff} = \left(\frac{\gamma}{\gamma_0}\right) \cdot \left(\frac{1-\Gamma}{1+\Gamma}\right) \cdot \left(\frac{Z_c}{Z_0}\right) = \epsilon'_{eff} + j\epsilon''_{eff} \quad (6)$$

$$\mu_{eff} = \left(\frac{\gamma}{\gamma_0}\right) \cdot \left(\frac{1+\Gamma}{1-\Gamma}\right) \cdot \left(\frac{Z_c}{Z_0}\right) = \mu'_{eff} + j\mu''_{eff} \quad (7)$$

avec Γ le coefficient de réflexion, χ le coefficient de transmission, P le facteur de propagation, φ sa phase, γ la constante de propagation en présence du matériau, γ_0 la constante de propagation dans le vide, Z_c l'impédance caractéristique et Z_0 l'impédance de référence.

Une fois les valeurs effectives extraites, il est possible de déterminer approximativement les valeurs relatives du matériau testé ϵ_r et μ_r en utilisant la méthode des transformées conformes appliquée à la ligne coplanaire [11] :

$$\epsilon_r = 2\epsilon_{eff} - \epsilon_{substrat} \quad (8)$$

$$\mu_r = \frac{\mu_{eff}}{2 - \mu_{eff}} \quad (9)$$

Les facteurs de qualité (Q) et les valeurs d'inductances (L) des inductances sont extraits à partir du calcul des paramètres admittances Y , et de Y_{11} l'admittance d'entrée :

$$Q = -\frac{\text{Im}(Y_{11})}{\text{Re}(Y_{11})} \quad (10)$$

$$L = \frac{\text{Im}(Y_{11}^{-1})}{\omega} \quad (11)$$

3. Résultats et discussion

3.a. Dépôt magnétique non protégé de l'air

Les permittivités diélectriques effectives des lignes de transmissions extraites des mesures sont présentées sur la figure 3(a)-(b). Les valeurs de ϵ'_{eff} confirment le caractère diélectrique du dépôt magnétique assuré par les ligands organiques entourant les nanoparticules et les isolant électriquement. Les perméabilités magnétiques relatives obtenues à partir des lignes de transmissions sont présentées sur la figure 3(c)-(d). Il est aussi possible de

déterminer un angle de perte $\tan \delta = \epsilon''/\epsilon'$ inférieur à 0.1 sur la majeure partie de la gamme de fréquence indiquant un faible niveau de pertes. Dans le cas de dépôts de Fe, FeCo, FeNi, μ'_{eff} est compris entre 1.5 et 1.2 en dessous de 4 GHz. Pour les particules Fe, FeCo et FeNi, les perméabilités relatives réelles μ'_r extraites atteignent respectivement 3.9, 3.5 et 1.9 à 4 GHz (Fig. 3(c)). La perméabilité magnétique imaginaire reste très faible avec μ''_r inférieur à 2 jusqu'à 3-4 GHz, fréquence de la résonance ferromagnétique pour les différents dépôts réalisés. Le pic atteint 1.8-2.1-1.0 respectivement pour Fe, FeCo et FeNi. La position de la résonance et les faibles pertes magnétiques confirment le caractère doux des dépôts réalisés et leur compatibilité pour des applications RF.

La preuve de concept a été réalisée en comparant les inductances mesurées avec et sans dépôt (Fig. 3(e)-(f)). Les mesures montrent une augmentation de 10 à 20% jusqu'à 3 GHz, en accord avec la résonance ferromagnétique et la valeur de μ'_{eff} extraite à partir des lignes de transmissions.

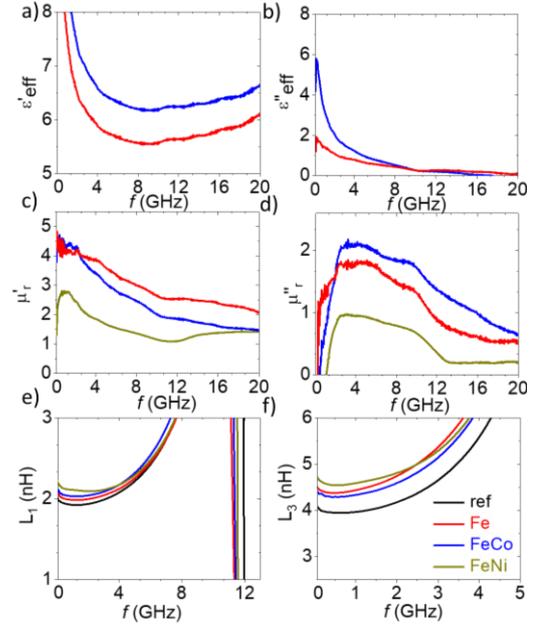


Figure 3. (a, b) Permittivités diélectriques et (c, d) perméabilités magnétiques de CPW avec des dépôts de Fe, FeCo et FeNi. (e, f) Comparaison des inductances 1 et 3 avec des dépôts de matériaux à base de Fe, FeCo, FeNi et sans matériaux.

3.b. Dépôt magnétique protégé de l'air

Les inductances recouvertes de matériaux magnétiques sous atmosphère inerte d'argon puis protégées de l'oxydation par une résine époxy sont présentées (Fig. 4(a)). Les valeurs d'inductance augmentent alors de 50 à 60% jusqu'à plus de 3 GHz, et ce sans dégradation du facteur de qualité Q jusqu'à presque 1 GHz (Fig. 4(d)-(e)).

Ces derniers résultats sont très encourageants et illustrent l'importance de l'état d'oxydation des particules dans l'application. Les mesures sont en cours sur les lignes et les autres inductances disponibles.

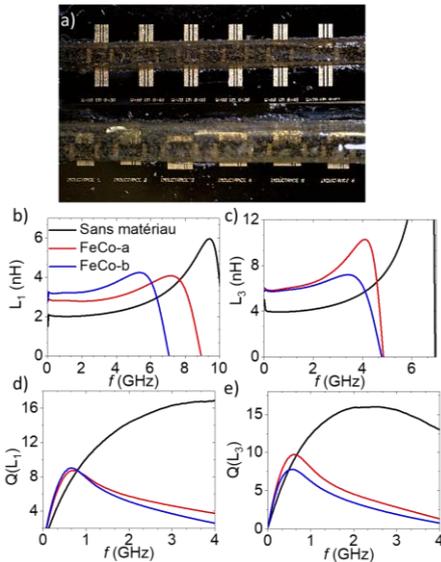


Figure 4. (a) Image optique de la cellule de caractérisation après dépôts en atmosphère contrôlée et protection par dépôt d'époxy. (b, c, d, e) Comparaisons des inductances 1 et 3 avec des dépôts de matériaux à base de FeCo, FeNi et sans matériaux.

4. Conclusion et perspectives

L'intégration de nanomatériaux diélectriques magnétiques doux sur des inductances RF est proposée dans cet article. L'utilisation de micro-aimants à base de nanoparticules isolées constituées des éléments Fe/Co/Ni semble pertinente pour les radiofréquences.

Alors que les résultats initiaux montrent une augmentation d'inductance de 10 à 20%, le dépôt et l'encapsulation en atmosphère contrôlée permettent une augmentation jusqu'à 60% des valeurs d'inductances. Ces augmentations correspondent aux valeurs typiquement reportées dans la littérature pour des inductances intégrant des matériaux magnétiques sous forme de revêtement couvrant une zone bien plus large que l'inductance [12]. A notre connaissance la plus forte augmentation d'inductance planaire associée à un revêtement magnétique est de 70% [13]. Toutefois, l'approche proposée ici permet de limiter la quantité de matériau magnétique utilisée grâce à la localisation du dépôt. De plus, le procédé apparaît aisément compatible avec les procédés de microélectronique. L'utilisation de nanoparticules peu sensibles à l'oxydation, comme des carbures de fer, est envisagée [14]. Ce matériau magnétique pourrait ouvrir de plus grandes perspectives d'industrialisation en s'affranchissant du contrôle de l'atmosphère et de la protection. L'intégration de noyaux de fer doux dans des composants inductifs intégrés tridimensionnels est également une perspective à ce travail.

5. Remerciements

Cette étude est financée par l'INSA Toulouse (bourse de thèses sur enjeux sociétaux 2022), Toulouse Tech Transfer, la région Occitanie et l'école universitaire de recherche EUR NanoX. Les auteurs remercient Simon

Cayez, Angélique Gillet, Adeline Pham pour leur soutien technique. Cette étude a bénéficié du soutien du centre de microcaractérisation Raimond Castaing et de la centrale technologique du LAAS-CNRS, membre du réseau RENATECH.

Références

- [1] Recommendation ITU-R M.2083-0, « *IMT Vision – Framework and overall objectives of the future development of IMT for 2020 and beyond* », International Telecommunication Union, ITU, 2015.
- [2] J. M. D. Coey, « *Magnetism and magnetic materials* », Cambridge University Press, CUP, 2010.
- [3] E. Snoeck et al., « *Magnetic configurations of 30 nm iron nanocubes studied by electron holography* », Nano Letters, vol. 8, n° 12, pp. 4293-4298, 2008.
- [4] K. Koh et al., « *Core-shell magnetic nanoparticles for on-chip rf inductors* », IEEE Engineers International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Taipei, Taiwan, Janvier 2013.
- [5] C. Garnero et al., « *Chemical Ordering in Bimetallic FeCo Nanoparticles: from a direct chemical synthesis to application as efficient high frequency magnetic material* », Nano Letters, vol. 19, n° 2, pp. 1379-1386, 2019.
- [6] C. Desvaux, « *Synthèse et propriétés physiques de super-cristaux millimétriques de nanoparticules de fer/cobalt : vers des inducteurs intégrés* », Thèse Université de Toulouse, INSA de Toulouse, 2006.
- [7] D. Venturin et al., « *A nanoparticle-based ferromagnetic dielectric Fe/Co composite for RF integrated inductors* », European Microwave Conference, EuMC, Munich, Allemagne, 2007.
- [8] P. Moritz et al., « *Magnetophoresis-assisted capillary assembly: a versatile approach for fabricating tailored 3D magnetic supercrystals* », ACS nano, vol. 15, n° 3, pp. 5096-5108, 2021.
- [9] X. W. Wei et al., « *A solution phase fabrication of magnetic nanoparticles encapsulated in carbon* », Nanotechnology, vol. 17, n°17, pp. 4307-4311, 2006.
- [10] W. B. Weir et al., « *Automatic measurement of complex dielectric constant and permeability at chose microwave frequencies* », Proceedings of the IEEE, Proc., vol. 62, n°1, pp. 33-36, 1974.
- [11] L. A. Bronckers et al., « *Broadband material characterization method using a cpw with a novel calibration technique* », IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters, IAWPL, vol. 15, n°1, 2016.
- [12] J. Zhan et al., « *Magnetic-particle-composite-medium-filled stacked-spiral inductors for radio-frequency CMOS applications* », Chinese Physics Letters, CPL, vol. 30, n°12, 2013.
- [13] G. Wang et al., « *MEMS-based fabrication of high-performance inductors with back hollow structure and ferromagnetic film* », Microelectronic engineering, vol. 168, n° 1, pp. 5-9, 2017.
- [14] J. M. Asencio et al., Nanoscale, « *To heat or not to heat: a study of the performances of iron carbide nanoparticles in magnetic heating* », Nanoscale, vol. 11, n°12, pp. 5402-5411, 2019.