

52  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DE GUELMA

Faculté des mathématiques et de l'informatique et des sciences de la matière  
Département des sciences de la matière



Mémoire de la 2<sup>ème</sup> année master

Spécialité : Physique de la matière condensée

*Présenté par :*

**KARDOUSSI Amina**

---

---

**Montage de la méthode des quatre pointes pour la  
mesure de la résistance**

---

---

Sous la direction de :

**Pr. Boufelfel Ahmed**

**Juin 2016**

## *Remerciements*

*Je remercie ALLAH tout puissant de m'avoir accordé la volonté et le courage pour réaliser ce mémoire.*

*Je remercie vivement Monsieur Boufelfel, Professeur à l'université de Guelma pour m'avoir dirigé au cours de ce travail et pour m'avoir fait bénéficier de ces compétences scientifiques, ses qualités humaines et sa constante disponibilité.*

## *Dédicace*

*Je dédie ce travail*

*À ma mère et mon père pour leurs affections et amours*

*À mes sœurs*

*À toute ma famille*

*À mes amis*

## *Résumé*

Dans ce travail, j'ai conçu et monté les deux techniques de mesure de la résistivité. La première très populaire qui est la méthode des quatre pointes colinéaires et la deuxième la méthode de van der Pauw. J'ai utilisé ces montages pour mesurer la résistivité électrique surfacique et volumique des plateaux de disque dur pour l'enregistrement magnétique de l'information. J'ai développé deux techniques de séparation des films d'enregistrement de leurs substrats d'aluminium. La première repose sur la tension de surface et la deuxième sur le rongement du substrat par de l'acide chlorhydrique. Tous ces échantillons ont montrés une conduction électrique métallique lors des mesures par les deux techniques citées en dessus. Les variations relatives des résultats ont été discutées en termes de défauts et d'erreurs expérimentales telles que l'homogénéité de l'échantillon, la composition chimique et les contacts ohmiques des sondes.



## Chapitre II: Technique expérimentale.

II.	Introduction.....	18
II.1	Description de la manipulation.....	18
II.1.1	Appareillage utilisé.....	18
II.1.1.1	Alimentation Variable (AX 502 metrix).....	18
II.1.1.2	Multimètre sensible (1906 computing multimeter) .....	19
II.1.2	Echantillons utilisés.....	19
II.1.2.1	Les plateaux du disque dur.....	19
II.1.2.2	La taille des plateaux.....	20
II.1.2.3	Structure des données d'un plateau.....	21
II.1.2.4	Les lois fondamentales de magnétiques .....	23
II.1.2.4.1	Diamagnétisme .....	23
II.1.2.4.2	Paramagnétisme .....	24
II.1.2.4.3	Ferro - anti Ferro- et ferrimagnétisme .....	27
II.1.2.5	Enregistrement magnétique.....	33
II.1.2.5.1	Support d'enregistrement magnétique .....	34
II.1.2.5.2	Technologie d'enregistrement magnétique.....	35
II.1.3	Préparation de l'échantillon.....	37
II.1.4	Les méthodes des mesures de la résistivité.....	37
II.1.4.1	les méthodes de mesures de la résistivité de surface .....	37
II.1.4.1.1	La méthode de van der Pauw.....	37
II.1.4.1.1.1	Montage expérimental utilisé.....	38
II.1.4.1.1.2	Mode d'emploi .....	38
II.1.4.1.2	La méthode des quatre pointes.....	39
II.1.4.1.2.1	Montage expérimental utilisé.....	39



Conclusion générale .....	58
Bibliographies.....	59

## *Liste des figures*

### **Chapitre I: Généralités sur les méthodes des mesures de résistivité.**

<b>Figure I.1:</b>	Méthode de la mesure de la résistivité par des sondes colinéaire à quatre pointe.....	4
<b>Figure I.2:</b>	Représentation plus réaliste de circuit d'un quatre pointe.....	5
<b>Figure I.3:</b>	Prise des mesures différentielle des sondes à quatre pointes.....	6
<b>Figure I.4:</b>	Méthode de la mesure de la résistivité d'un semi-conducteur par des sondes colinéaire à Quatre-Pointe.....	7
<b>Figure I.5:</b>	Méthode de la mesure de la résistivité d'un bar de métal.....	9
<b>Figure I.6:</b>	Utilisation des sondes colinéaire à quatre pointe pour mesurer la résistivité d'un échantillon très mince.....	10
<b>Figure I.7:</b>	Différentes géométries de van der Pauw.....	11
<b>Figure I.8:</b>	Croix grecque.....	11
<b>Figure I.9:</b>	Quatre mesures DC nécessaires pour des mesures précises de la résistance de la feuille.....	13
<b>Figure I.10:</b>	Van der Pauw conventions de mesure de la résistivité.....	14
<b>Figure I.11:</b>	Courbe de $f$ en fonction de $Q$ .....	15
<b>Figure I.12:</b>	Connexions de van der Pauw.....	16
<b>Figure I.13:</b>	Montage de la mesure de l'effet hall par la méthode van der Pauw....	17

### **Chapitre II: Technique expérimentale.**

<b>Figure II.1:</b>	Alimentation Variable (AX502 metrix).....	18
<b>Figure II.2:</b>	Voltmètre sensible (1906 computing multimeter).....	19
<b>Figure II.3:</b>	Structure d'un plateau.....	21
<b>Figure II.4:</b>	les zones d'un disque dur.....	22
<b>Figure II.5:</b>	Bande de spin fractionnement dans un domaine.....	25

<b>Figure II.6:</b>	Une boucle d'hystérésis.....	27
<b>Figure II.7:</b>	La dépendance de la température de l'aimantation.....	31
<b>Figure II.8:</b>	Réduisent les domaines magnétiques flux retour énergétique.....	33
<b>Figure II.9:</b>	Une coupe transversale schématique du disque dur de film mince...	34
<b>Figure II.10:</b>	Une boucle d'hystérésis dans un média d'enregistrement pour associé à l'état de rémanence magnétique les 0 et 1 binaires .....	35
<b>Figure II.11:</b>	La tête d'écriture inscrit des domaines magnétiques dans le média d'enregistrement .....	36
<b>Figure II.12:</b>	Montage expérimental utilisée dans la technique de van der Pauw..	38
<b>Figure II.13:</b>	Montage expérimental utilisée dans la technique des quatre pointes.	39
 <b>Chapitre III: Résultat et discussion.</b>		
<b>Figure III.1:</b>	La variation de tension en fonction de courant par la méthode des quatre pointes.....	44
<b>Figure III.2:</b>	La variation de tension en fonction de courant par la méthode des quatre pointes pour la résistivité de volume de l'échantillon 1.....	45
<b>Figure III.3:</b>	La variation de tension en fonction de courant par la méthode des quatre pointes pour la résistivité de volume de l'échantillon 2.....	47
<b>Figure III.4:</b>	La variation de tension en fonction de courant par la méthode des quatre pointes pour la résistivité de volume de l'échantillon 3.....	48
<b>Figure III.5:</b>	La variation de tension en fonction de courant par la méthode des quatre pointes pour la résistivité de volume de l'échantillon 4.....	49
<b>Figure III.6:</b>	La variation de tension en fonction de courant par la méthode des quatre pointes pour la résistivité de volume de l'échantillon 5.....	50
<b>Figure III.7:</b>	les résultats expérimentaux de la résistance en fonction des échantillons.....	51
<b>Figure III.8:</b>	la courbe de la résistivité de la surface en fonction de masse.....	55
<b>Figure III.9:</b>	la courbe de la résistivité de la surface en fonction du volume.....	56

## *Liste des tableaux*

### **Chapitre III: Résultat et discussion.**

<b>Tableau III.1:</b>	récapitulatif des résultats expérimentaux pour la résistivité de surface de l'échantillon 1.....	41
<b>Tableau III.2:</b>	récapitulatif des résultats expérimentaux pour la résistivité de surface de l'échantillon 2.....	42
<b>Tableau III.3:</b>	récapitulatif des résultats expérimentaux pour la résistivité de surface de l'échantillon 3.....	42
<b>Tableau III.4:</b>	récapitulatif des résultats expérimentaux pour la résistivité de surface de l'échantillon 4.....	42
<b>Tableau III.5:</b>	récapitulatif des résultats expérimentaux pour la résistivité de surface de l'échantillon 5.....	43
<b>Tableau III.6:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité moyenne des échantillons. ....	43
<b>Tableau III.7:</b>	les résultats expérimentaux de courant appliqué et de tension mesurée par la méthode des quatre pointes.....	44
<b>Tableau III.8:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité de volume de l'échantillon 1.....	46
<b>Tableau III.9:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité de volume de l'échantillon 2.....	47
<b>Tableau III.10:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité de volume de l'échantillon 3.....	48
<b>Tableau III.11:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité de volume de l'échantillon 4.....	49
<b>Tableau III.12:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité de volume de l'échantillon 5.....	50
<b>Tableau III.13:</b>	la variation de résistance en fonction des échantillons.....	51
<b>Tableau III.14:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité de surface avec séparation de l'échantillon par savon.....	52
<b>Tableau III.15:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité de la surface de la partie supérieure de l'échantillon 1.....	53

<b>Tableau III.16:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité de la surface de la partie supérieure de l'échantillon 2.....	53
<b>Tableau III.17:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité de la surface de la partie supérieure de l'échantillon 3.....	53
<b>Tableau III.18:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité de la surface de la partie inférieure de l'échantillon 1.....	54
<b>Tableau III.19:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité de la surface de la partie inférieure de l'échantillon 2.....	54
<b>Tableau III.20:</b>	les résultats expérimentaux de la résistivité de la surface de la partie inférieure de l'échantillon 3.....	54
<b>Tableaux III.21:</b>	la variation de résistivité de surface par apport à la masse.....	55
<b>Tableaux III.22:</b>	les valeurs moyennes des résistivités mesurées pour les deux méthodes de séparation des films minces.....	56

# *Introduction générale*

## *Introduction générale*

Le spécifique de résistance ou de la résistivité électrique  $\rho$  d'un solide représente l'une des propriétés physiques fondamentales dont les valeurs, allant de  $10^{-8}$  à  $10^{16}$   $\Omega.cm$ , sont utilisées pour classer les conducteurs, semi-conducteurs et isolateurs.

D'un point de vue fondamental, la mesure précise de la résistance est étroitement liée à aux unités métrologiques. En général, lorsqu'un champ électrique  $E$  est appliqué à un matériau, il provoque un courant électrique. Dans le régime de transport diffusif, la résistivité  $\rho$  de la matière (isotrope) est définie par le rapport entre le champ électrique et la densité de courant  $j$  :

$$\rho = E/J$$

Ainsi, la résistivité du matériau est mesurée en  $\Omega.cm$ , le champ électrique en  $V.cm^{-1}$  et la densité de courant en  $A.cm^{-2}$ . Expérimentalement, une résistance  $R$  se déduit le rapport entre une tension appliquée  $V$  et le courant  $I$ .

La résistance  $R$  est déterminée par la mesure de la tension  $V$  entre deux électrodes, ce qui empêtent un courant  $I$  défini dans l'échantillon. Cependant, l'identification de cette valeur avec la résistance de l'échantillon est habituellement incorrecte puisqu'il comprend intrinsèquement les résistances de contact  $R_c$  aux positions des sondes, qui sont en série avec la résistance de l'échantillon. Ce problème a été rencontré et résolu pour la première fois en 1915 par Frank Wenner, alors qu'il tentait de mesurer la résistivité de la planète terre. Il a d'abord proposé une géométrie de quatre pointes en ligne pour minimiser les contributions provoquées par l'installation électrique et les contacts, que l'on renvoie maintenant dans la communauté géophysique comme la méthode Wenner. En 1954, il y a presque 40 ans plus tard, Leopoldo Valdes a utilisé cette idée de la géométrie d'un quatre pointes pour mesurer la résistivité  $\rho$  d'une plaque de semi-conducteur et à partir de 1975 cette méthode a été établie partout dans l'industrie de microélectronique comme une procédure de référence de la société américaine pour la mise à l'essai et pour les normes de matériel. Dès 1912 Schlumberger il a proposé une approche innovatrice de faire la carte des lignes équipotentiels de sol, pourtant, son approche a compté seulement sur deux sondes. Il y a huit ans plus tard il a aussi mesuré la résistivité de terre en utilisant la configuration de sonde une quatre

pointes. Par contraste avec Wenner, la méthode Schlumberger utilise des écartements de sonde non- à égale distance.

Techniquement, si la chute de la tension  $V$  entre les deux contacts internes est mesurée en un courant  $I$  est injecté à travers les deux contacts extérieurs de la géométrie de quatre pointes en ligne proposée, le ratio  $V/I$  est une mesure de la résistance d'échantillon  $R$  seulement [1].

Ayant ceci à l'esprit, reste la question de comment la résistivité  $\rho$  du matériau peut être déterminée par la résistance  $R$ . Cette mémoire présente les différentes relations mutuelles entre ces deux quantités pour les différents matériaux. Ainsi, la définition de différente méthode utilisée pour mesurer la résistivité. Par la suite, définir les instruments de mesure nécessaires pour ce mesure, comme nous sommes arrivés sur une des propriétés de l'échantillon des plateaux de disque dur utilisé dans ce travail et le chemin de travail de si méthode de mesure par les bases de la méthode de van der Pauw, qui peut être appliquée à des échantillons de formes tout à fait arbitraires. Enfin, nous reviendrons sur les résultats et discussions de la méthode de van der Pauw et la méthode des quatre pointes sur des échantillons des disques durs.

*Chapitre I:*  
*Généralités sur les*  
*méthodes de mesure de*  
*résistivité*

## **I. Introduction**

La résistivité électrique est une propriété de matériau de base qui quantifie l'opposition d'un matériau à un courant; elle est l'inverse de la conductivité. La résistivité d'un matériau dépend de plusieurs facteurs, y compris le matériau de dopage, la phase, et les facteurs environnementaux tels que la température et l'humidité. La résistivité du matériau peut affecter les caractéristiques d'un dispositif dont il est fait, comme la résistance en série, la tension de seuil, la capacité, et d'autres paramètres.

La détermination de la résistivité d'un matériau est commune dans les deux environnements de recherche et de fabrication. Il existe de nombreuses méthodes pour déterminer la résistivité d'un matériau, mais la technique peut varier en fonction du type de la matière, grandeur de la résistance, la forme et l'épaisseur du matériau. Une des façons les plus courantes de la mesure de la résistivité de certains matériaux tels que les couches minces, les surfaces, les corps volumineux est la méthode des quatre pointes. La nature des échantillons peuvent être des métaux, des semi-conducteurs ou des isolants. Je vais détailler la technique des sondes colinéaires à quatre pointes et la technique de van der Pauw dans ce qui suit [2].

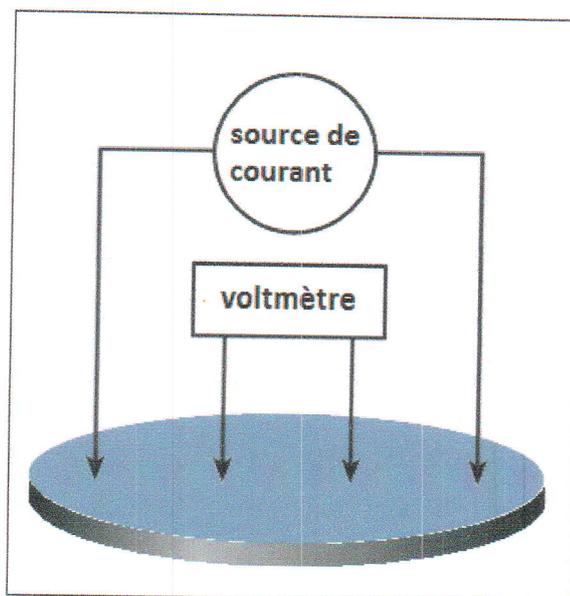
### **I.1 Technique des sondes à quatre pointes**

La technique des sondes colinéaires de la mesure de la résistivité est la plus fréquente pour mesurer la résistance d'un matériau. Deux sondes sont utilisées à la source de courant et les deux autres sondes sont utilisées pour mesurer la tension [3].

Plusieurs hypothèses sont nécessaires à l'obtention du résultat. Ainsi, les résistances de contact entre pointes et échantillon sont considérées négligeables, le diamètre de contact entre pointe et échantillon est petit par rapport à la distance entre les pointes, la conductivité du matériau est supposée isotrope et homogène et le courant uniformément réparti à travers la section de l'échantillon [4].

En utilisant quatre sondes pour éliminer les erreurs dues à la résistance des sondes, la résistance d'étalement en dessous de chaque sonde, et la résistance de contact entre chaque métal de la sonde et le matériau. Cette technique consiste quatre sondes séparées d'une distance fixe en contact avec le matériau avec de résistance inconnue. Les sondes

sont généralement placées dans le centre de la matière, comme représenté sur la figure I.1.



**Figure I.1:** Méthode de la mesure de la résistivité par des sondes Colinéaire à Quatre Pointe [3].

Les sources de courant sans les deux sondes extérieures, tandis que les deux sondes intérieure détecter la chute de tension résultante à travers l'échantillon. La résistivité en volume est calculée avec l'équation suivante:

$$\rho = \frac{\pi}{\ln 2} \times \frac{V}{I} \times t \times k \quad (I.1)$$

où :  $\rho$  = résistivité en volume ( $\Omega$ -cm).

V = la tension mesurée (volts).

I = le courant de source (ampères).

t = l'épaisseur de l'échantillon (cm).

k = facteur de correction [3].

Le facteur de correction de résistivité k prend la taille de la structure de test, l'épaisseur de la matière, la taille des électrodes, et la position des électrodes par rapport à la limite de la structure d'essai en compte [5].

Il existe différents types des sondes caractérisées par la force appliquée sur les pointes, le rayon de l'extrémité des pointes, l'espacement entre les pointes. La sonde doit être choisie en fonction de la résistivité, la dureté et de l'épaisseur du film à mesurer [6].

Dans la Figure I.2, un circuit plus réaliste comporterait un contact ou une résistance à la propagation de chaque sonde ( $r_1$  à travers  $r_4$ ), la résistance finie à partir de LO à la terre à la fois de la source de courant ( $R_C$ ) et le voltmètre ( $R_V$ ), et la résistance d'entrée du voltmètre ( $R_{IN}$ ). En fonction de la matière, la résistance de contact ( $r$ ) peut être jusqu'à 300 fois ou plus de la résistance de mesure ( $R_2$ ). Cela nécessite la source de courant d'avoir beaucoup plus élevé que la tension de conformité on peut s'y attendre et le voltmètre doit avoir une résistance d'entrée beaucoup plus élevé.

La source de courant ne soit pas complètement isolée de la terre, de sorte qu'il augmente la résistance de l'échantillon, il devient de plus en plus nécessaire d'utiliser un électromètre différentiel. Le problème se pose parce que l'échantillon peut avoir une résistance très élevée (ou plus de  $10^8 \Omega$ ), qui est du même ordre de grandeur que l'isolement (entrée LO de châssis,  $R_V$ ) de l'électromètre et le voltmètre.

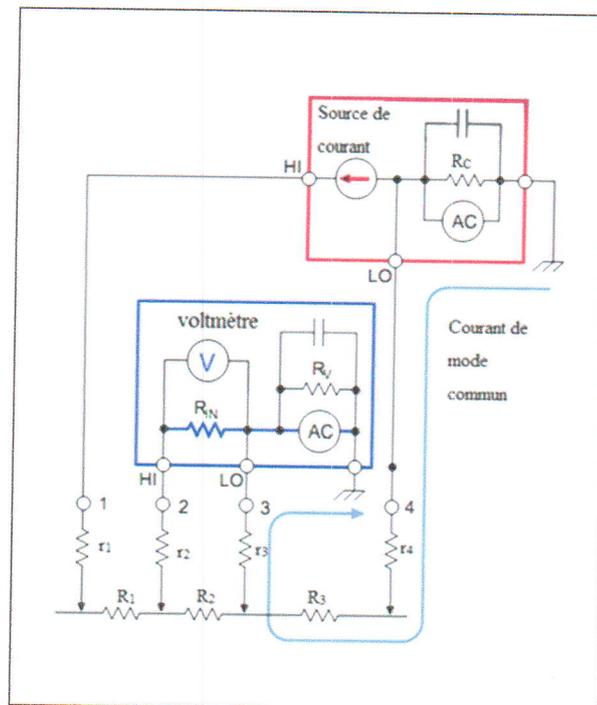
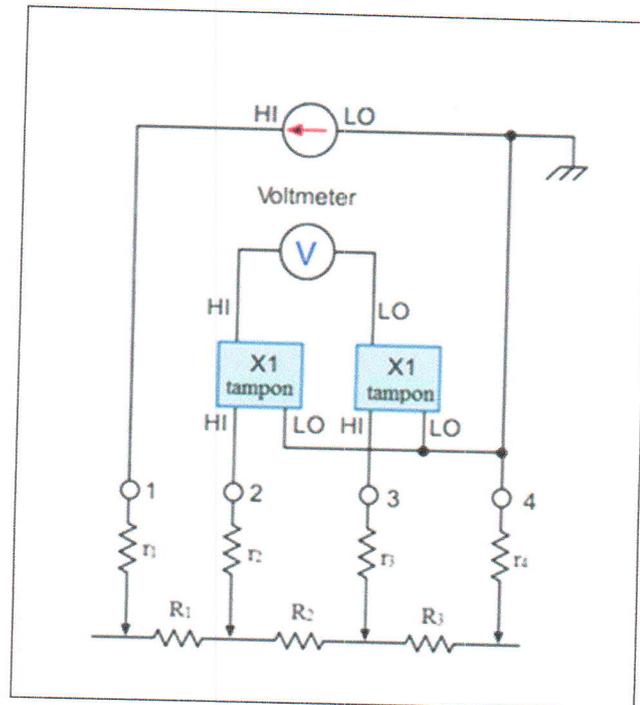


Figure I.2: Représentation plus réaliste de circuit d'un quatre pointe [3].

Comme le montre la figure I.2, un courant alternatif circule de la borne LO de la source de courant à travers l'échantillon et à la borne LO du voltmètre, puis retour à la terre.

La chute de tension résultante à travers  $r_3$  va provoquer des résultats erronés lorsque le voltmètre mesure la chute de tension entre les sondes 2 et 3.



**Figure I.3:** Prise des mesures différentielles des sondes à quatre pointes [3].

L'utilisation de deux électromètres élimine ce problème, comme le montre dans la Figure I.3. Le voltmètre lit la différence entre les deux électromètres tampons les sorties, ce qui est égal à la tension aux bornes de  $R_2$ . Les valeurs ( $r_1$ ,  $r_2$ ,  $r_3$ , et  $r_4$ ) représentent la résistance due à la sonde en contact avec le matériel. Les tampons de gain unité ont une impédance d'entrée très élevée, si peu courant de mode commun circule à travers  $r_3$  et la valeur de  $R_2$  peut être calculée [3].

### **1.1.1 Les applications de mesure à haute résistance**

#### **1.1.1.1 Les mesures de résistivité de semi-conducteur**

Les matériaux semi-conducteurs peuvent avoir une résistivité élevée en fonction du niveau de dopage. Plusieurs facteurs peuvent compliquer les mesures de la résistivité de ces matériaux, y compris les problèmes de fabrication et le bon contact avec le matériau. Des sondes spéciales ont été conçues pour effectuer des mesures de résistivité de couches semi-conductrices. Ces sondes utilisent généralement un métal dur tel que le



## **I.1.2 Les applications de mesure à faible résistance**

### **I.1.2.1 Mesure de la résistivité des matériaux conducteurs**

La résistivité d'un conducteur est déterminée par la mesure de la résistance d'un échantillon de géométrie connue en forçant un courant à travers l'échantillon avec une paire de fils et en mesurant la chute de tension à une seconde paire de fils conducteurs. Bien que le procédé spécifique utilisé pour la détermination de la résistivité dépend de la taille et de la forme de l'échantillon, tous les procédés nécessitent un voltmètre sensible à une source de courant ou un ohmmètre sensible pour effectuer les mesures, car la résistance mesurée est généralement très faible [3].

#### **I.1.2.1.1 La résistivité des matériaux volumique**

La figure I.5 montre un système pour contrôler la résistivité d'un matériau volumique tel qu'une barre ou une tige métallique. La source de courant est connectée aux deux extrémités de l'échantillon. Les sondes du voltmètre sont placées à une distance connue. La résistivité est calculée à partir de la surface de section transversale de l'échantillon et la distance entre les sondes de voltmètre par la relation suivante :

$$\rho = \left(\frac{V}{I}\right) \left(\frac{A}{L}\right) \quad (I.2)$$

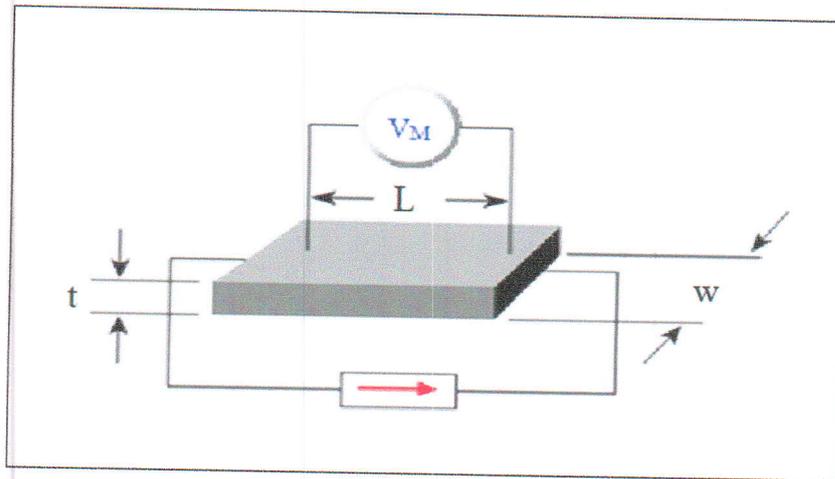
Où :  $\rho$  = résistivité (ohms-cm).

V = tension mesurée (voltmètre).

I = le courant de la source (ampères).

A = surface de section transversale de l'échantillon ( $w \times t$ ) en ( $\text{cm}^2$ ).

L = longueur de la distance entre les cordons du voltmètre (cm).



**Figure I.5:** Méthode de la mesure de la résistivité d'un bar de métal [3].

Pour compenser les tensions thermoélectriques, une seule lecture de tension est prise avec un courant de test positif et un autre pris avec un courant négatif. Les valeurs absolues de ces deux lectures sont ensuite moyennées et utilisées dans l'équation  $V / I$ . La plupart des matériaux ont un coefficient de température significative, alors soyez certains de maintenir l'échantillon à une température connue [3].

#### **1.1.2.1.2 La résistivité des échantillons très minces par des sondes à quatre pointes**

La méthode des sondes à quatre pointes est utilisée sur des échantillons très minces tels que une plaquette épitaxiales et revêtements conducteurs. Figure I.6 est un schéma de l'installation des sondes colinéaires à quatre pointes pour la mesure de résistivité. Le courant provient par les deux sondes externes et la chute de tension est mesurée entre les deux sondes internes. La résistivité de surface des échantillons très minces est calculée par:

$$\sigma = \frac{\pi}{\ln 2} \times \frac{V}{I} \quad (I.3)$$

Où:  $\sigma$  = résistivité des échantillons très minces (ohms / carré).

$V$  = tension mesurée par le voltmètre (V).

$I$  = courant de source (A).

On notera que les unités de résistivité des échantillons très minces sont exprimés en ohms par carré dans le but de distinguer ce numéro à partir de la résistance mesurée

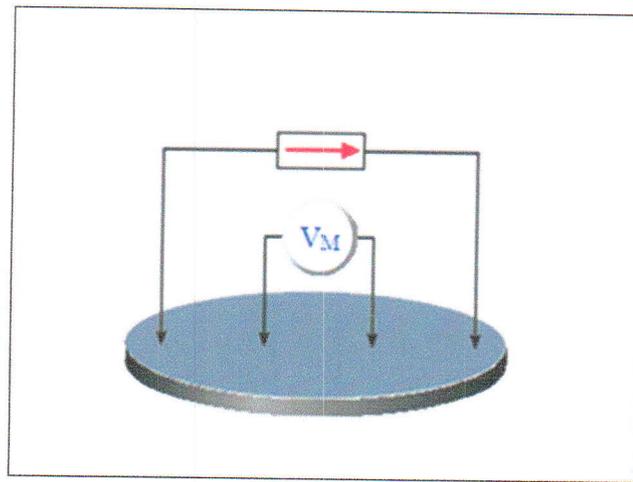
(V / I). Les facteurs de correction du calcul de résistivité peuvent être nécessaires pour les échantillons très minces ou épais.

Si l'épaisseur de l'échantillon est connue, la résistivité volumique en des matériaux volumiques ou peut calculer à partir de:

$$\rho = \left(\frac{\pi}{\ln 2}\right) \left(\frac{V}{I}\right) t \quad (\text{I.4})$$

Où:  $\rho$  = résistivité volumique en ohms-cm.

t = épaisseur en centimètres [3].



**Figure I.6:** Utilisation des sondes colinéaire à quatre pointes pour mesurer la résistivité d'un échantillon très mince [3].

## I.2 Technique de van der Pauw

La technique de van der Pauw utilisé dans une structure typique à faible résistance dans les semi-conducteurs pour la surveillance de processus ou la caractérisation de dispositif et la structure de résistivité. En 1958, J. L. van der Pauw de Philips décrit une technique dans laquelle la résistivité spécifique ou Hall.

Les différentes géométries de van der Pauw (Figure I.7) peuvent être mesurées sur ces structures, la résistivité, type de dopage, la densité de transport de feuille, grande mobilité des porteurs, feuille résistance, et des largeurs de ligne peuvent être déterminées.

Pour que la technique de van der Pauw soit fiable, la structure doit être d'épaisseur uniforme et négligeable (par rapport à la surface de la structure), soit homogène dans la composition, et être symétriques. Plus important encore, les contacts doivent être sur le périmètre de la structure et être beaucoup plus petite que la surface de la structure.

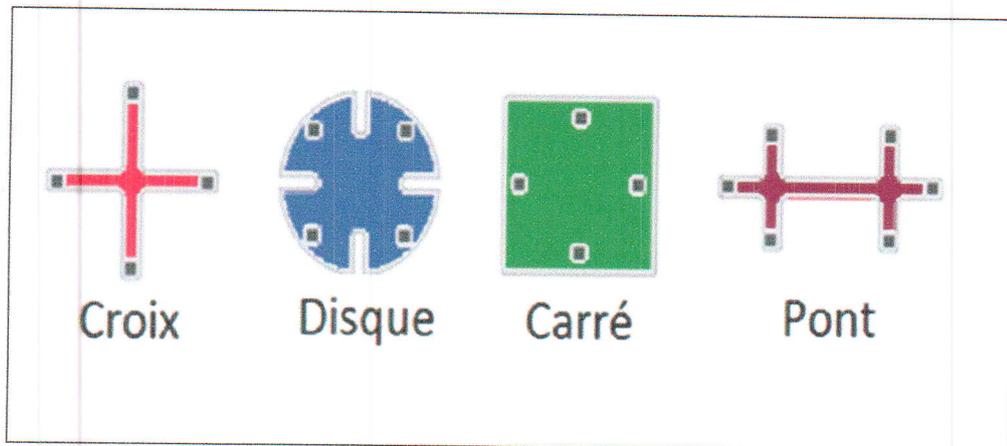


Figure I.7 : Différentes géométries de van der Pauw [7].

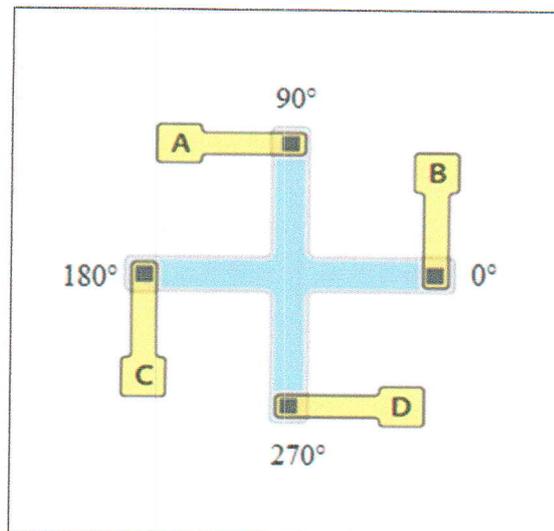


Figure I.8: Croix grecque [7].

La figure I.8 représente une des formes les plus couramment utilisées d'une structure de résistivité van der Pauw: la croix grecque. La structure en croix grecque donne des données de résistivité précises et est facile à concevoir et aménager. Van der Pauw a montré que lorsque les conditions précitées sont remplies, la relation suivante:

$$e^{-\left(\pi \frac{dR_{ABCD}}{\rho}\right)} + e^{-\left(\pi \frac{dR_{BCAD}}{\rho}\right)} = 1 \quad (I.5)$$

$R_{AB,CD}$  est la résistance de la structure quand un courant est forcé à travers le contacts A et quitte le contact B, et de la tension est mesurée aux bornes des contacts C-D.

$R_{BC,AD}$  est la résistance de la structure quand un courant est forcé à travers le contact B et quitte le contact C, et la tension est mesurée à travers des contacts A-D.

$d$  est l'épaisseur de la structure.

$\rho$  est la résistivité du matériau.

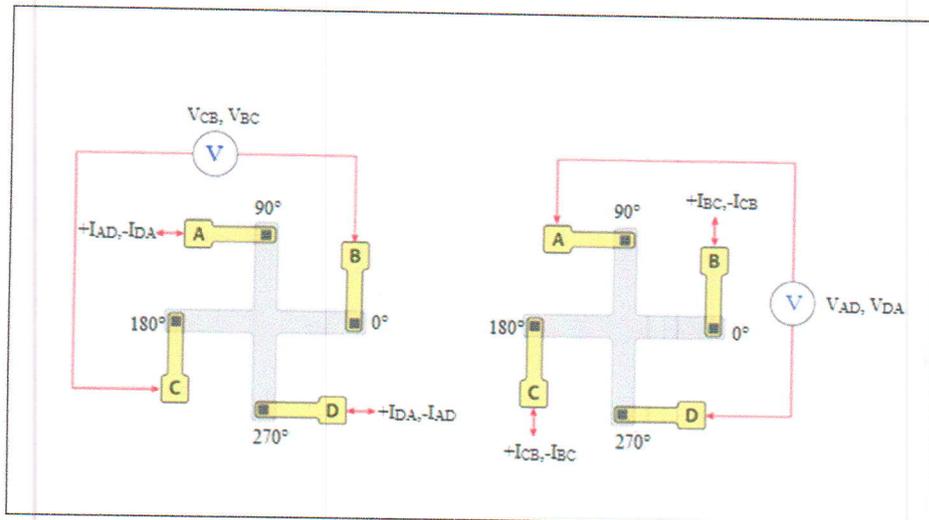
Dans la pratique, avec cette connaissance, les concepteurs d'appareils vont utiliser ces mesures pour extraire la résistance de couche mince.

La croix grecque est en fait une structure bidimensionnelle (un film mince.) La résistance d'un matériau peut être représentée comme une fonction de la résistivité de la structure et son volume. On appelle la résistance de volume. Pour une structure à deux dimensions, dont l'épaisseur est négligeable, et la résistance est réduite à une fonction de la résistance volumique fois la surface. Afin d'éviter toute confusion avec la résistance de volume (qui est exprimée en unités de ohms ou  $\Omega$ ), la résistance de la feuille est exprimée en ohms par carré ou  $\Omega / \blacksquare$ .

Lors de l'utilisation de la structure en croix grecque, il peut être démontré que la résistance de couche ( $R_S$ ) peut être exprimée comme:

$$R_S = \frac{\pi \times R}{\ln(2)} \frac{\Omega}{\blacksquare} \quad (\text{I.6})$$

Un total de quatre mesures de tension DC est nécessaire pour extraire la mesure précise de la résistance de la couche mince.



**Figure I.9:** Quatre mesures DC nécessaires pour des mesures précises de la résistance de la couche mince [7].

Si une plus grande précision est nécessaire, puis un total de huit DC des mesures sont nécessaires (la figure I.10), correspondant au nombre de permutations de forcer les deux courants de test positifs et négatifs dans chacun des quatre contacts de dispositif. Dans cette note d'application, nous mettra l'accent sur la technique de quatre mesures [7].

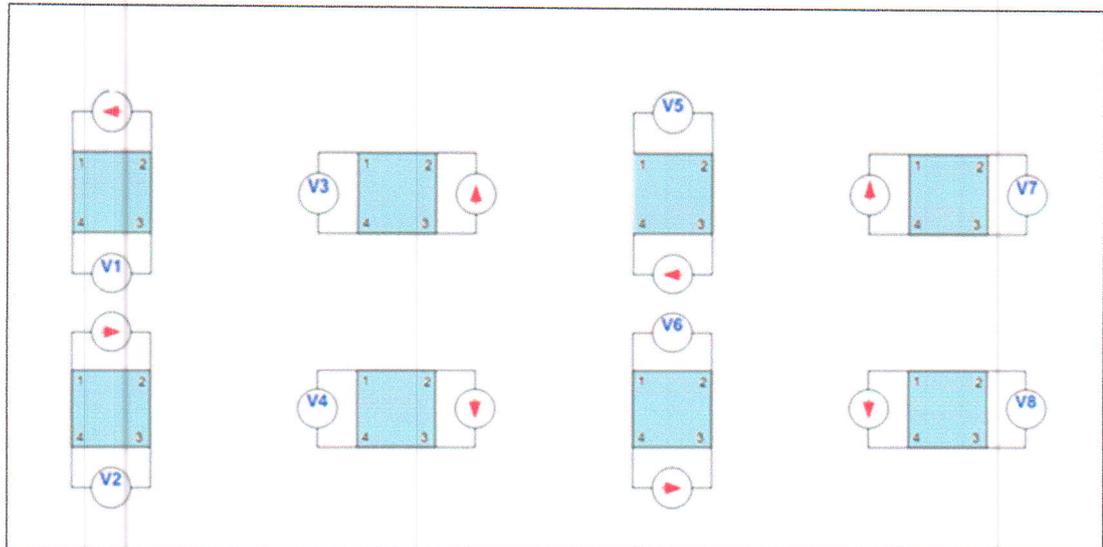
## I.2.1 Les applications de mesure à haute résistance

### I.2.1.1 Mesures de résistivité de semi-conducteurs

La technique de van der Pauw une méthode de courant constant pour mesurer la résistivité des échantillons semi-conducteur. Cette méthode est particulièrement utile pour la mesure de très petits échantillons, car les dimensions de l'échantillon et l'écartement des contacts ne sont pas importantes. Cette technique utilise quatre contacts isolés sur de la frontière, un échantillon plat de forme arbitraire. Huit mesures sont effectuées autour de l'échantillon, comme illustré sur la figure I.10.

Deux valeurs de résistivité,  $\rho_A$  et  $\rho_B$  sont ensuite calculées comme suit :

$$\rho_A = \frac{\pi}{\ln 2} f_A t_S \frac{(V_2 + V_4 - V_1 - V_3)}{4I} \quad (\text{I.7})$$



**Figure I.10:** Van der Pauw conventions de mesure de la résistivité [3].

$$\rho_B = \frac{\pi}{\ln 2} f_B t_S \frac{(V_6 + V_8 - V_5 - V_7)}{4I} \quad (\text{I.8})$$

Où:  $\rho_A$  et  $\rho_B$  sont résistivités en ohm-cm.

$t_S$  est l'épaisseur de l'échantillon en cm.

$V_1 - V_8$  représentent les tensions mesurées par le voltmètre.

$I$  est le courant à travers l'échantillon en ampères.

$f_A$  et  $f_B$  sont des facteurs géométriques basés sur la symétrie de l'échantillon, et les deux ratios  $Q_A$  et  $Q_B$  sont liées à la tension, comme indiqué dans les équations suivantes ( $f_A = f_B = 1$  pour la symétrie parfaite).

$Q_A$  et  $Q_B$  peuvent être calculées en utilisant les tensions mesurées comme suit:

$$Q_A = \frac{V_2 - V_1}{V_4 - V_3} \quad (\text{I.9})$$

$$Q_B = \frac{V_6 - V_5}{V_8 - V_7} \quad (\text{I.10})$$

Aussi,  $Q$  et  $f$  sont liés comme suit:

$$\frac{Q-1}{Q+1} = \frac{f}{0.693} \operatorname{arc} \cosh \left( \frac{e^{0.693f}}{2} \right) \quad (\text{I.11})$$

La courbe de cette fonction est illustrée à la figure I.11. La valeur de  $f$  peut être trouvée à partir de ce courbe autrefois  $Q$  a été déterminée [3].

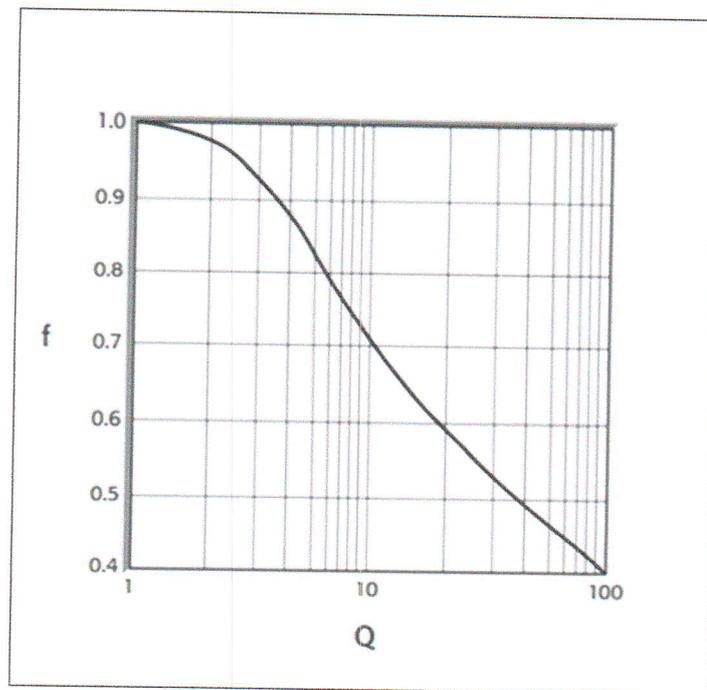


Figure I.11: Courbe de  $f$  en fonction de  $Q$  [3].

Une fois que  $\rho_A$  et  $\rho_B$  sont connus, la résistivité moyenne ( $\rho_{moy}$ ) peut être déterminée comme suit:

$$\rho_{moy} = \frac{\rho_A + \rho_B}{2} \quad (I.12)$$

## I.2.2 Les applications de mesure à faible résistance

### I.2.2.1 Mesure la résistivité des matériaux conducteurs

Bien que de van der Pauw mesures de résistivité sont principalement utilisés dans l'industrie du semi-conducteur, ils ont d'autres applications, telles que la détermination de la résistivité de couche mince. La méthode de van der Pauw est utilisée sur des échantillons qui sont à plat, homogène en épaisseur, de forme arbitraire, et qui ne contiennent pas de trous isolés. Comme la montre la Figure I.12, les contacts doivent être petits et placé sur la périphérie de l'échantillon.

Huit mesures sont effectuées autour de l'échantillon. Ces lectures sont combinés mathématiquement pour déterminer la résistivité moyenne de l'échantillon et de

compenser les décalages. La formule pour déterminer la résistivité est donnée dans la fonction I.12 [3].

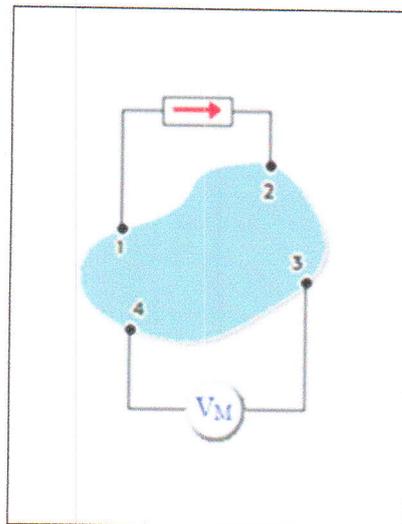


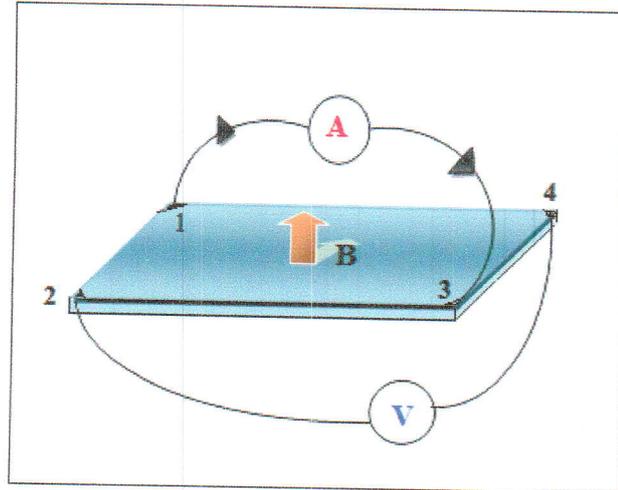
Figure I.12 : Connexions de van der Pauw [3].

### I.2.3 Les mesures à effet Hall par la méthode de van der Pauw

L'objectif de la mesure Hall au technique van der Pauw est de déterminer les  $n_s$  de densité de transport de feuille en mesurant la tension de Hall  $V_H$ . La mesure de la tension de Hall est constituée d'une série de mesures de tension avec un courant constant  $I$  et un champ magnétique constant  $B$  appliqué perpendiculairement au plan de l'échantillon. Idéalement, le même échantillon, de nouveau représenté sur la Figure I.13, peut également être utilisé pour la mesure de Hall. Pour mesurer la tension de Hall  $V_H$ , un courant  $I$  est forcé à travers la paire opposée de contacts 1 et 3 et la tension de Hall ( $V_H = V_{24}$ ) est mesurée sur la paire restante de contacts 2 et 4. Une fois la tension de Hall  $V_H$  est acquise, les  $n_s$  de densité de transport de surface peuvent être calculés par:

$$n_s = \frac{I \times B}{q \times |V_H|} \quad (\text{I.13})$$

À partir des valeurs connues de  $I$ ,  $B$ , et  $q$ .



**Figure I.13:** Montage de la mesure de l'effet hall par la méthode van der Pauw [8].

Il y a des aspects pratiques qui doivent être considérés lors de l'exécution des mesures de Hall et de résistivité. Les principales préoccupations sont:

1. Ohmique qualité du contact et de la taille.
2. Uniformité de l'échantillon et la détermination de l'épaisseur précise.
3. Les effets thermomagnétiques dus à la température non uniforme.
4. Photoconducteur et les effets photovoltaïques qui peuvent être minimisés par la mesure dans un environnement sombre. On outre, les dimensions latérales échantillon doit être grande par rapport à la taille des contacts et l'épaisseur de l'échantillon. Enfin, il faut mesurer avec précision la température échantillon, l'intensité du champ magnétique, le courant électrique et la tension [9].

### I.3 Conclusion

Dans ce chapitre j'ai exposé les deux techniques utilisées pour mesurer la résistivité d'un échantillon. La première méthode s'appelle la méthode à quatre pointes qui est couramment utilisée pour tester des échantillons de forme plane et de nature quelconque tandis que la deuxième est principalement utilisée pour tester des échantillons semi-conducteurs et des différentes formes.

*Chapitre II:*  
*Technique expérimentale*

## II. Introduction

Ce chapitre donnera une vue d'ensemble de l'appareillage nécessaire pour mesurer la résistivité. Aussi je vais décrire les supports magnétiques pour le stockage de l'information. Spécialement je vais détailler les différentes propriétés du disque dur.

### II.1 Description de la manipulation

#### II.1.1 Appareillage utilisé

##### II.1.1.1 Alimentation Variable (AX 502 metrix)

L'alimentation continue AX502 est constituée par deux sources de tension, dont la gamme de tension varie de 0 à 30 V et l'intensité du courant de 0 à 2,5 A.

Cette alimentation allie la légèreté et l'économie à la robustesse, tout en générant un très faible rayonnement.

Très sûre, elle offre une limitation électronique du courant en cas de court-circuit et un contrôle de température en cas de surcharges et d'échauffements.

Les sorties ont une double isolation par rapport au secteur et s'effectuent par des bornes de sécurité double puits, même pour la prise de terre [10].



**Figure II.1:** Alimentation Variable (AX502 metrix).

### II.1.1.2 Multimètre sensible (1906 computing multimeter)

- multimètres numériques pour les applications professionnelles.
- Haute précision et résolution [11].
- Ce qui donne des mesures précises indépendamment de la forme d'onde.

Avec une résolution maximale de  $1\mu\text{V}$ ,  $1\text{m}\Omega$  et  $1\text{nA}$ , sensibilité supplémentaire permet des mesures précises à effectuer dans les zones auparavant impossibles telles que jonctions de thermocouple, commutateur résistance de fuite de condensateur de contact.

L'impédance d'entrée  $10\text{M}\Omega$  standard de l'industrie appliquée à toutes les gammes de tension continue, mais les deux plus bas peuvent aussi être choisis à plus de  $1000\text{M}\Omega$  impédance pour éliminer les erreurs lors de la mesure de circuits à haute impédance [12].



**Figure II.2:** Voltmètre sensible (1906 computing multimeter).

## II.1.2 Echantillons utilisés

### II.1.2.1 Plateaux du disque dur

Les disques durs de nos jours contiennent un ou plusieurs disques qui permettent de stocker réellement l'information. Ces disques s'appellent des plateaux, ils sont composés de deux parties principales: une partie dure qui donne la forme et la rigidité du plateau, et une autre constituée de couche magnétique qui retient les impulsions magnétiques qui forment les données. Le nom donné aux disques durs n'est donc pas un hasard, il fait référence à la rigidité de ces plateaux qu'il contient. Les plateaux représentent physiquement les données, qui sont enregistrées sur ces disques rigides. Leur rôle est donc critique, c'est pourquoi leur qualité est très déterminante, en particulier leur couche magnétique.

### II.1.2.2 La taille des plateaux

La taille des plateaux est un facteur très déterminant sur la taille physique du disque dur, et également sur sa capacité total de stockage d'informations. La taille physique du disque dur est généralement appelée facteur de forme, la plupart des disques durs sont fabriqués en respectant les facteurs standards de forme. Des disques sont parfois mentionnés par des spécifications de taille; par exemple, quelqu'un parlera d'avoir « un disque dur 3.5-inch ». Quand cette référence est utilisée, elle se rapporte habituellement au facteur de forme du disque dur, et ce fait, le facteur de forme est basé sur la taille du plateau. La taille des plateaux du disque dur est généralement la même pour un facteur de forme donné.

Tous les plateaux d'un même disque dur possèdent la même taille.

Habituellement, les plateaux utilisent au maximum l'espace physique contenu dans le disque dur, afin d'augmenter la capacité de stockage. Mais historiquement parlant, on s'aperçoit que l'on a tendance à réduire la taille des plateaux. Il y a plusieurs explications à cela. On réduit tout d'abord la taille des plateaux pour une raison de performance. De plus, on remarquera que l'évolution de la densité en bits par pouce carré est négligeable face à la perte de capacité due à la réduction de taille des plateaux. La capacité des disques durs double chaque année et l'on reste dans de bonnes performances.

Voilà les raisons principales pour lesquelles les fabricants de disque dur diminuent la taille des plateaux :

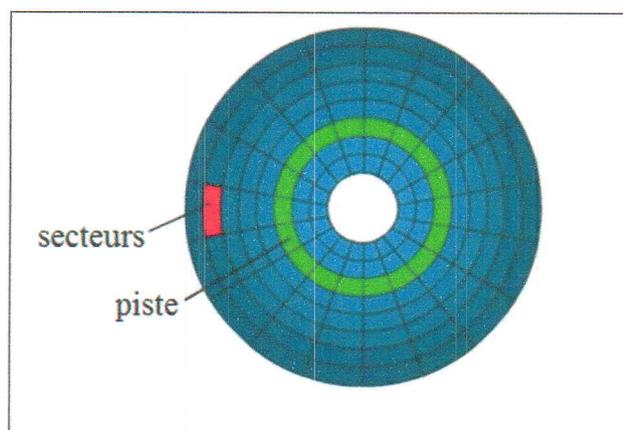
- Augmentation de la rigidité : Un plateau de diamètre plus petit a une meilleure résistance aux chocs et aux vibrations. Il est donc plus adapté aux vitesses de rotation élevées, qui augmentent la performance (diminution du temps d'accès).
- Facilité de fabrication : L'épaisseur et l'uniformité d'un plateau est très critique par rapport à sa qualité. Un plateau imparfait mène à divers désagréments tels que les pertes de données (dû au contact des têtes de lecture avec les taches inégales à la surface du plateau) ou encore le bas rendement de fabrication. Il est plus facile d'usiner un plateau de plus petite taille.
- Réduction de masse : Des plateaux plus petits sont moins lourds, ce qui permet l'utilisation de moteurs moins puissants (réduction des coûts et de la consommation

d'énergie), et des plus petit plateaux sont également plus facile à mettre en rotation (car plus faible moment cinétique, proportionnel au carré du rayon).

- Réduction du bruit et de la chaleur : Des plateaux plus petits vibrent moins et donc sont plus silencieux. L'utilisation d'un moteur moins puissant permet de limiter le réchauffement du boîtier.
- Temps d'accès réduit : La réduction du rayon des plateaux réduit la distance que les têtes de lecture doivent parcourir. Ceci améliore donc le temps de recherche, et améliore la vitesse de lecture et d'écriture.

### II.1.2.3 Structure des données d'un plateau

Les plateaux sont organisés en structures spécifiques pour permettre le stockage et la récupération organisés des données. Chaque plateau est divisé en des milliers de pistes formées par des cercles concentriques. Les pistes d'un même diamètre mais d'un plateau ou d'une surface différente, forment un cylindre. Ces pistes sont à nouveau divisé en une multitude de secteurs (60 à 120 par piste), dont la concentration en information est la même, de 512 octets généralement. Ces secteurs constituent la plus petite unité individuelle accessible d'information stockée sur le disque dur.



**Figure II.3:** Structure d'un plateau [13].

Cependant, le secteur est une unité trop petite pour que le système puisse le prendre en compte. On utilise alors un groupement de secteurs que l'on appellera bloc ou encore cluster. Un cluster sera la taille minimale qu'un fichier pourra occuper sur le disque.

Un secteur possède donc 3 coordonnées :

- 1- le numéro de tête de lecture (repérage du plateau et de la surface).
- 2- le numéro de piste (pour le positionnement de la tête).
- 3- le numéro de secteur (détermine à partir de quand on doit lire les données).

La détermination de la coordonnée est faite par le contrôleur à partir de l'adresse absolue du secteur [13].

Typiquement, on trouvera donc sur chaque piste une succession de :

- Un petit espace «blanc» («gap» en anglais): Il laisse à la logique du contrôleur de disque une zone inutilisée de cette piste du disque pendant le temps nécessaire au basculement du mode lecture au mode écriture et inversement (cela permet également de compenser de légères dérives de la vitesse de rotation des surfaces de disque).
- Une zone servo: Elle contient des «tops» permettant de synchroniser la logique du contrôleur de disque avec les données qui vont défiler sous la tête de lecture juste après.
- Un en-tête contenant le numéro du secteur qui va suivre: Il permet au contrôleur du disque de déterminer le numéro de secteur que la tête de lecture va lire juste après (et par là de déterminer également si le bras portant les têtes est positionné sur la bonne piste).
- Les données: Ce qui est véritablement stocké par l'utilisateur du disque.
- Une somme de contrôles permettant de détecter/corriger des erreurs. Cela fournit également un moyen de mesurer le vieillissement du disque dur (il perd petit à petit de sa fiabilité) [14].

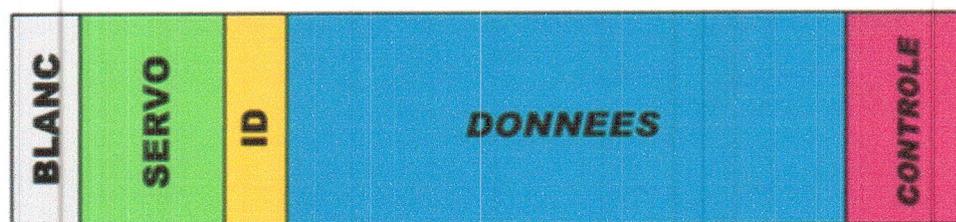


Figure II.4: les zones d'un disque dur [14].

## II.1.2.4 Les lois fondamentales de magnétisme

### II.1.2.4.1 Diamagnétisme

Loi de Lenz indique qu'un champ magnétique instationnaire induit un courant dans une boucle qui agit contre le domaine ; diamagnétisme provient de cet effet sur les électrons dans un atome. Bien qu'il s'agisse d'un système quantique, un modèle simple en raison de Langevin est en bon accord quantitatif avec les mesures expérimentales. Classiquement, le moment magnétique d'un électron en orbite autour d'un noyau est

$$m = I A = \frac{q v}{2\pi r} \pi r^2 = \frac{qvr}{2} \quad (\text{II.1})$$

Un domaine instationnaire en filé cette boucle donne lieu à un potentiel induit autour de la boucle

$$v = -\frac{d\Phi}{dt} = -\frac{d(BA)}{dt} = -\mu_0 \frac{d(HA)}{dt} \quad (\text{II.2})$$

Prendre la direction du champ magnétique normale à la boucle. Cela accélère les électrons par:

$$a = \frac{dv}{dt} = \frac{F}{m_e} = \frac{qv}{2\pi r m_e} = -\mu_0 \frac{qr}{2m_e} \frac{dH}{dt} \quad (\text{II.3})$$

Intégrant les deux côtés que le domaine est inclinée de 0 à H un temps T donne la variation totale de vitesse

$$\int_0^T \frac{dv}{dt} dt = \int_0^T -\mu_0 \frac{qr}{2m_e} \frac{dH}{dt} dt \quad (\text{II.4})$$

$$\Delta v = -\mu_0 \frac{qrH}{2m_e} \quad (\text{II.5})$$

ce qui donne à son tour le changement dans le moment

$$\Delta m = \frac{q\Delta v r}{2} = -\mu_0 \frac{q^2 r^2 H}{4m_e} \quad (\text{II.6})$$

L'aimantation causée par ce moment induit est

$$M = \frac{m}{V} = -\mu_0 \frac{q^2 Z r^2 H}{4m_e V} \quad (\text{II.7})$$

où V est le volume de l'atome, et le facteur de Z a été ajouté pour tenir compte de plusieurs électrons dans l'atome. La sensibilité est alors:

$$\chi_m = \frac{M}{H} = -\mu_0 \frac{q^2 Z r^2}{4m_e V} \quad (\text{II.8})$$

Même si cette estimation a ignoré les thermodynamiques et la mécanique quantique, il donne le nombre qui soient conformes aux valeurs observées pour les matériaux diamagnétiques et montre pourquoi diamagnétisme température n'est pas fortement dépendants.

#### II.1.2.4.2 Paramagnétisme

La boucle de courant efficace utilisée dans le calcul précédent n'est pas fixe dans l'espace ; sous un domaine appliqué, il peut changer son orientation ainsi que la vitesse ou de ralentir. Dans le cas mécanique quantique les moments magnétiques sans interaction spin -1/2, ce qui correspond à flipping entre états parallèle et antiparallèle pour le domaine.

Si le moment magnétique  $m$ , l'énergie des deux états est  $\pm mB$ . Si la densité de ces moments est  $n$ , puis l'aimantation se trouve de la valeur attendue de l'orientation du spin.

$$M = nm \langle s \rangle \quad (\text{II.9})$$

$$M = nm \frac{\sum_{s=-1,1} s e^{-E_s/KT}}{\sum_{s=-1,1} e^{-E_s/KT}} \quad (\text{II.10})$$

$$M = nm \frac{e^{mB/KT} - e^{-mB/KT}}{e^{mB/KT} + e^{-mB/KT}} \quad (\text{II.11})$$

$mB$  est généralement beaucoup plus petite que  $kT$ , donc les exponentielles peuvent être étendus comme  $1 \pm mB/kT$ , donnant

$$M = \frac{nm^2 B}{KT} \quad (\text{II.12})$$

$$M = \frac{nm^2 \mu_0 H}{KT} \quad (\text{II.13})$$

$$\chi_m = \frac{M}{H} \quad (\text{II.14})$$

$$\chi_m = \frac{nm^2 \mu_0}{KT} \quad (\text{II.15})$$

$$\equiv \frac{C}{T} \quad (\text{II.16})$$

C'est la loi de Curie et la constante C est la constante de la Curie.

Loi de Curie devraient s'appliquer à des électrons de conduction dans un métal, qui ont un moment magnétique de spin de

$$\mu_B = \frac{e\hbar}{2m_e} = 9.274 \times 10^{-24} \frac{J}{T} \quad (\text{II.17})$$

Mais la sensibilité de la plupart des métaux s'avère relativement indépendant de la température et non inversement proportionnelle à celle-ci. Pauli a résolu ce mystère en faisant remarquer que la dérivation de la loi de Curie utilisé une fonction de partition canonique, qui se trouve uniquement dans la limite des hautes températures. Dans le cas contraire, la distribution de Fermi-Dirac doit être utilisée.

Figure II.5 représente un diagramme de bande avec tous les états de spin-down et sur les états de spin-up sur la gauche et de droite; chaque état de spin est maintenant associé à états de moment  $k$  et  $-k$ . Un domaine appliqué va diviser les énergies de spin. Parce que les énergies de Fermi doivent rester égales, certains électrons tournent revers (en supposant qu'il existe des états disponibles pour dans eux d'entrer). Le nombre d'électrons transférés est approximativement égal à l'énergie divisé fois la densité d'états à la  $n(E_F)$  de l'énergie de Fermi. Les deux populations seront égaliser lorsque la moitié de la différence est transférée, mais il y a deux états de quantité de mouvement pour chaque état de spin:

$$\Delta n = \Delta E n(E_F) = B\mu_B n(E_F) \quad (\text{II.18})$$

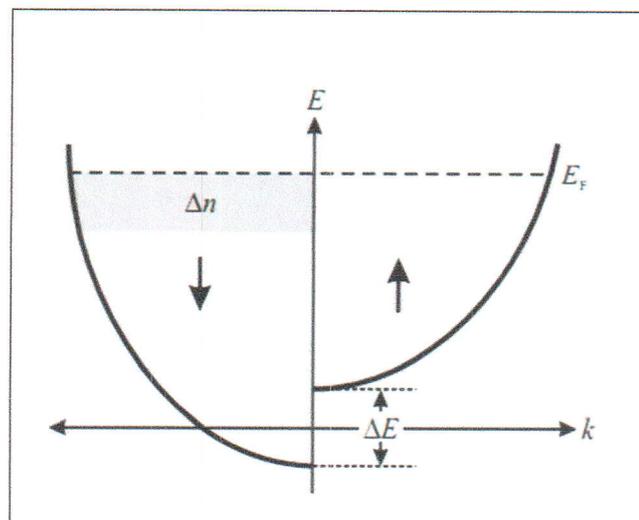


Figure II.5: Bande de spin fractionnement dans un domaine [15].

L'aimantation est le moment induit par volume

$$M = \frac{m}{V} = \mu_B \Delta n = \mu_B^2 B n(E_F) \quad (\text{II.19})$$

donc la susceptibilité est

$$\chi_m = \frac{M}{H} = \mu_0 \mu_B^2 n(E_F) \quad (\text{II.20})$$

Il s'agit du paramagnétisme de spin d'un métal. C'est positif, à peu près indépendante de la température, et elle disparaîtra si la densité des états disparaît à l'énergie de Fermi, parce que la bande de valence est pleine. Un matériau paramagnétique a encore l'aimantation diamagnétique de l'orbite de l'électron, mais si l'aimantation paramagnétique est grande assez-il dominera. Les matériaux peuvent être paramagnétiques (la bande de conduction partiellement remplie), diamagnétique (la bande de valence remplie), ou ont peu de susceptibilité (diamagnétisme annule le paramagnétisme).

Autre qu'obéissant à la statistique de Fermi-Dirac, paramagnétisme de Pauli suppose que les spins sont indépendants. Un signe de l'échec de cette approximation est que dans de nombreux matériaux loi de Curie est empiriquement trouvé à besoin d'un offset

$$\chi_m = \frac{C}{T - T_C} \quad (\text{II.21})$$

Il s'agit de la Loi de Curie-Weiss.  $T_C$  est la température de Curie et peuvent être très importante : 1043 K en fer, par exemple. S'il est défini en fonction de la constante de la Curie que  $T_C = \lambda C$ , la sensibilité peut être réécrite sous la forme:

$$\chi_m = \frac{M}{H} \quad (\text{II.22})$$

$$\chi_m = \frac{C}{T - \lambda C} \quad (\text{II.23})$$

$$HC = MT - M\lambda C \quad (\text{II.24})$$

$$\frac{C}{T} = \frac{M}{H + \lambda M} \quad (\text{II.25})$$

Cela recouvre la forme originale de la loi de Curie, si nous supposons que les spins voient un domaine local  $\lambda M$  ajoute le domaine appliqué  $H$ . Le décalage  $\lambda M$  est appelé le

$$a = \frac{\sum_i (I_i - \bar{I})(V_i - \bar{V})}{\sum_i (I_i - \bar{I})^2}$$

$$a = \frac{0,4093 \times 10^{-3}}{2,8}$$

$$a = 1,462 \times 10^{-4}$$

La résistance de l'échantillon 2 égale la pente de la courbe:

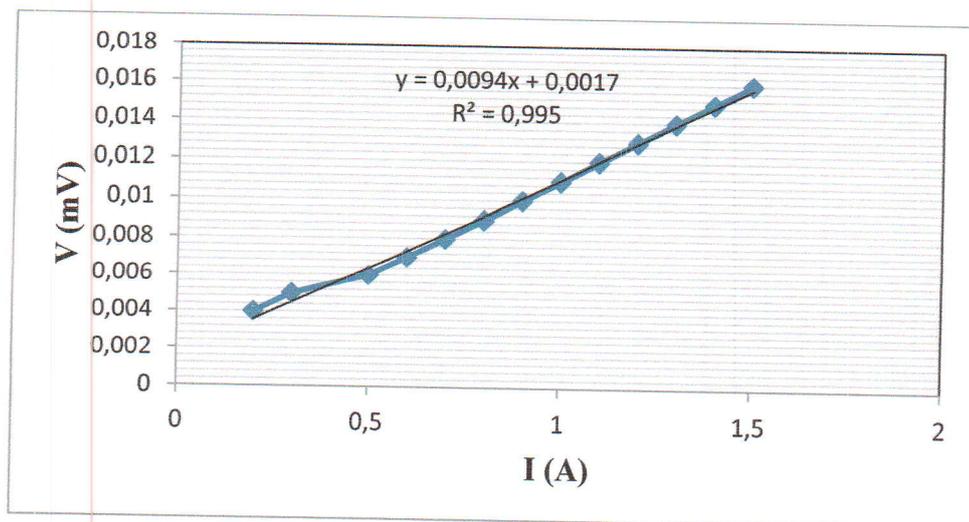
$$R = 1,462 \times 10^{-4} \Omega$$

### Échantillon 3

Tableau III.10: les résultats expérimentaux de la résistivité de volume de l'échantillon 3.

I(A)	0,2	0,3	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
V (mV)	0,004	0,005	0,006	0,007	0,008	0,009	0,01

I(A)	1	1,1	1,2	1,3	1,4	1,5
V (mV)	0,011	0,012	0,013	0,014	0,015	0,016



**Figure III.4:** La variation de tension en fonction de courant par la méthode des quatre pointes pour la résistivité de volume de l'échantillon 3.

La pente de la courbe par la méthode de moindre carré est:

$$a = \frac{\sum_i (I_i - \bar{I})(V_i - \bar{V})}{\sum_i (I_i - \bar{I})^2}$$

$$a = \frac{0,0193 \times 10^{-3}}{2,05692308}$$

$$a = 9,383 \times 10^{-6}$$

La résistance de l'échantillon 3 égale la pente de la courbe:

$$R = 9,383 \times 10^{-6} \Omega$$

#### Échantillon 4

Tableau III.11: les résultats expérimentaux de la résistivité de volume de l'échantillon 4.

I(A)	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8
V (mV)	0,018	0,034	0,051	0,067	0,083	0,102	0,118	0,134

I(A)	0,9	1	1,1	1,2	1,3	1,4	1,5
V (mV)	0,154	0,171	0,187	0,205	0,223	0,241	0,258

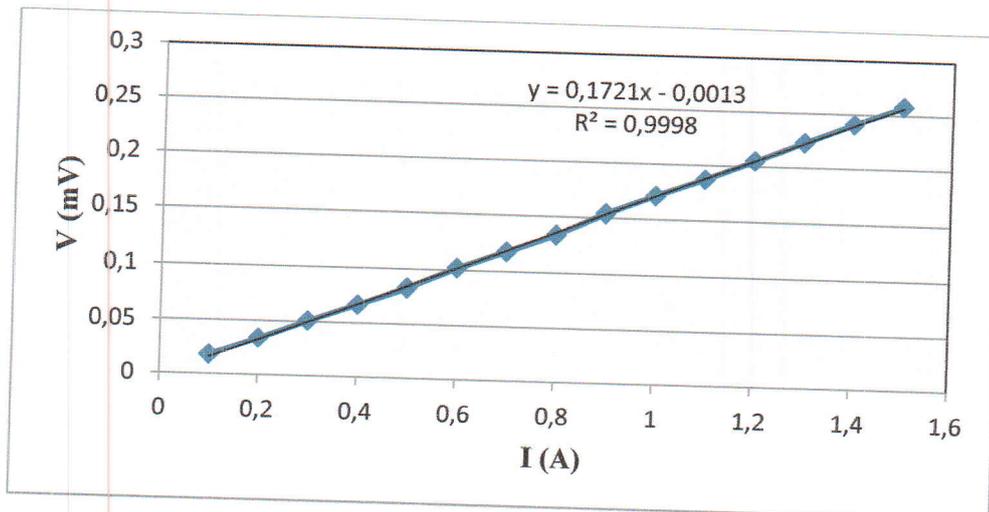


Figure III.5: La variation de tension en fonction de courant par la méthode des quatre pointes pour la résistivité de volume de l'échantillon 4.

La pente de la courbe par la méthode de moindre carré est:

$$a = \frac{\sum_i (I_i - \bar{I})(V_i - \bar{V})}{\sum_i (I_i - \bar{I})^2}$$

$$a = \frac{0,482 \times 10^{-3}}{2,8}$$

$$a = 1,721 \times 10^{-4}$$

La résistance de l'échantillon 4 égale la pente de la courbe:

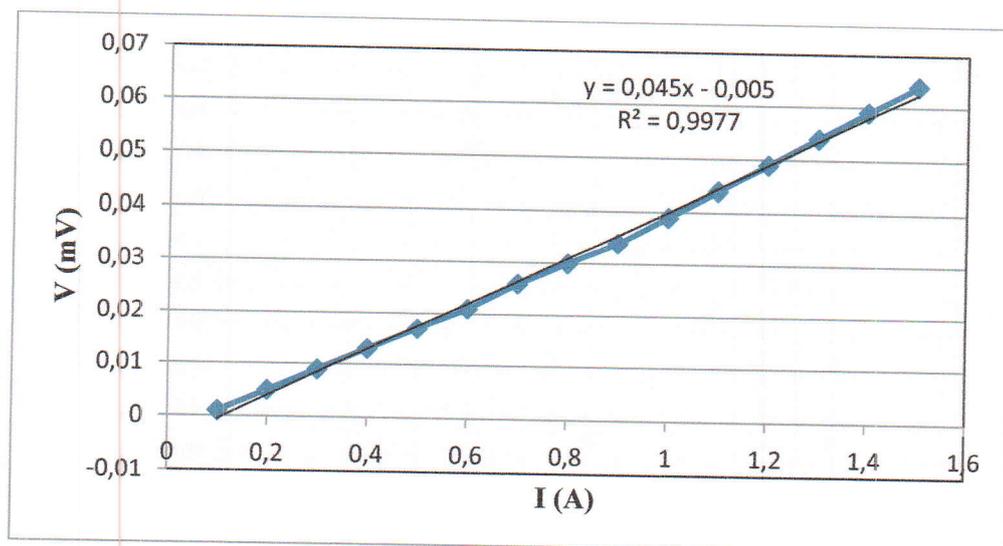
$$R = 1,721 \times 10^{-4} \Omega$$

### Échantillon 5

Tableau III.12: les résultats expérimentaux de la résistivité de volume de l'échantillon 5.

I(A)	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8
V (mV)	0,001	0,005	0,009	0,013	0,017	0,021	0,026	0,03

I(A)	0,9	1	1,1	1,2	1,3	1,4	1,5
V (mV)	0,034	0,039	0,044	0,049	0,054	0,059	0,064



**Figure III.6:** La variation de tension en fonction de courant par la méthode des quatre pointes pour la résistivité de volume de l'échantillon 5.

La pente de la courbe par la méthode de moindres carrés est:

$$a = \frac{\sum_i (I_i - \bar{I})(V_i - \bar{V})}{\sum_i (I_i - \bar{I})^2}$$

### III.3 Résistivité de la surface d'un disque dur (film libre sans substrat)

#### III.3.1 Séparation du film avec du savon liquide

La procédure de séparation du film du substrat d'aluminium est faite en plongeant l'échantillon dans un mélange d'eau et de savon liquide pour une période de 24 heures. L'adhésion du film à la surface du substrat est alors affaiblie. Par conséquent des cloques sont formées. Ensuite avec une pince nous avons séparés le film facilement. Par la suite le film a été rincé avec de l'eau distillée et séché avec un papier absorbant spécial.

##### II.3.1.1 Résultat

Tableau III.14: le résultat expérimental de la résistivité de surface avec séparation de l'échantillon par savon.

I (A)	V <sub>1</sub>	V <sub>2</sub>	V <sub>3</sub>	V <sub>4</sub>	V <sub>5</sub>	V <sub>6</sub>	V <sub>7</sub>	V <sub>8</sub>
0.2	1.627	1.631	14.5	14.629	1.634	1.634	14.628	14.812
$Q_A$	$Q_B$		$\rho_A$		$\rho_B$		$\rho_{moy}(\Omega.cm)$	
0,031	0		$0,753 \times 10^{-6}$		$1,042 \times 10^{-6}$		$8,979 \times 10^{-7}$	

#### III.3.2 Séparation du film avec de l'acide chlorhydrique

La procédure de séparation du film du substrat d'aluminium par acide est faite en plongeant les échantillons du disque dur dans l'acide chlorhydrique HCl, pour dissoudre l'aluminium. La réaction a duré environ 24 heures. Le lendemain j'ai retrouvé deux films brillants, tout l'aluminium avait été dissous. Ensuite avec une pince j'ai retiré les films, je les ai rincés avec de l'eau distillée et séchés avec un papier absorbant spécial. L'épaisseur des films obtenus est de l'ordre  $t = 0.001$  cm.

##### II.3.2.1 Les résultats de mesure de la résistivité de la surface de la partie supérieure des échantillons

J'ai mesuré la résistivité de la surface de la partie supérieure des échantillons 1, 2 et 3 par la méthode de van der Pauw, les résultats obtenus sont représentés dans les tableaux en dessous.

**II.3.2.2 Les résultats de la mesure de la résistivité de la surface de la partie inférieure des échantillons**

**Échantillon 1**

Tableau III.18: les résultats expérimentaux de la résistivité de la surface de la partie inférieure de l'échantillon 1.

I	V <sub>1</sub>	V <sub>2</sub>	V <sub>3</sub>	V <sub>4</sub>	V <sub>5</sub>	V <sub>6</sub>	V <sub>7</sub>	V <sub>8</sub>
0,2	0,161	0,162	33,668	33,879	0,161	0,162	33,782	33,778

Q <sub>A</sub>	Q <sub>B</sub>	ρ <sub>A</sub> (Ω.cm)	ρ <sub>B</sub> (Ω.cm)	ρ <sub>moy</sub> (Ω.cm)
0,006	-0,25	1,201 × 10 <sup>-6</sup>	-1,699 × 10 <sup>-8</sup>	<u>5,920 × 10<sup>-7</sup></u>

**Échantillon 2**

Tableau III.19: les résultats expérimentaux de la résistivité de la surface de la partie inférieure de l'échantillon 2.

I (A)	V <sub>1</sub>	V <sub>2</sub>	V <sub>3</sub>	V <sub>4</sub>	V <sub>5</sub>	V <sub>6</sub>	V <sub>7</sub>	V <sub>8</sub>
0,2	0,007	0,008	63,89	64,254	0,012	0,008	62,298	62,286

Q <sub>A</sub>	Q <sub>B</sub>	ρ <sub>A</sub> (Ω.cm)	ρ <sub>B</sub> (Ω.cm)	ρ <sub>moy</sub> (Ω.cm)
0,007	0,333	2,068 × 10 <sup>-6</sup>	-9,064 × 10 <sup>-8</sup>	<u>9,885 × 10<sup>-7</sup></u>

**Échantillon 3**

Tableau III.20: les résultats expérimentaux de la résistivité de la surface de la partie inférieure de l'échantillon 3.

I (A)	V <sub>1</sub>	V <sub>2</sub>	V <sub>3</sub>	V <sub>4</sub>	V <sub>5</sub>	V <sub>6</sub>	V <sub>7</sub>	V <sub>8</sub>
0,2	3,68	3,711	8,686	8,673	3,688	3,701	8,731	8,705

Q <sub>A</sub>	Q <sub>B</sub>	ρ <sub>A</sub> (Ω.cm)	ρ <sub>B</sub> (Ω.cm)	ρ <sub>moy</sub> (Ω.cm)
-2,385	-0,5	1,02 × 10 <sup>-7</sup>	-7,365 × 10 <sup>-8</sup>	<u>1,416 × 10<sup>-8</sup></u>

Tableaux III.21: la variation de résistivité de la surface par apport à la masse.

	la masse (g)	la résistivité de surface ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )
échantillon 1	0,0167	$5,155 \times 10^{-7}$
échantillon 2	0,0227	$9,375 \times 10^{-7}$
échantillon 3	0,0133	$1,02 \times 10^{-7}$

La courbe de la résistivité de surface en fonction de la masse représentée dans la figure III.8.

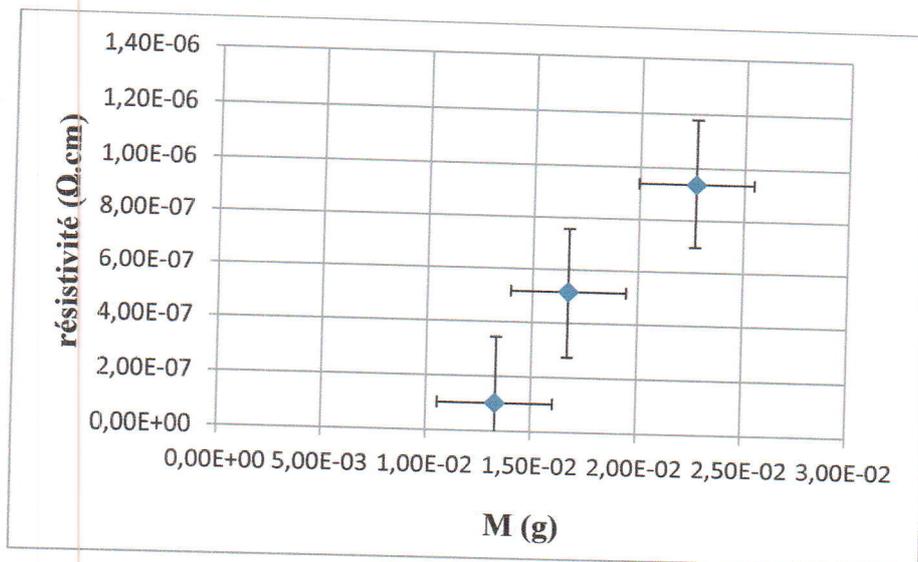


Figure III.8: la courbe de la résistivité de la surface en fonction de masse.

$$M = d \times V$$

(III.2)

d: est la densité volumique de l'échantillon ( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ).

V: est le volume de l'échantillon ( $\text{cm}^3$ ).

M: est la masse de l'échantillon (g).

Il y a une relation entre la masse et le volume, la densité de l'échantillon est une valeur constante donc la masse est proportionnelle au volume si pour cela la courbe de la résistivité en fonction de la masse proportionnelle au volume.

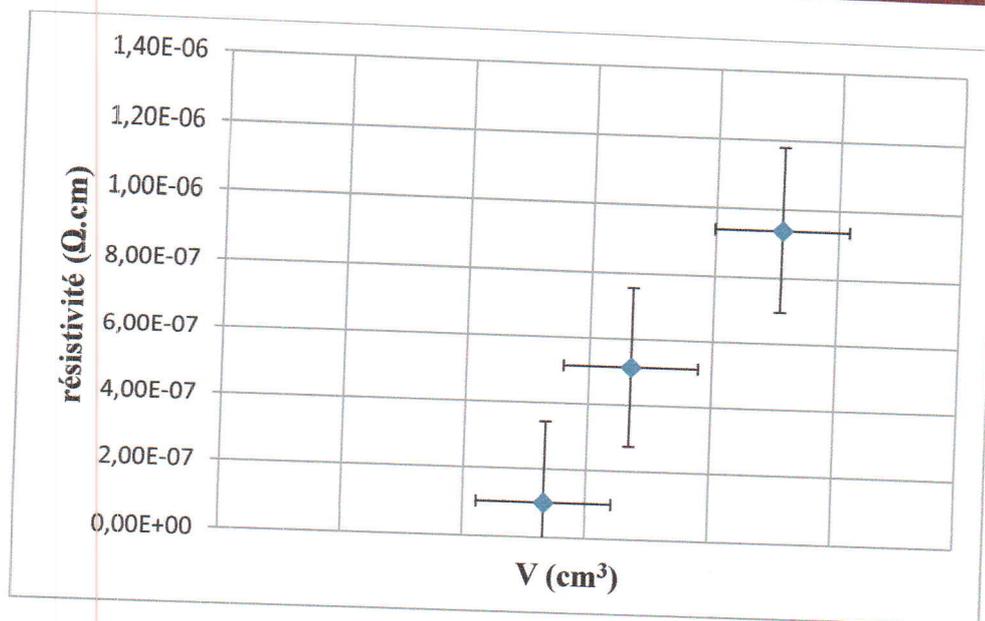


Figure III.9: la courbe de la résistivité de surface en fonction du volume.

### II.3.2.3 Discussion des résultats

Dans le tableau III.22 je résume les valeurs moyennes des résistivités mesurées pour les deux méthodes de séparation des films minces. Je présente aussi les mesures des deux surfaces du film, celle qui est en contact avec l'air et celle qui est en contact avec le substrat en aluminium. Toutes les mesures convergent vers une résistivité d'un conducteur. La résistivité de surface de l'échantillon qui avait été séparé par le savon est relativement supérieure à celle séparé par l'acide. L'explication est que l'attaque par l'acide est non contrôlable ce qui peut entraîner la dissolution de la couche organique de protection du disque qui n'est pas métallique. Par conséquent la résistivité sans couche organique diminue. D'autres parts la composition chimique et morphologique de la surface après l'attaque de l'acide chlorhydrique auraient pu être modifiés mais ces aspects n'ont pas pu être déduits de ces mesures.

Tableau III.22 : les valeurs moyennes des résistivités mesurées pour les deux méthodes de séparation des films minces.

Echantillon	Séparation Savon	Séparation HCl
	<résistivité> ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )	<résistivité > ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )
Surface/air (la partie supérieure)	$8,979 \times 10^{-7}$	$5,183 \times 10^{-7}$
Surface/Al (la partie inférieure)	Echantillon Perdu	$5,315 \times 10^{-7}$

La valeur moyenne de la résistivité de la partie supérieure du disque en contact avec de l'air est inférieure à celle qui est en contact avec de l'aluminium. L'explication pourrait être du fait que les surfaces de contact sont différentes. L'une est plus conductrice que l'autre.

Je rappelle que la valeur de la résistivité est une quantité intrinsèque et invariante, c'est-à-dire dépend de la composition chimique et la structure cristalline et ne dépend pas de la masse ni du volume.

## *Conclusion générale*

## *Conclusion générale*

Dans ce mémoire, j'ai conçu et monté la technique des sondes à quatre pointes et la technique de van der Pauw pour mesurer la résistivité électrique des plateaux de disque dur. Chaque technique possède des avantages et des inconvénients. Je considère que la technique de van der Pauw est versatile. Elle peut être appliquée pour n'importe quelle forme géométrique d'échantillon.

Le montage des manipulations a nécessité un apprentissage rigoureux sur les instruments de mesure à ma disposition. Aussi les techniques de faire de bons contacts électriques ont été maîtrisés afin d'éviter les erreurs accidentelles. J'ai localisé les différentes sources d'erreurs des deux techniques.

La technique de préparation des échantillons est passée par trois étapes. La première consiste à découper le plateau du disque dur avec une cisaille pour découper les tôles métalliques en de petits morceaux de formes différentes. La deuxième méthode consiste à séparer le film mince de l'enregistrement magnétique du substrat d'aluminium par la technique de tension de surface en utilisant de l'eau et du savon liquide. La troisième technique de préparation utilise de l'acide chlorhydrique pour dissoudre le substrat d'aluminium afin que le film d'enregistrement soit séparé et libre.

Pour la première classe d'échantillons j'ai mesuré cinq échantillons par la méthode de van der Pauw la résistivité de surface et j'ai trouvé que tous sont conducteurs. Par la technique des quatre pointes colinéaires j'ai mesuré le premier échantillon la valeur diffère relativement du résultat de la première technique mais toujours dans l'ordre de grandeur du conducteur.

Aussi sur les mêmes échantillons j'ai mesuré les résistances du volume, le courant est perpendiculaire à la surface. Dans ce cas la matière dominante est l'aluminium et le film d'enregistrement est négligeable relativement. Les valeurs des résistances sont celles d'un conducteur.

Pour les échantillons sous forme de feuille la résistivité de surface de l'échantillon qui avait été séparé par le savon est relativement supérieure à celle séparé par l'acide. Cette différence pourrait provenir de l'attaque par l'acide qui est non contrôlable ce qui peut entraîner la dissolution de la couche organique de protection du disque qui n'est pas métallique ce qui diminue la résistance.

## *Bibliographies*

- [1] I.Miccoli, F.Edler, H.Pfnür and C.Tegenkamp, The 100th anniversary of the four-point probe technique: the role of probe geometries in isotropic and anisotropic systems, *Journal of Physics: Condensed Matter*, Volume 27, Number 22, 2015.
- [2] Resistivity Measurements Using the Model 2450 SourceMeter® SMU Instrument and a Four-Point Collinear Probe, Keithley Application Note Series, Number 3247, U.S.A, 2013.
- [3] Low Level Measurements Handbook, Keithley Instruments, 7<sup>th</sup> Edition, U.S.A, 2013.
- [4] Laure ARBENZ, Caractérisation non destructive de la conductivité électrique locale d'une pièce en acier forgé de géométrie non triviale, Journées JCGE'2014 - SEEDS, Saint-Louis, France, Jun 2014.
- [5] Andrew P. Schuetze, Wayne Lewis, Chris Brown, and Wilhelmus J. Geerts, laboratories on the four-point probe technique, Texas, 2003.
- [6] Résistivimètre 4 pointes KLA TENCOR – OMNIMAP RS75, Center of Micro Nano Technology CMI, 2010.
- [7] Performing van der Pauw Sheet Resistance Measurements Using the Keithley S530 Parametric Tester, Keithley Application Note Series, Number 3180, U.S.A, 2012.
- [8] [http://ahmedbouazzi.org/chapitre\\_9/texte9\\_5.htm](http://ahmedbouazzi.org/chapitre_9/texte9_5.htm)
- [9] <https://www2.warwick.ac.uk/fac/sci/physics/current/postgraduate/regs/mpags/ex5/techniques/electronic/hall-effect/>
- [10] <http://www.chauvin-arnoux.com/fr/produit/ax-502.html>
- [11] <http://www.aimtti.com/product-category/multimeters>
- [12] <http://www.aimtti.com/>
- [13] <http://salim.usta.free.fr/projet/plateau.htm>

## Bibliographies

---

- [14] Bernard Morency, Wikipedia, 22 février 2010.
- [15] [http://fab.cba.mit.edu/classes/MAS.862/notes/magnetic\\_materials\\_devices.pdf](http://fab.cba.mit.edu/classes/MAS.862/notes/magnetic_materials_devices.pdf)
- [16] Shan X. Wang, Alexander M. Taratorin, Magnetic Information Storage Technology, ACADEMIC PRESS, USA, 1999.
- [17] Mohamed Asbahi, enregistrement magnetique ultra-haute densite sur medias discrets à aimantation perpendiculaire, Université Joseph-Fourier - Grenoble I, Français, 2007.
- [18] Christophe Gurnicky, Physique de l'État Solide 1 Notes de laboratoire, 2008-2009.
- [19] Fabrice SEVERAC, Jonctions ultra-minces p+/n pour MOS "ultimes": étude de l'impact des défauts cristallins sur la mobilité et l'activation du bore, l'Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2009.