

## **ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS MAGNÉTO-OPTIQUES DES FERRITES DE COBALT DISPERSÉS DANS UNE MATRICE DE SILICE PRODUITE PAR VOIE SOL-GEL**

**N. LAMAÏ<sup>1\*</sup>, F. ROYER<sup>2</sup>, J. P. CHATELON<sup>2</sup>, D. JAMON<sup>2</sup>,  
S. NEVEU<sup>3</sup> et J. J. ROUSSEAU<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>*Institut National Supérieur des Sciences et Techniques d'Abéché,  
BP 130 Abéché, Tchad*

<sup>2</sup>*Université de Lyon, F-42023 Saint-Etienne, France et Université de Saint-Etienne, Jean Monnet, F-42000 Saint-Etienne, France LaHC UMR 5516*

<sup>3</sup>*Laboratoire PHENIX, Université Pierre et Marie Curie, UMR 8234,  
4 place Jussieu, 75252 Paris Cedex 05, France*

---

\* Correspondance, e-mail : *lamaihubert@yahoo.fr*

### **RÉSUMÉ**

L'intérêt majeur qu'apportent les suspensions colloïdales de nanoparticules magnétiques de taille nanométrique consiste à l'apparition d'une forte aimantation lors de l'application d'un champ magnétique externe, qui disparaît dès que le champ magnétique est coupé. Leur utilisation dans des applications (composants optiques non réciproques et les technologies d'optique intégrée) est ainsi sans cesse croissante. Dans ce travail, nous proposons d'étudier un matériau très important qui est le ferrite de cobalt synthétisé en Co précipitation à température ambiante selon le protocole élaboré par R. Massart. Nous utilisons aussi la matrice de silice produite par voie sol-gel pour bloquer ces ferrites de cobalt. Ce procédé est une technique très performante dans la réalisation des couches minces et est reconnu comme l'un des procédés d'élaboration de couches minces de bonne qualité optique.

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

### **ABSTRACT**

**Study of magneto-optic properties of cobalt ferrite dispersed silica matrix produced by sol-gel**

The major advantage what do the colloidal suspensions of magnetic nanoparticles of nanometer size consists in the appearance of a high

magnetization upon application (optic devices non reciprocal and integration technologies) of an external magnetic field that disappears when the magnetic field is cut. Their use in applications and is constantly growing. In this work, we propose to study a very important material is cobalt ferrite synthesized by co-precipitation at room temperature according to the protocol developed by R. Massart. We also use the silica matrix produced by the sol-gel to block these cobalt ferrites. This process is a very effective technique in the realization of thin layers and is recognized as one of the production processes of thin films of good optical quality.

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

## I - INTRODUCTION

Dans cette étude, nous nous intéressons particulièrement à des matériaux à base de ferrites spinelles [1, 2]. Sous forme liquide (nanoparticules) ou sous forme couche mince, ces ferrites ont déjà de nombreux domaines d'application, du fait de leurs propriétés magnétiques originales. Les applications les plus courantes sont les Ferrofluides. Les Ferrofluides de ferrite de cobalt (2) étudiés ici, ont été mis à notre disposition par le laboratoire PHENIX de l'Université Pierre et Marie Curie de Paris. Ils ont été élaborés selon le protocole mis au point par [3]. Dans un premier temps, nous allons présenter les ferrites de cobalt utilisés pour l'étude, ensuite une description du procédé sol-gel sera faite avec la méthode de dépôt des couches minces par trempage-retrait (technique utilisée dans notre étude). Ensuite, nous allons présenter et discuter les résultats obtenus (rotation Faraday et transmittance) [4, 5] sur ces ferrites de cobalt sous forme liquide et lorsqu'ils sont dispersés dans une matrice de silice produite par voie sol-gel.

## II - MATÉRIEL ET MÉTHODES

### II-1. Matériel

Ces Ferrofluides ont été obtenus à partir des particules obtenues par coprécipitation: des ions  $\text{Fe}^{3+}$  et  $\text{Co}^{2+}$  en solution aqueuse sont Co précipités en proportion stœchiométrique [6]. Après chauffage à 100°C pendant quelques minutes et d'ajout du nitrate ferrique  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , on obtient des nanoparticules de ferrite de cobalt [6] après une étape de lavage à l'acétone (afin d'éliminer l'excès de l'acide) et à l'éther. Dans le cadre de notre étude, deux échantillons de ferrite de cobalt ont été utilisés : un ferrite de cobalt acide de taille 20 nm

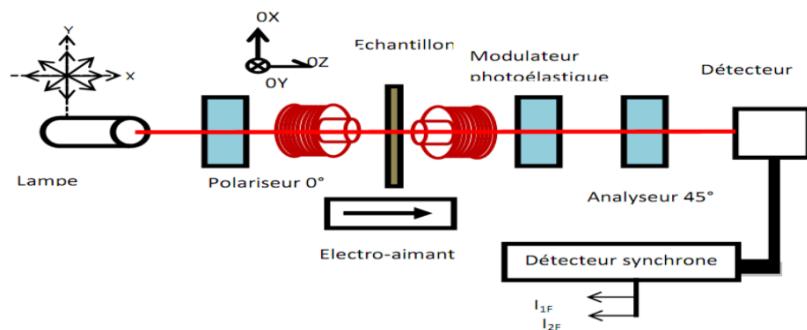
ayant pour contre-ions les ions nitrates (S487) et un ferrite de cobalt acide ayant subi un traitement en milieu hydrothermal de taille 15 nm (S489A).

## II-2. Méthode sol-gel

Au cours de cette étude, nous étions amenés à élaborer des couches minces de  $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ . La solution sol-gel est élaborée au laboratoire à température ambiante selon le protocole suivant, et mélangée à l'aide d'un agitateur magnétique : mélange de précurseurs métalliques de  $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$  sous agitation magnétique pendant quelques minutes. On ajoute ensuite de l'eau pour l'hydrolyse totale, puis le photoinitiateur qui a pour rôle de déclencher la polymérisation de la matrice sous ultra-violet. Enfin, nous filtrons le sol en utilisant un filtre de 0,2  $\mu\text{m}$  pour respecter les conditions de réalisation des couches minces ayant une bonne qualité optique. Ayant le sol, on peut passer au dopage par des nanoparticules de ferrite de cobalt : ceci se fait goutte à goutte pour obtenir une bonne compatibilité entre sol et nanoparticules. Le tirage des substrats de verre est fait par trempage-retrait, suivi d'un traitement thermique dans un four à une température de 90°C pendant une heure, puis un traitement Ultra-Violet [7].

## II-3. Méthode expérimentale

La rotation Faraday est par définition une rotation non réciproque de la polarisation rectiligne de la lumière dans un matériau soumis à un champ magnétique, nous avons utilisé le banc polarimétrique spectral de la *Figure 1* qui est trop sensible car on mesure des centièmes de degré. Le faisceau de lumière passe par le polariseur, traverse l'échantillon de couche mince ou de ferrofluide qui est contenu entre deux lames de verre de qualité optique d'épaisseur 1mm et soumis à un champ magnétique. Après traversé, le faisceau tombe sur l'analyseur à pénombre [8]. Cette technique de caractérisation permet aussi la mesure de la transmittance dans la gamme spectrale (400-1600 nm), qui est le rapport de l'intensité lumineuse transmise ( $I$ ) sur l'intensité lumineuse incidente ( $I_0$ ). Car tout ce dispositif est relié ensuite à un ordinateur avec un système d'exploitation Perkin qui permet de tracer la courbe  $T(\%) = f(\lambda)$ [9].

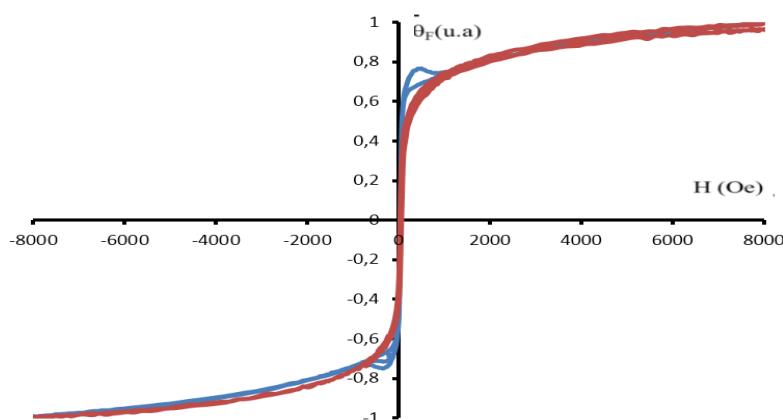


**Figure 1 :** Montage polarimétrique spectral utilisant le modulateur photo-élastique

### III - RÉSULTATS ET DISCUSSION

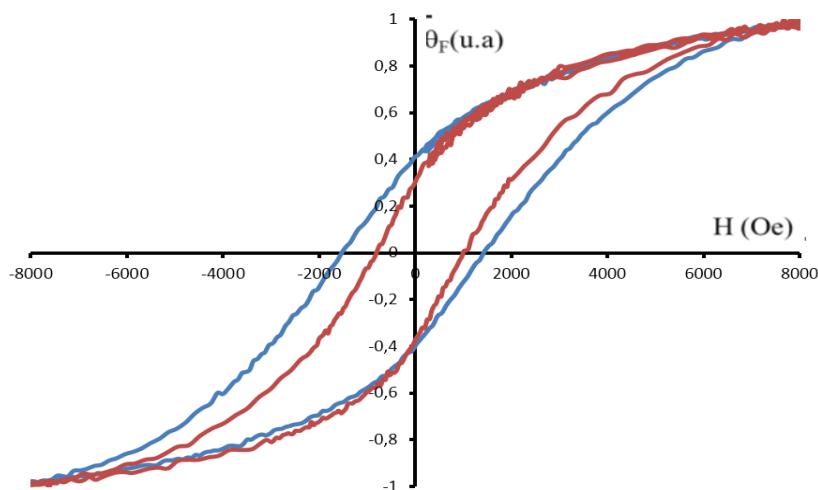
#### III-1. Rotation Faraday

Sur la *Figure 2* sont comparées les rotations Faraday normalisées des deux échantillons présentant des tailles différentes : 15 et 20 nm. Les mesures ont été ici faites en phase liquide à concentration volumique identique de 0,1 % à la longueur d'onde de 820 nm, et on observe ici les courbes obtenues en fonction du champ appliqué. De façon général, pour chaque taille, l'évolution est linéaire à faible champ suivie d'une saturation à fort champ. Il s'agit d'un classique de type « Langevin ». On peut facilement noter sur ces courbes l'influence de la taille sur la pente initiale à faible champ : celle-ci augmente nettement avec la taille des nanoparticules.



**Figure 2 :** Comparaison de la rotation Faraday normalisée des deux échantillons. Courbe bleue (S487), courbe rouge (S489A)

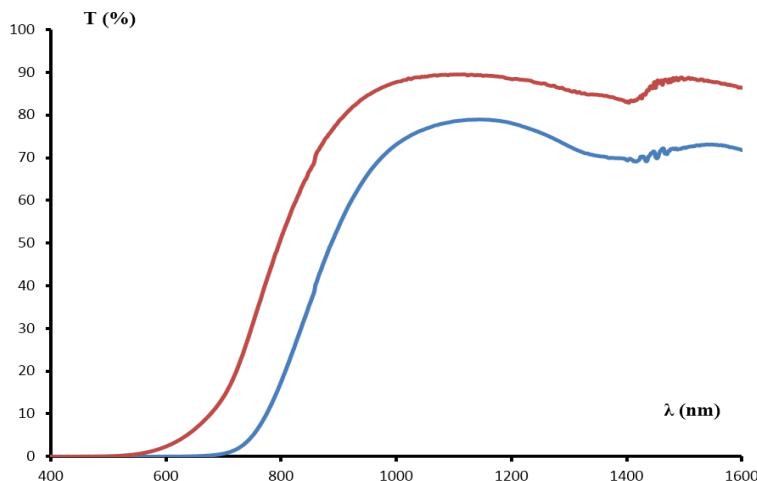
Le comportement est tout à fait différent pour les dispersions de ces nanoparticules dans la matrice de silice. Cela est illustré sur la *Figure 3* qui permet de comparer la rotation Faraday produite par les mêmes nanoparticules que précédemment mais cette fois dispersées dans une matrice d'oxyde métallique. On peut rapidement noter la présence de cycles d'hystérésis. Chaque cycle se caractérise par sa rotation rémanente  $\theta_F$  (rotation à zéro champ) et son champ coercitif  $H_C$  (champ nécessaire pour inverser le signe de la rotation). Ses deux valeurs augmentent très clairement avec la taille des nanoparticules et pour les particules de 20 nm, la rotation rémanente atteint 40 % de la valeur à saturation et le champ coercitif atteint 1440 Oe. Cette étude comparative permet en définitive, de maximiser l'effet des composants auto-polarisés, en orientant les nanoparticules pendant la gélification de la matrice.



**Figure 3 : Comparaison de la rotation Faraday normalisée des deux tailles de nanoparticules ( $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ) bloquées dans une matrice de silice  
Echantillons : S487 (20 nm : courbe bleue), S489A (15nm : courbe rouge)**

### III-2. Transmittance

Une étude de la transmittance a été effectuée sur ces deux échantillons. Les spectres représentés sur la *Figure 4* ont été obtenus avec le même dispositif que pour la rotation Faraday dans la gamme spectrale (400 - 1600 nm). Les spectres de ces échantillons sont différents. On constate que lorsque la taille augmente, la transmittance diminue avec une absorption au-delà de 700 nm. La transmittance au-delà de l'infrarouge ( $\lambda > 100$  nm) oscille entre 70 à 85 % [10].



**Figure 4 :** Comportement spectral de la transmittance des deux échantillons : S487 (20 nm : courbe bleue), S489A (15nm : courbe rouge)

Notons ici que, pour mesurer les pertes dans un matériau composite, on mesure l'absorption par la transmittance qui est l'une des propriétés optiques dans le but d'améliorer la qualité magnéto-optique du matériau composite.

#### IV - CONCLUSION

Les résultats obtenus dans ce travail sont principalement concentrés sur des propriétés magnéto-optiques et optiques des nanoparticules de ferrite de cobalt présentées dans ce travail sous forme liquides à l'état initial puis lorsqu'elles sont bloquées dans une matrice de silice produite par voie sol-gel, en couche mince par la technique trempage-retrait. Ces résultats ont permis de montrer une variation de ces propriétés (magnéto-optiques et optique) en fonction de leur taille. Ces ferrites de cobalt sont des matériaux qui se prêtent ainsi bien à des études dans différents domaines et peuvent être utilisés dans des matériaux composites.

#### RÉFÉRENCES

- [1] - W. H. BRAGG, «The structure of magnetite and the spinel's», Nature, Vol. 95, N°2386 (1915) 561 - 561.
- [2] - S. NISHIKAWA, «Structure of somecrystals of spinel group», Proc Tokyo Math. Phy.Soc, (8) (1915) p 199 - 209.

- [3] - R. MASSART, « Preparation of aqueous magnetic liquids in alkaline and acidic media» IEEE Trans. Magn. 17 (1981) 1247
- [4] - F. ROYER, D. JAMON, J. J. ROUSSEAU, V. CABUIL, D. ZINS, H. ROUX and C. BOVIER, Eur. Phys. J. – Appl. Phys., Vol. 22 (2), (2003) p 83 - 87.
- [5] - F. ROYER, D. JAMON, J. J. ROUSSEAU, D. ZINS, V. CABUIL, S. NEVEU and H. ROUX, Progr. Coll. and Polym.Sc., Vol. 126, (2004) p 155 - 158.
- [6] - S. NEVEU, A. BEE, M. ROBINEAU, D. TALBOT « Size-Selective Chemical Synthesis of Tartrate Stabilized Cobalt Ferrite Ionic Magnetic Fluid », *J. Coll. Int. Sc.*, Vol. 255, N°2, (2002) p 293 - 298.
- [7] - N. LAMAÏ, F. ROYER, J. P. CHATELON, D. JAMON, S. NEVEU, M. F. BLANC-MIGNON et J. J ROUSSEAU « Étude des propriétés magnéto-optiques des couches minces à base de ferrite de cobalt obtenues par voie sol-gel », AFRIQUE SCIENCE, Vol.11, N°1, (Janvier 2015) p 96 - 101.
- [8] - N. LAMAÏ, F. ROYER, J. P. CHATELON, D. JAMON, S. NEVEU, M. F. B. MIGNON, J. J. ROUSSEAU, « Effet magnéto-optique et optique des couches minces à base de ferrite de cobalt », AFRIQUE SCIENCE, Vol.11, N°3, (Mai 2015) p 21 - 26.
- [9] - N. LAMAÏ, F. ROYER, J. P. CHATELON, D. JAMON, S. NEVEU, et J. J. ROUSSEAU, « Étude des effets magnéto-optiques et optiques des nanoparticules magnétiques de ferrite de cobalt », Rev. Ivoir. Sci. Technol, N° 26, (Décembre 2015) p 91 - 98.
- [10] - F. DONATINI, D. JAMON, J. MONIN, S. NEVEU, IEEE TransMagn, 35 (1999) 4311 - 4317.
- [11] - N. LAMAÏ, F. ROYER, J. P. CHATELON, D. JAMON, S. NEVEU, M. F. BLANC-MIGNON et J. J ROUSSEAU, « Étude magnéto-optique des couches minces de  $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$  dopées par le ferrite de cobalt », Rev. Ivoir. Sci. Technol, N° 25, (Juin 2015) p 14 - 20.