



HAL
open science

Micro bobines à champ pulsé: applications aux champs forts et à la dynamique de renversement de l'aimantation à l'échelle de la nanoseconde par effet Kerr et Dichroïsme Circulaire Magnétique de rayons X

Marlio Bonfim

► **To cite this version:**

Marlio Bonfim. Micro bobines à champ pulsé: applications aux champs forts et à la dynamique de renversement de l'aimantation à l'échelle de la nanoseconde par effet Kerr et Dichroïsme Circulaire Magnétique de rayons X. Matière Condensée [cond-mat]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2001. Français. NNT: . tel-00008020

HAL Id: tel-00008020

<https://theses.hal.science/tel-00008020>

Submitted on 12 Jan 2005

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.

Université Joseph Fourier
École Doctorale de Physique

Thèse

Présentée par

MARLIO BONFIM

Pour obtenir le titre de

Docteur de l'Université Joseph Fourier – Grenoble 1
Spécialité Physique

**Micro bobines à champ pulsé :
applications aux champs forts et à la dynamique de
renversement de l'aimantation à l'échelle de la
nanoseconde par effet Kerr et Dichroïsme Circulaire
Magnétique de rayons X**

Soutenue le 5 mars 2001

Composition du Jury:

B. Dieny	(rapporteur)
J. Ferré	(rapporteur)
A. Fontaine	(directeur de thèse)
J.-L. Porteseil	(président)
F. Sirotti	(examineur)

Thèse préparée au Laboratoire de Magnétisme Louis Néel – CNRS – Grenoble
(Laboratoire lié par convention à l'université Joseph Fourier – Grenoble 1 et à l'INPG)

*"Il n'y a qu'une erreur et qu'un malheur au monde,
c'est de ne pas savoir aimer"*

Georges Bernanos (BB)

A Guida et à tous ceux qui
m'ont appris à aimer.

Résumé

Dans cette thèse nous avons développé trois techniques de mesures dynamiques du renversement de l'aimantation à l'échelle de la nanoseconde en utilisant des micro bobines comme source de champ pulsé. Le comportement dynamique de plusieurs systèmes magnétiques sous la forme de couches minces a été étudié. Avec la technique de Dichroïsme Circulaire Magnétique de Rayons X (XMCD) résolu en temps développée à l'ESRF on obtient la sélectivité en espèce chimique outre à une résolution temporelle de 100 ps. Cela nous a permis d'effectuer des études du renversement de l'aimantation et du couplage dynamique dans des structures du type vanne de spins et jonctions tunnel. Dans certaines conditions de champ pulsé le temps de renversement de l'aimantation de la couche libre (FeNi) est de l'ordre de la nanoseconde. Dans ces structures, suivant l'épaisseur de la couche non magnétique, le couplage dynamique entre les couches libre et dure peut être très différent de celui statique. La technique de mesure dynamique Kerr/Faraday s'est montrée assez efficace pour l'étude dynamique des couches minces à forte anisotropie perpendiculaire grâce aux possibilités de champs importants (jusqu'à 10 T) associées à une haute sensibilité ($\sim 2 \cdot 10^8 \mu_B$). Avec la technique d'imagerie Kerr/Faraday résolue en temps on a pu suivre le renversement d'un grenat magnétique suite à une impulsion de champ. Les processus du renversement sont facilement identifiés par la visualisation dynamique des domaines magnétiques. Avec les micro bobines développées en collaboration avec le LETI, nous avons pu montrer la possibilité d'obtenir des champs magnétiques très forts (jusque 50 T) à un très bas coût comparé aux installations conventionnelles. Pour la suite de ce travail nous envisageons le développement d'une technique d'imagerie dynamique avec haute résolution spatiale (dizaine de nm) et sélectivité chimique basée sur un microscope PEEM (Microscope à photo-émission d'électrons).

Abstract

In this thesis we have developed three techniques for the dynamic measurement of magnetisation reversal on the nanosecond time scale using micro coils as a source of pulsed field. The dynamic behaviour of several thin film magnetic systems was studied. With the time resolved X-rays Magnetic Circular Dichroism (XMCD) technique developed at the ESRF, one obtains the chemical selectivity in species as well as a temporal resolution of 100 ps. That enabled us to carry out studies on magnetisation reversal and dynamic coupling in spin valve and tunnel junction type structures. Under certain conditions of pulsed field the magnetisation reversal dynamics of the free layer (FeNi) is about one nanosecond. In these structures, depending on the thickness of the nonmagnetic layer, the dynamic coupling between the free and the hard layers can be very different from the static one. The Kerr/Faraday dynamic technique was shown to be effective for the dynamic study of thin films with strong perpendicular anisotropy due to the possibility of obtaining high magnetic fields (up to 10 T) associated with a high sensitivity ($\sim 2 \cdot 10^8 \mu_B$). With the time resolved Kerr/Faraday imaging technique we have studied the magnetisation reversal of a magnetic garnet following a field pulse. The processes involved in the reversal are easily identified by the time resolved image of the magnetic domains. With the micro coils developed in collaboration with the LETI, we showed the possibility of obtaining very strong magnetic fields (up to 50 T) at a very low cost compared with conventional high field installations. For the continuation of this work we consider the development of a dynamic technique of imaging with high spatial resolution (tens of nm) and chemical selectivity based on a PEEM microscope (Photoemission Electron Microscope).

Remerciements

Ouff ! Ça n'a pas été toujours évident mais il paraît que finalement cette étape s'achève. Elle s'achève, bien entendu, mais tout ce qui j'y ai vécu et appris vont rester pour toujours enregistrés dans ma mémoire (s'il manque de l'espace, j'en rajouterai un disque dur de 70 Gbytes !). Si j'ai pu arriver à ce point là, c'est en grand partie grâce à la collaboration et amitié de tous ceux qui ont été présents non seulement dans ma vie professionnelle au labo, mais aussi dans les sorties de ski, spéléo, randonnée, escalade, et bien sûr les fêtes et dîners multinationaux.

Tout d'abord je tiens à remercier le Laboratoire Louis Néel au nom de ses directeurs Dominique et Claudine par son merveilleux accueil dès lors mon arrivée et tout le long de mon séjour. Je me suis senti comme chez moi malgré les 11000 km de décalage ! Merci en particulier au groupe de dichroïsme qui m'a accepté de bon gré malgré ma quasi ignorance, à l'époque, des techniques de rayons X et synchrotron pour l'étude des matériaux magnétiques.

À la fin de ce chemin il fallait bien qu'il y ait un jugement : je remercie à tous les membres du jury d'avoir accepté cette tâche pas toujours très simple et même parfois assez ennuyeuse. En particulier à Bernard Dieny et à Jacques Ferré qui ont aimablement accepté d'en être les rapporteurs. J'ai beaucoup apprécié leurs suggestions et critiques. Merci à Alain de m'avoir confié ce travail et d'avoir ouvert les portes d'un monde nouveau pour moi. Merci à Jean-Louis d'avoir accepté d'être le président du jury en outre d'avoir lu soigneusement la totalité de ce manuscrit et d'en avoir fait des précieuses suggestions.

Je remercie avec grande reconnaissance Stefania et Jan pour leur patience, amitié et apports scientifiques tout le long de cette thèse et en particulier à la fin pour leur aide critique et valeureuse à propos de mon manuscrit.

Merci à Ken pour son aide fondamentale particulièrement au départ de cette thèse. Nos discussions sans fin sur la physique, la philosophie et l'instrumentation, aussi bien dans la journée que dans la nuit lors des maips à l'ESRF, ont été décisives pour l'aboutissement de ce travail. Je n'oublie pas non plus ses précieux cours de ski à Chamrousse !

Merci à tout le corps scientifique du labo pour leurs enrichissantes discussions et précieuses suggestions sans lesquelles ce travail aurait été sans doute de mineure ampleur. Merci en particulier à Bernard, Pierre, Yves, Laurent, Olivier (les 2), Rafik, Gérard, Jean pour leur valeureuse aide et échantillons.

Je tiens à remercier toutes les personnes en dehors du laboratoire Louis Néel qui ont énormément collaboré avec le succès de ce travail : Alfonso S. Miguel, Sakura Pascarelli, Thomas Neisius, Giacomo Ghiringhelli, Nick Brookes, Frédéric Petroff, François Montaigne, Bernard Dieny. La liste complète serait très longue alors je m'arrête par-là mais ceux concernés savent que je n'ai pas oublié leur aide.

Merci à Marie-Laure et Rabah pour leur valeureuse contribution au développement de l'instrumentation dans ce travail. Merci à Julio et Yan pour avoir accepté de donner suite à ce travail. Je vous souhaite très bonne chance !

Merci à tout le personnel administratif du labo, Véronique, Eliane, Patricia, Maggy, Isabelle. Je sais bien que je les ai pas mal embêté surtout avec mon français incompréhensible au début, mais leur patience et amabilité ont été au delà de ça.

Merci à toute l'équipe des techniciens du labo, en particulier Serge, Jojo, Philippe, Didier, Richard, pour les valeureux "coups de main" au bon moment sans oublier bien sûr leur précieuse amitié.

Merci à tous les collègues thésards, stagiaires, post-docs, enfin, les non permanents du labo quoi ! Votre amitié a été fondamentale pour que je me sente comme chez moi à Grenoble. Qu'est-ce que j'ai de bons souvenirs de nos sorties en montagne, en Ardèche, dans des grottes au Vercors, au ski, dans la nuit grenobloise, dans des écoles et conférences. Un merci spéciale à Nora qui m'a aidé à garder la forme et le moral en m'invitant gentiment à chaque jour pour un "fruit break" (bien sûr qu'il y avait aussi du chocolat, des biscuits, des gâteaux, alors pour la forme je ne suis plus tout à fait sûr...).

Une mention spéciale à Jean-Claude (le père Peuzin), assez connu pour avoir offert une de ses fameuses paires de pantoufles au musée du labo. Merci pour son apport scientifique et technique. Avoir eu l'honneur de partager le bureau avec lui a été un exercice d'amitié et de bonne humeur constantes et quotidiennes (à l'exception bien sûr des superbes journées ensoleillées qu'il passait au labo après avoir annulé une sortie en montagne ou aux ciels à cause de la météo...).

Je suis enfin très reconnaissant à la Universidade Federal do Paraná et à la CAPES-Brésil de m'avoir fait confiance et m'avoir donné la possibilité de venir en France pour développer ce travail.

Table de matières

1. Introduction générale.....	11
1.1. Motivations	11
1.2. Mécanismes de retournement de l'aimantation des couches minces.....	13
1.2.1 Domaines magnétiques	13
1.3. Techniques de mesure de la dynamique d'aimantation.....	17
1.4. Plan de la thèse.....	19
1.5. Références.....	20
 2. Micro bobines et Sources de courant pulsées.....	 23
2.1. Introduction.....	23
2.2. Distribution de courant dans la bobine – effet de peau.....	24
2.3. Géométrie des micro bobines.....	26
2.3.1. Champ perpendiculaire:.....	26
2.3.2. Champ dans le plan	28
2.4. Sources de courant pulsées	30
2.4.1. Considérations générales.....	30
2.4.2. Topologie du circuit	31
2.4.3. Mesure du courant de sortie	33
2.4.4. Modèles développés	33
2.4.4.1. Modèle unipolaire 1 :	33
2.4.4.2. Modèle unipolaire 2 :	34
2.4.4.3. Modèle bipolaire 1	34
2.4.4.4. Modèle bipolaire 2	35
2.5. Consignes d'utilisation des sources de courant pulsé.....	36
2.6. Conclusions	37
2.7. Références.....	38
 3. Champs Forts.....	 39
3.1. Introduction.....	39

3.2. Praticabilité.....	40
3.2.1. Courant et largeur de l'impulsion.....	40
3.2.1. La pression magnétique et l'effort mécanique	41
3.3. Micro bobines: Structure générale et leur fabrication.....	43
3.4. Circuit électrique	45
3.5. Technique de mesure	49
3.6. Résultats et caractérisation expérimentale du champ.....	50
3.7. Discussion.....	52
3.2.2. L'échauffement et l'effet de peau.....	52
3.2.3. Mesure du champ B.....	54
3.2.4. Limitations de champ maximum.....	56
3.8. Conclusions	57
3.9. Références.....	58
4. Dichroïsme Circulaire Magnétique des rayons X résolu en temps.....	59
4.1 Introduction.....	59
4.2 XMCD résolu en temps avec les rayons X durs (ESRF – ID24).....	60
4.2.1 La ligne de lumière ID24.....	61
4.2.2 Mesure du signal d'absorption.....	62
4.2.3 Obtention de la polarisation circulaire	63
4.2.4 Technique de mesure dynamique :	65
4.2.5 Approche "pompe-sonde"	66
4.2.6 Approche en "temps réel"	71
4.2.7 Limitations des techniques dynamiques avec les rayons X durs.....	75
4.3 XMCD résolu en temps avec les rayons X mous (ESRF - ID12B).....	76
4.3.1 La ligne de lumière ID12B.....	76
4.3.2 Mesure du signal d'absorption.....	77
4.3.3 Technique de mesure dynamique.....	79
4.4 Mesures avec les rayons X mous: vannes de spins et jonctions tunnel.....	79
4.4.1 Système $\text{Co}_{(50\text{\AA})}/\text{Cu}_{(x)}/\text{FeNi}_{(50\text{\AA})}$	80
4.4.1.1 XMCD statique	82
4.4.1.2 XMCD dynamique	84
4.4.2 Système $\text{Co}_{(100\text{\AA})}/\text{Al}_2\text{O}_3(20\text{\AA})/\text{FeNi}_{(50\text{\AA})}$	89
4.4.2.1 XMCD statique.....	90
4.4.2.2 XMCD dynamique :.....	91

4.4.3	Système $\text{Co}_{(100\text{\AA})}/\text{Al}_2\text{O}_{3(20\text{\AA})}/\text{FeNi}_{(50\text{\AA})}$ sous la forme de plots :	92
4.4.3.1	XMCD statique	93
4.4.3.2	XMCD dynamique :	94
4.5	Conclusions ' '	95
4.6	Références.....	96
5.	<i>Effet Kerr/Faraday résolu en temps.....</i>	99
5.1	Introduction.....	99
5.2	Technique de mesure dynamique en temps réel.....	100
5.2.1	Optique et analyse de polarisation	101
5.2.2	Détection et traitement du signal.....	104
5.2.3	Contrôle général de l'expérience	106
5.2.4	Possibilités et limitations de la technique.....	107
5.2.4.1	Mesures en mono coup.....	107
5.2.4.2	Cycles d'hystérésis dynamiques	108
5.2.4.3	Sensibilité.....	109
5.3	Imagerie Kerr/Faraday résolue en temps	111
5.3.1	Technique d'imagerie dynamique à la nanoseconde	112
5.3.2	Optique et analyse de polarisation.....	112
5.3.3	Limitations de la technique:.....	113
5.4	Mesures dynamiques de l'aimantation de couches minces par Effet Kerr/Faraday	114
5.4.1	Multicouches de TbFe.....	115
5.4.2	CoPt sous forme de plots et de couche continue	119
5.4.3	Couche mince de NdFeB.....	123
5.5	Grenat magnétique par imagerie Faraday dynamique	125
5.6	Conclusions	130
5.7	Références.....	131
6.	<i>Conclusion générale.....</i>	133

1. Introduction générale

1.1. Motivations

Depuis plus de cent ans le stockage d'information sous forme magnétique a joué un rôle fondamental dans le développement des technologies audio, vidéo et informatique.¹ Dans un premier temps sous forme analogique, l'information stockée est devenue de plus en plus numérique en particulier après le premier disque dur fabriqué par IBM en 1956 qui avait une densité de 2 kbits/in², un taux de transfert de 70 kbits/s et une capacité totale de 5 Mbytes. Le grand développement de l'informatique dans les dernières décennies a aussi poussé à une augmentation très importante concernant la densité de stockage et le taux de transfert de l'information enregistré sous la forme de "bits" magnétiques. Densités d'enregistrement supérieures à 10 Gbits/in² avec un taux de transfert dépassant le 200 Mbits/s et une capacité totale au-delà de 30 Gbytes sont déjà disponibles sous la forme de produits grand public. Ces performances ont été possibles grâce aux nombreuses recherches sur les matériaux magnétiques sous la forme de couches minces pour les médias ainsi que pour les têtes de lecture / écriture.²

Puisque l'information magnétique est enregistrée et lue très rapidement, l'étude dynamique des processus de renversement de l'aimantation des couches magnétiques a contribué de façon décisive au développement de la technologie de l'enregistrement. Concernant l'enregistrement numérique à haute densité, cette dynamique a lieu dans deux échelles de temps très distinctes:

- Nanosecondes : les processus d'écriture et lecture des bits sur le média magnétique;
- Années : la stabilité à long terme des données enregistrées

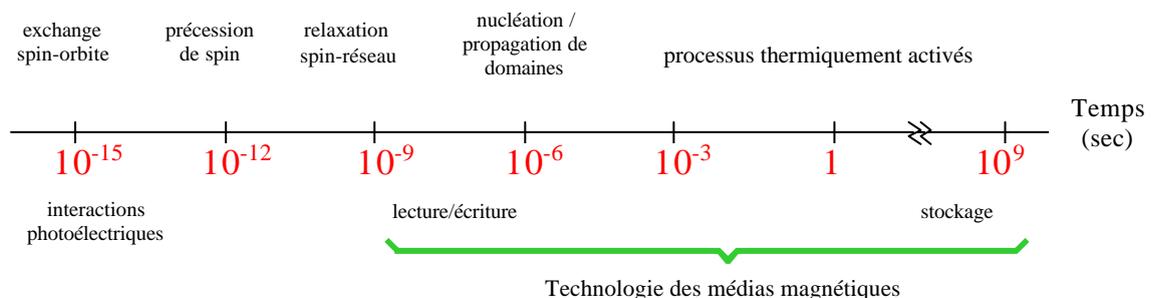


Figure 1.1 : Échelle de temps et respectifs phénomènes importants associés au renversement de l'aimantation et aux interactions matière-lumière.

Ces échelles de temps sont montrées à titre illustratif sur la Figure 1.1. Ces quelques 17 ordres de grandeurs temporelles qui séparent les processus d'enregistrement/lecture et stockage d'informations sont garanties par la barrière d'énergie magnétique de l'élément portant l'information, qui est liée à son champ coercitif H_c . La stabilité à long terme des données enregistrées a été largement étudiée depuis le début de l'enregistrement magnétique et des théories importantes ont montré que ce processus est thermiquement activé suivant une loi du type Arrhenius^{3,4} en fonction du champ magnétique et de la température.

D'un autre côté, le comportement dynamique des matériaux pour l'enregistrement magnétique à des temps très courts (10^{-7} à 10^{-10} s) n'a été intensivement étudié que plus récemment, lors que les vitesses de transfert des données ont dépassé la centaine de MHz.

Pour l'enregistrement magnétique d'un disque dur par exemple, la dynamique du renversement de l'aimantation joue un rôle important dans trois parties fondamentales:

- la tête d'écriture;
- la tête de lecture;
- le média magnétique.

Parmi ces éléments, la tête d'écriture semble être le moins "menacé" par les limitations en vitesse au niveau du matériau magnétique utilisé. Des matériaux doux avec un champ de saturation important sous la forme de couches minces sont utilisés.

Les têtes de lectures actuelles sont basées sur des éléments magnétorésistifs du type vanes de spin ou jonction tunnel. Leur principe de fonctionnement est basé sur la magnétorésistance géante (GMR)⁵ d'une structure du type sandwich entre deux couches magnétiques séparées par une couche non magnétique. Leur haute sensibilité et taille réduite ont permis une considérable augmentation des densités d'enregistrement depuis le début des années 90. De la réponse dynamique de ces systèmes dépend la vitesse de lecture des médias magnétiques.

Les médias magnétiques actuels sont essentiellement des couches minces d'alliages de Co polycristallins, déposées sur des substrats non magnétiques. Le Co est utilisé grâce à sa forte anisotropie magnétocristalline² qui lui confère la haute coercitivité et stabilité thermique nécessaires au stockage de données durant des années.

Les têtes de lecture/écriture "survolent" la surface du média à des distances nanométriques. Etant donnée la forte coercitivité de la couche, des champs magnétiques importants doivent être créés par la tête d'écriture. Ceci est d'autant plus important que la

vitesse d'enregistrement est grande (ce phénomène sera discuté dans la suite). Le champ produit par les têtes d'écriture est limitée par la saturation de l'aimantation du matériau ferromagnétique (de l'ordre du Tesla). L'augmentation de la densité d'enregistrement impose pour le média l'utilisation de matériaux avec une anisotropie de plus en plus forte menant à des champs coercitifs dynamiques qui dépassent le champ magnétique accessible avec les têtes d'écriture. Pour surmonter cette impasse il est envisageable un échauffement laser momentané de la région à enregistrer de façon à réduire localement son champ coercitif. ⁶

Les développements récents des jonctions tunnel avec des coefficients de magnétorésistance très importants (jusqu'à 47% à température ambiante à des champs appliqués de l'ordre de l'Oersted ⁷) ont démontré la faisabilité d'un nouveau type de mémoire magnétique d'accès aléatoire, les MRAM (Magnetic Random Access Memory). Dans ces mémoires basées sur la même structure que les mémoires à semi-conducteur, aucune part n'est mobile. La densité d'intégration peut être équivalente ou supérieure à celle des mémoires à semi-conducteur, tout en gardant l'avantages de ne pas perdre l'information lors que la source d'énergie est coupée. Ainsi un ordinateur équipé avec une telle mémoire aurait un démarrage presque instantané tout en retenant les informations utilisées lors de sa dernière utilisation. Des développements supplémentaires sont encore nécessaires pour les rendre totalement compatibles avec les mémoires à semi-conducteur disponibles dans le marché.

1.2. Mécanismes de retournement de l'aimantation des couches minces

1.2.1 Domaines magnétiques

Si un matériau ferromagnétique présente, en absence de champ magnétique externe, une aimantation rémanente différente de celle à l'état de saturation, il est donc magnétiquement divisée en petites régions où l'aimantation est saturée dans un sens ou dans l'autre, de façon à ce que l'aimantation moyenne à large échelle soit inférieure à la saturation. Ces régions qui ont leur taille variable selon le matériau (en général micrométrique), sont appelées domaines magnétiques ou domaines de Weiss. ⁸ Cela est dû à une minimisation de l'énergie magnétostatique totale du système qui impose que le flux magnétique se "ferme" aux bords de chaque domaine (Figure 1.2). Si l'aimantation du matériau est saturée un seul domaine envahit dans toute la couche.

La région de transition d'un domaine à un autre d'aimantation opposée est appelée paroi de domaine. La largeur des parois de domaines est définie par le rapport entre l'énergie

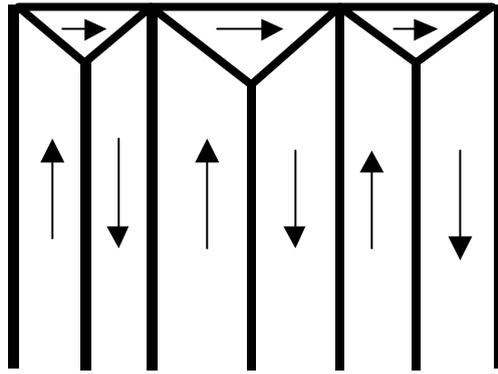


Figure 1.2: Représentation schématique des domaines de Weiss dans un matériau ferromagnétique à l'état rémanent. L'énergie magnétostatique est minimisée par la "fermeture" du circuit magnétique défini par chaque paire de domaines. Dans cet arrangement particulier les domaines situés aux extrémités (orientés perpendiculairement à ceux de la région centrale) sont appelés domaines de fermeture.

d'échange et l'anisotropie du matériau et est de l'ordre de quelques dizaines de nm pour la plupart des matériaux ferromagnétiques.⁹ Deux types de paroi de domaine se manifestent dans des couches minces avec l'axe de facile aimantation dans le plan : la paroi de Bloch et la paroi de Néel (Figure 1.3). Dans la paroi de Bloch la transition de l'aimantation se passe avec des composantes de l'aimantation qui sortent du plan de la couche vers la direction perpendiculaire. Dans la paroi de Néel la transition se passe uniquement dans le plan de la couche. La présence de l'un ou l'autre type de paroi est fortement liée à l'épaisseur de la couche, toujours de façon à minimiser l'énergie magnétostatique totale.

Le processus de renversement d'aimantation d'une couche mince soumise à un champ externe (opposé à la direction de saturation) selon un axe facile, passe normalement par une phase initiale de nucléation de domaines suivie d'une propagation des parois de façon à ce que tous les domaines soient, au bout d'un certain temps, alignés avec le champ appliqué.

La nucléation a lieu dans des régions où le champ coercitif est localement plus faible

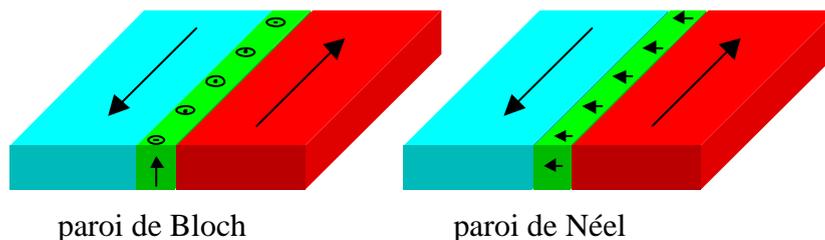


Figure 1.3 : Représentation des deux types de paroi dans des couches minces.

dû à des défauts ou inhomogénéités de la couche. Ce sont les centres de nucléation. Une fois l'aimantation renversée dans ces parties, une paroi est créée pouvant ensuite se propager sous l'action du champ magnétique externe. Aussi bien la nucléation que la propagation de paroi de domaines sont des processus activés thermiquement, donc associés à la transposition d'une barrière d'énergie qui est proportionnelle au champ coercitif du matériau. Ces concepts de bases ont été introduits en 1949 par Néel ³ et ensuite par Brown ⁴ en 1963. Dans ce modèle le temps de relaxation de l'aimantation t suit une loi du type Arrhenius en fonction de la hauteur de la barrière d'énergie magnétique $E(H)$ et de la température T :

$$t = t_0 \exp\left(\frac{E(H)}{k_B T}\right) \quad [1]$$

où k_B est la constante de Boltzmann et t_0 représente le temps moyen de relaxation dû aux fluctuations thermiques. La constante t_0 est liée aux propriétés intrinsèques du matériau comme l'anisotropie et l'amortissement ² et des valeurs entre 10^{-12} et 10^{-8} sont proposées dans la littérature. Pour les médias magnétiques à base d'alliages de Co t_0 est de l'ordre de la nanoseconde.¹⁰ Ce modèle décrit assez bien le renversement de l'aimantation des médias dans la gamme de temps de le stockage des données (au delà de la milliseconde), mais n'est plus valable quand la barrière d'énergie s'approche de $k_B T$.

Une situation différente se passe quand le champ magnétique externe est appliqué selon un axe difficile ou quand la barrière d'énergie s'approche de $k_B T$. Les domaines alignés spontanément selon l'axe facile basculent sous l'effet du champ et de façon cohérente vers la direction difficile. C'est le retournement cohérent. Dans ce cas là il n'existe pas une barrière d'énergie mais c'est le champ d'anisotropie qui s'oppose au champ externe. En 1935 Landau and Lifshitz (L-L)¹¹ ont proposé un modèle général pour le renversement de l'aimantation (dM/dt) qui a été ensuite modifié par Gilbert (L-L-G)¹² donnant l'expression couramment utilisée :

$$\frac{dM}{dt} = -|\mathbf{g}|(M \times H_T) + \frac{\mathbf{a}}{M_S} \left(M \times \frac{dM}{dt} \right) \quad [2]$$

où M_S est l'aimantation à saturation, H_T le champ magnétique total, \mathbf{g} la constante gyromagnétique (2,8 MHz/Oe). Le premier terme représente la précession de Larmor (couple subi par l'aimantation anti-parallèlement à $M \times H_T$). \mathbf{a} est une variable phénoménologique qui représente l'amortissement du système. Il dépend de la fréquence et de l'amplitude de

précession.¹³ Différents valeurs de \mathbf{a} sont trouvés dans la littérature pour un même matériau selon la technique de mesure utilisée.¹⁴

Plusieurs auteurs ont utilisé récemment ce modèle pour simuler spatialement le renversement de l'aimantation dans des micro structures magnétiques à des échelles de temps de centaines de picosecondes.^{15, 16, 17}

D'autres modèles dérivés des précédents mais avec une connotation plutôt phénoménologique ont été développés plus récemment. Sharrock *et al.*¹⁸ ont proposé un modèle de renversement activé thermiquement et induit par une impulsion de champ, qui relie la coercitivité dynamique H_{CR} avec le champ d'anisotropie H_A :

$$H_{CR}(\mathbf{t}) = H_A \left(1 - C \left[\ln \left(\frac{\mathbf{t}}{\mathbf{t}_0} \right) \right]^n \right) \quad [3]$$

où \mathbf{t}_0 représente le temps moyen de relaxation dû aux fluctuations thermiques (analogue à celui introduit dans le modèle Néel-Brown), C est une constante liée à la viscosité magnétique et à la susceptibilité irréversible et n est une constant qui varie entre 0,5 et 1. \mathbf{t} est la largeur de l'impulsion de champ magnétique d'amplitude constante (égal à H_{CR}), juste limitée à la valeur nécessaire au renversement de la moitié de l'aimantation ($M=0$). Dans le cas de mesures avec une impulsion de largeur fixe et suffisante pour renverser complètement l'aimantation de l'échantillon, \mathbf{t} est le temps entre le début de l'impulsion et l'instant où l'aimantation est renversée à la moitié. Doyle *et al.*¹⁴ montrent que ce modèle décrit assez bien la coercitivité dynamique des médias pour l'enregistrement ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dans une plage de temps aussi large que 12 décades dès lors que $\mathbf{t} > \mathbf{t}_0$.

Un autre modèle empirique assez simple a été proposé par Gyorgy.¹⁹ Il prévoit que le temps de renversement de l'aimantation en fonction de l'amplitude du champ magnétique pulsé $H(\mathbf{t})$ appliqué a la forme :

$$\mathbf{t}^{-1} = S_w^{-1} (H(\mathbf{t}) - H_0) \quad [4]$$

où H_0 est le champ coercitif quasi statique et S_w est une constante qui représente la viscosité magnétique du matériau. \mathbf{t} est défini comme dans le modèle de Sharrock. Ce modèle est basé sur un renversement dominé par le déplacement de parois de domaine. Pour un même matériau, S_w varie selon la gamme d'amplitudes de champ appliquées, pour prendre en compte le poids relatif des différents mécanismes de renversement dépendant de l'amplitude du champ externe.²⁰

1.3. Techniques de mesure de la dynamique d'aimantation

De nombreuses techniques de mesures dynamiques du renversement de l'aimantation sont connues depuis la fin du $\text{IXX}^{\text{ème}}$ siècle. Une des premières techniques proposée par Ewing²¹ et Rayleigh²² a été le traînage magnétique, où l'échantillon est amené à la saturation par un champ externe et ensuite ce champ est inversé et stabilisé à une valeur proche du champ coercitif quasi statique. L'aimantation est ensuite mesurée en fonction du temps par des méthodes classiques. Cette technique est adaptée pour des mesures de constantes de temps de quelques secondes à quelques heures. À partir de ces mesures des renseignements sur la viscosité magnétique peuvent être déduits assez facilement, ainsi que l'énergie d'activation et le champ de fluctuation.²³

Les mesures traditionnelles de cycles d'hystérésis sont aussi des mesures dynamiques à des échelles de temps typiquement de l'ordre de la seconde ou minute. Dans ce cas un champ magnétique avec une variation temporelle linéaire est appliqué sur l'échantillon et la mesure d'aimantation est faite continûment (onde triangulaire). La variation temporelle du champ appliqué dH/dt est constante et change de signe lors d'une mesure complète d'un cycle d'hystérésis (quatre quadrants). Les valeurs de dH/dt vont de quelques mT/s pour les mesures quasi statiques jusqu'à des valeurs aussi importantes que 3000 T/s.²⁴ A partir de ce type de mesure les champs coercitifs dynamiques peuvent être directement mesurés à l'échelle de temps correspondant.^{25,26}

Les études du renversement de l'aimantation dans des échelles de temps très courtes (10^{-7} - 10^{-12} s) sont presque toujours faites avec des impulsions de champ magnétique plus ou moins carrés. Gyorgy^{19, 20} avait déjà utilisé dans les années 50 des impulsions sub-microseconde pour étudier le renversement de plusieurs composés d'oxyde de fer. A l'époque les techniques de détection rapides de l'aimantation n'atteignaient pas ces vitesses. L'état magnétique était sondé statiquement et à posteriori, après l'application d'une l'impulsion de champ d'amplitude et largeur bien connues. Initialement l'échantillon était saturé avec un champ statique opposé à l'impulsion. Pour une amplitude de champ pulsé donnée, le temps de renversement était donc défini comme la largeur de l'impulsion pour laquelle l'aimantation était nulle, c-à-d, la moitié du matériau était renversé. C'est la valeur de t utilisée dans les modèles montrés auparavant.

Plus récemment, des techniques magnéto-optiques ont été utilisées pour enregistrer en détail le processus du renversement de l'aimantation dû à l'application d'une impulsion de

champ. Les interactions photoélectriques se passent dans des temps de l'ordre de 10^{-15} s (Figure 1.1). Ce temps peut être complètement négligé dans la mesure puisque les mécanismes de renversement de l'aimantation se passent à des temps supérieurs à 10^{-12} s. Dans les années 80 J. Ferré *et al.*²⁷ ont mesuré par effet Faraday la dépendance temporelle de l'aimantation thermo-rémanente dans des échelles de temps de 10^{-6} s. D.D. Awschalom *et al.*²⁸ ont mesuré également par effet Faraday l'évolution temporelle des interactions électron-spin à des échelles de picosecondes en utilisant une technique pompe sonde avec un laser pulsé. En utilisant essentiellement la même technique, M.R. Freeman *et al.* ont étudié la dynamique des films supraconducteurs de Pb à des échelles de nanosecondes.

Une méthode indirecte de changement rapide de l'état d'aimantation d'un matériau magnétique repose sur l'échauffement localisé à travers une impulsion laser. Une fois que la température de Curie est dépassée l'aimantation spontanée tombe à zéro et son état rémanent après l'impulsion va dépendre du matériau et des conditions de champ externe. Plusieurs auteurs ont utilisé cette technique à partir d'un laser pulsé femtoseconde en configuration pompe-sonde, ayant une partie du faisceau d'origine (~90%) comme excitation thermique et une autre (~10%) comme sonde de l'aimantation.^{29, 30, 31} Dans ce cas le délai entre la pompe et la sonde est obtenu par la différence de longueur dans leur chemin optique et reste faisable dans la gamme de femtosecondes jusqu'à quelques nanosecondes.

F. Sirotti *et al.*³² ont utilisé le rayonnement synchrotron pour mesurer la dynamique de retournement de la surface et interface d'une couche mince de Fe, par la technique de photoémission résolue en spin avec un détecteur Mott.

Plus récemment, Koch *et al.*³³ ont développé une technique de mesure dynamique purement électrique, basée sur la magnétorésistance géante de multicouches du type jonction tunnel. Avec l'aide d'un oscilloscope rapide, il a pu mesurer le renversement de la couche libre de FeNi à partir de l'application d'une impulsion de champ, avec une résolution de dizaines de picosecondes.

L'imagerie dynamique en utilisant les effets Kerr et Faraday prend de plus en plus de place dans les études dynamiques des couches minces car elle ajoute la résolution spatiale à la résolution temporelle dans l'étude du processus de renversement de l'aimantation sur toute une surface. Les mécanismes présents lors du renversement sont plus facilement identifiés. Déjà dans les années 60 G.L. Houze³⁴ avait utilisé une technique d'imagerie dynamique par effet Kerr pour visualiser les domaines sur une couche épaisse de Fe-Si soumise à un champ alternatif de 60 Hz. Il a utilisé une caméra rapide avec une résolution temporelle de l'ordre de

200 μ s. P. Kasiraj *et al.*³⁵ ont étudié la dynamique de renversement d'une tête d'écriture en couche mince de FeNi par une technique de balayage d'un faisceau laser (spot de 0,5 μ m) avec une résolution temporelle de 50 ns.

Plus récemment B.C. Choi *et al.*³⁶ ont étudié le renversement d'une couche mince de FeNi de dimensions micrométriques soumise à un champ pulsé, avec un montage équivalent à celui de P. Kasiraj et une résolution temporelle de l'ordre de 100 ps. Ils ont pu montrer la grande influence d'un champ de polarisation transverse dans le mécanisme de renversement : sans champ transverse le processus dominant est la nucléation de domaines. Avec un champ transverse le processus dominant est la propagation de parois à partir des domaines nucléés au bord de la structure qui convergent immédiatement vers une bande centrale. La présence de ce champ transverse augmente considérablement la vitesse de renversement (3,5 ns sans et 1 ns avec) puisque dans ce système la propagation de paroi se fait plus rapidement que la nucléation. En outre ils ont observé deux fréquences d'oscillation distinctes après le renversement de l'aimantation en présence du champ transverse et à faible hauteur de l'impulsion. Selon les auteurs ces fréquences sont liées à la précession de l'aimantation (2 GHz) et à l'oscillation de la paroi de domaine (0,8 GHz).

Dans notre travail, trois techniques de la mesure dynamique du renversement de l'aimantation basées sur les micro bobines ont été développées :

- XMCD résolu en temps
- Effets Kerr/Faraday résolus en temps
- Imagerie Kerr/Faraday résolue en temps

1.4. Plan de la thèse

Cette thèse porte sur le développement de nouvelles techniques de mesures dynamiques du renversement de l'aimantation en utilisant de champs pulsés produits par des micro bobines. Le Chapitre II présente le développement des micros bobines et sources de courant pulsé utilisés dans la suite du travail. Comme application alternative de ces micro bobines, nous présentons dans le Chapitre III des résultats expérimentaux préliminaires pour l'obtention de champs forts jusque 50 T. Dans le Chapitre IV la technique de mesure de XMCD dynamique est présentée ainsi que les résultats et analyses obtenus avec des systèmes magnétiques du type vanne de spin et jonction tunnel. Le Chapitre V montre les techniques de mesure magnéto-optiques dynamiques par effet Kerr et Faraday, y compris de l'imagerie. Quelques résultats et analyses sont présentés avec l'accent sur les matériaux à forte

coercitivité. Finalement les conclusions générales et perspectives de ce travail sont présentées dans le Chapitre VI.

1.5. Références

- ¹ E.D. Daniel, C.D. Mee, and M. H. Clark, "Magnetic Recording", in *The first 100 Years*. New York: IEEE Press (1998).
- ² D. Weller and A. Moser, *IEEE Trans. on Magn.*, **35**, 4423 (1999).
- ³ L. Néel, *Ann. Geophys.*, **5**, 99 (1949).
- ⁴ W.F. Brown, *Phys. Rev.*, **130**, 1677 (1963).
- ⁵ M.N. Baibich et al, *Phys. Rev. Lett.* **61**, 2472 (1988).
- ⁶ H. Katayama *et al.*, *J. Magn. Soc. Jpn.*, **23**, 233 (1999).
- ⁷ <http://www.almaden.ibm.com/st/projects/magneto/mram/>
- ⁸ Magnétisme I – Fondements; E. du Tremolet de Lacheisserie (2000).
- ⁹ D. Jiles, "Magnetism and Magnetic Materials" (Chapman & Hall, 1991).
- ¹⁰ D.C. Crew, P.G. McCormick, and R. Street, *J. Appl. D, Appl. Phys.*, **29**, 2313 (1996).
- ¹¹ L. Landau and E. Lifshitz, *Physik Z. Sowjetunion*, **8**, 153 (1953).
- ¹² T.L. Gilbert, *Phys. Rev.*, **100**, 1243 (1955).
- ¹³ D.O. Smith, *J. Appl. Phys.*, **29**, 264 (1958).
- ¹⁴ W.D. Doyle *et al.*, *J. Magn. Soc. Jpn.*, **22**, 91 (1998).
- ¹⁵ R.H. Koch *et al.*, *Phys. Rev. Lett.*, **81**, 4512 (1998).
- ¹⁶ R.H. Koch *et al.*, *Phys. Rev. Lett.*, **84**, 5419 (2000).
- ¹⁷ B.C. Choi *et al.*, *Phys. Rev. Lett.*, **86**, 728 (2001).
- ¹⁸ M.P. Sharrock and J.T. McKinney, *IEEE Trans. Magn.*, **17**, 3020 (1981).
- ¹⁹ E.M. Gyorgy, *J. Appl. Phys.* **28**, 1011 (1957).
- ²⁰ E.M. Gyorgy, *J. Appl. Phys.* **315**, 110 (1960).
- ²¹ A Ewing, *Philos. Trans. R. Soc. London*, **176**, 569 (1885).

-
- ²² Rayleigh, Proc. R. Soc. London, **46**, 249 (1889).
- ²³ R. Street and S.D. Brown, J. Appl. Phys. **76**, 6386 (1994).
- ²⁴ J. Camarero, Y. Pennec, J. Vogel, M. Bonfim, S. Pizzini, M. Cartier, F. Ernult, F. Fetta, and B. Dieny. Soumis à Phys. Rev. Lett.
- ²⁵ B. Raquet *et al.*, J. Magn. Magn. Mater., **150**, L5 (2000).
- ²⁶ P. Bruno *et al.*, J. Appl. Phys., **68**, 5759 (1990).
- ²⁷ J. Ferré, J. Rajchenbach and H. Maletta, J. Appl. Phys., **52**, 1697 (1981).
- ²⁸ D.D. Awschalom *et al.* Phys. Rev. Lett., **55**, 1128 (1985).
- ²⁹ C.K. Sun *et al.*, Phys. Rev B, **48**, 12365 (1993).
- ³⁰ A. Y. Elezzabi, M. R. Freeman and M. Johnson, Phys. Rev. Lett., **77**, 3220 (1996).
- ³¹ J. J. Baumberg, D. D. Awschalom and N. Samarth, J. Appl. Phys. **75**, 6199 (1994).
- ³² F. Sirotti *et al.*, J. Appl. Phys. **83**, 1563 (1998).
- ³³ R. H. Koch *et al.*, Phys. Rev. Lett., **81**, 4512 (1998).
- ³⁴ G.L. Houze, J. Appl. Phys. **40**, 1090 (1969).
- ³⁵ P. Kasiraj, D.E. Horne and J.S. Best, IEEE Trans. Magn., **MAG-23**, 2161 (1987).
- ³⁶ B.C. Choi *et al.*, Phys. Rev. Lett., **86**, 728 (2001).

2. Micro bobines et Sources de courant pulsées

2.1. Introduction

La génération de champs magnétiques pulsés à haute fréquence comme source d'excitation de matériaux magnétiques est depuis longtemps l'objet d'intérêt de recherches aussi bien du point de vue fondamental que de celui des applications.^{1,2} Dans l'enregistrement magnétique, la tête d'écriture d'un média magnétique applique des brèves impulsions dans le but de renverser rapidement l'aimantation d'une petite région et définir ainsi les bits de l'information. L'augmentation constante de la densité de stockage implique la nécessité de temps d'écriture / lecture de plus en plus petits. La barrière de la nanoseconde sera bientôt atteinte dans les produits commerciaux et l'enregistrement à des vitesses supérieures au GHz a déjà été démontré.^{3,4}

La méthode standard de génération de champs pulsés est de faire passer une impulsion de courant dans un bon conducteur électrique à température ambiante. Des géométries diverses du conducteur sont utilisées selon chaque application particulière. La traditionnelle spire (normalement un seul tour) est bien adaptée pour les applications où le champ doit être perpendiculaire à une surface magnétique.⁵ Le champ obtenu est assez inhomogène à l'échelle des dimensions internes de la bobine. La géométrie en ligne de transmission est adéquate pour l'application de champs selon le plan d'une couche magnétique, avec une grande uniformité à l'échelle de ses dimensions.^{6,7} En contrepartie le champ atteint pour un courant donné est bien inférieur à celui produit à l'intérieur de la mono spire.

Les têtes d'écriture utilisent des spires autour d'un matériau ferromagnétique doux pour concentrer le champ dans la région d'intérêt. Cela permet l'écriture sur des très petites dimensions (typiquement 300×100 nm) ainsi qu'un rapport champ/courant appliqué beaucoup plus important que celui obtenu sans aucun matériau magnétique. L'inconvénient de ce type de bobine est que le champ maximum est limité par la saturation du matériau ferromagnétique (autour de 2 T pour les têtes de fer-cobalt).

D'autres méthodes plus exotiques ont déjà été démontrées mais ne sont pas très pratiques à mettre en place. Siegman *et al.*⁸ ont utilisé le faisceau d'électrons de 50 GeV de l'accélérateur linéaire à Stanford pour obtenir des champs pulsés avec une durée d'impulsion de 6 picosecondes et une amplitude qui peut aller au delà du Tesla. La méthode semble être

unique pour la génération de champs magnétiques d'une durée de l'ordre de picosecondes, mais son utilisation reste encore très restreinte et assez compliquée.

2.2. Distribution de courant dans la bobine – effet de peau

Quand un courant alternatif d'électrons circule dans un conducteur, le champ magnétique crée à l'intérieur du conducteur un potentiel électrique ($V = -KdB/dt$) qui est d'autant plus important que la fréquence est grande. Ce potentiel à l'intérieur du conducteur

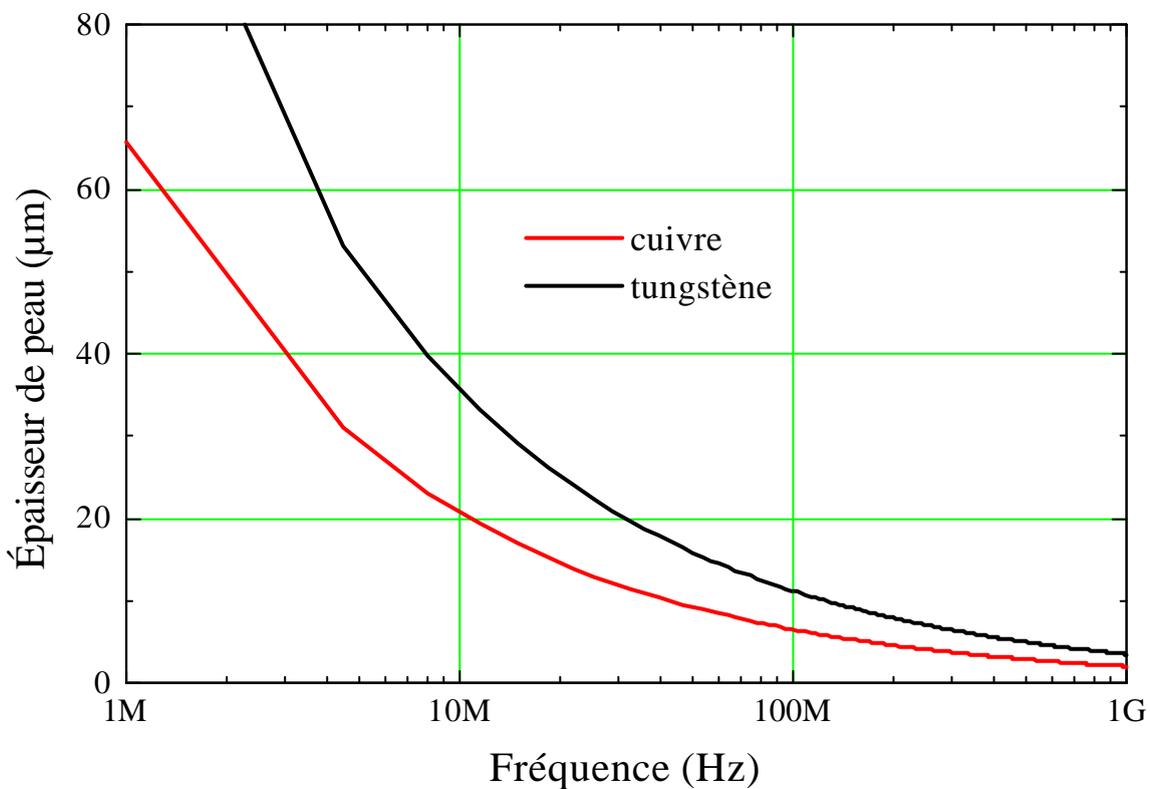


Figure 2.1 : Épaisseur de peau en fonction de la fréquence pour le cuivre et le tungstène à température ambiante.

tend à déplacer les électrons de la région centrale vers la surface du conducteur (force de Laplace). Ce phénomène est appelé "effet de peau".

L'épaisseur de peau est définie comme la distance à partir de la surface d'un conducteur à laquelle la densité de courant tombe à $1/e$ de sa valeur à la surface. À partir des équations de Maxwell on peut déduire l'épaisseur de peau d en fonction des paramètres du conducteur et du courant: ⁹

$$d = \frac{1}{\sqrt{pf\mu s}} \quad [1]$$

où f est la fréquence de l'onde électromagnétique, μ est la perméabilité du conducteur et s sa conductivité électrique. La Figure 2.1 montre un calcul de l'épaisseur de peau en fonction de la fréquence pour deux différents conducteurs métalliques. En prenant un fil conducteur de cuivre à température ambiante, la distribution de courant à travers une section transversale peut être visualisée comme dans la Figure 2.2.

L'analyse de la distribution de courant pour un signal électrique du type impulsion peut être faite à partir de sa décomposition en série de Fourier et l'utilisation du spectre de fréquences correspondant.

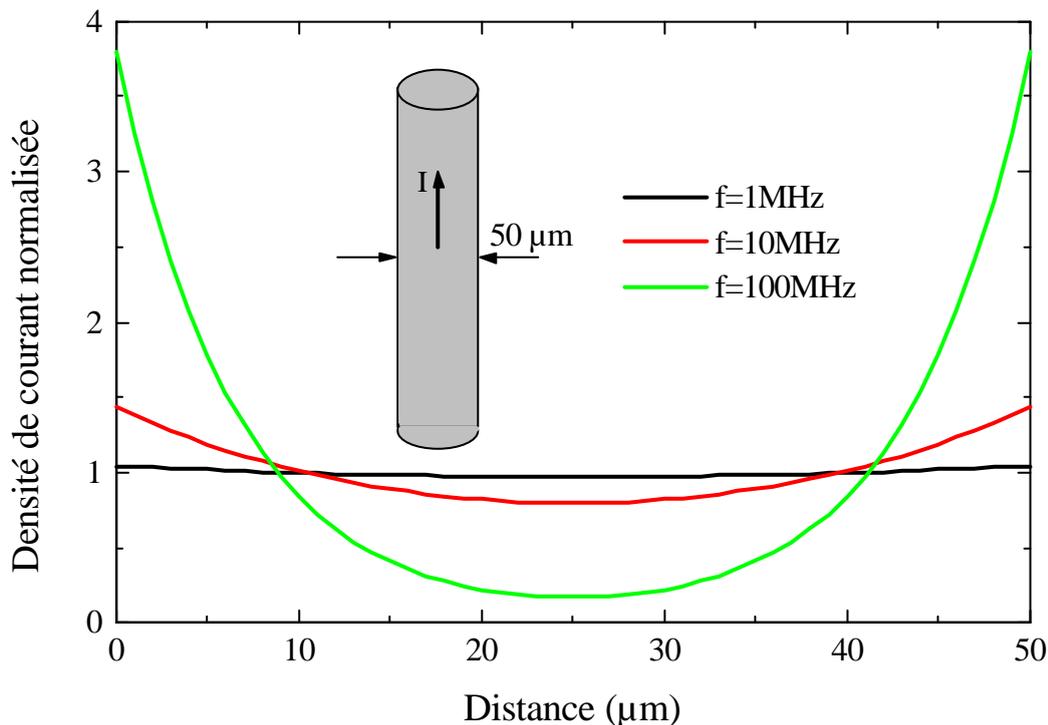


Figure 2.2 : Distribution de courant à l'intérieur d'un fil cylindrique de cuivre de 50 μm d'épaisseur (section transversale) à température ambiante pour 3 différentes fréquences.

2.3. Géométrie des micro bobines

Nous avons développé au laboratoire Louis Néel (LLN-Grenoble) deux géométries de bobines pour application du champ magnétique perpendiculaire ou parallèle à la couche magnétique mesurée. Ces géométries sont montrées schématiquement sur la Figure 2.3(a) (champ perpendiculaire) et Figure 2.3(b) (champ parallèle).

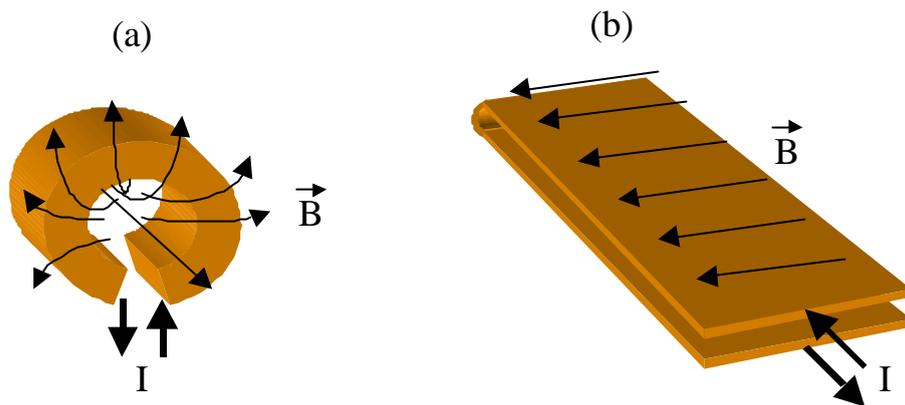


Figure 2.3: Représentation schématique des géométries de bobines et respectives lignes de flux magnétique pour applications de champ sur une couche magnétique: (a) mono spire et (b) ligne de transmission.

2.3.1. Champ perpendiculaire:

Une mono spire de cuivre électro-déposée sur un substrat de Si est utilisée pour appliquer un champ magnétique perpendiculaire à la couche. La Figure 2.4 montre un schéma simplifié de la bobine fabriquée au LETI-CEA-Grenoble, sur laquelle peut être déposé ou collé un échantillon. Plus de précisions concernant le dimensionnement, les détails de fabrication et les limitations de cette géométrie se trouvent dans le chapitre III (Champs Forts). Le champ magnétique à l'extérieur de la bobine décroît rapidement en fonction de la distance. Pour maximiser le champ la couche magnétique doit être en contact intime avec la surface de cuivre. Un bon contact peut être obtenu en collant les extrémités de la couche sur le cuivre ou silicium, comme indiqué sur la Figure 2.4.

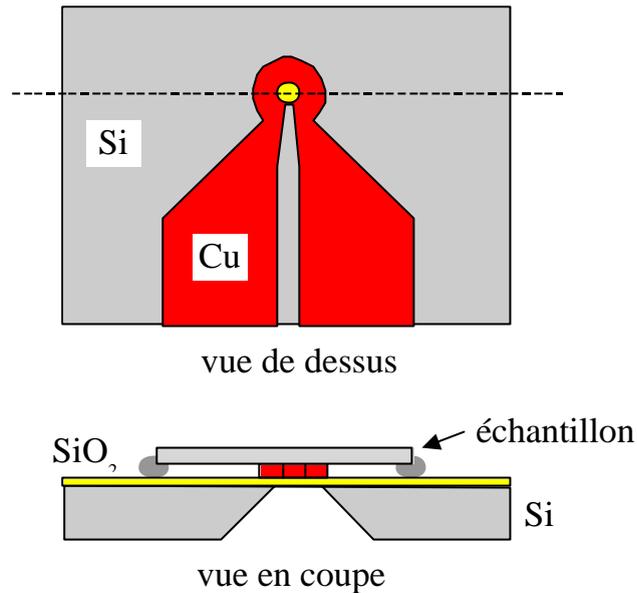


Figure 2.4 : Schéma de micro bobine pour application de champ perpendiculaire avec un diamètre interne de 50 μ m (la plaquette de silicium mesure 5 \times 5 mm). L'échantillon est posé sur la bobine et collé aux extrémités.

La distribution de champ magnétique selon les dimensions principales de la bobine est montrée dans la Figure 2.5. Il est clair que pour garantir une homogénéité du champ à $\pm 5\%$ le long de la surface de l'échantillon, la région sondée doit être centrée par rapport à la bobine et

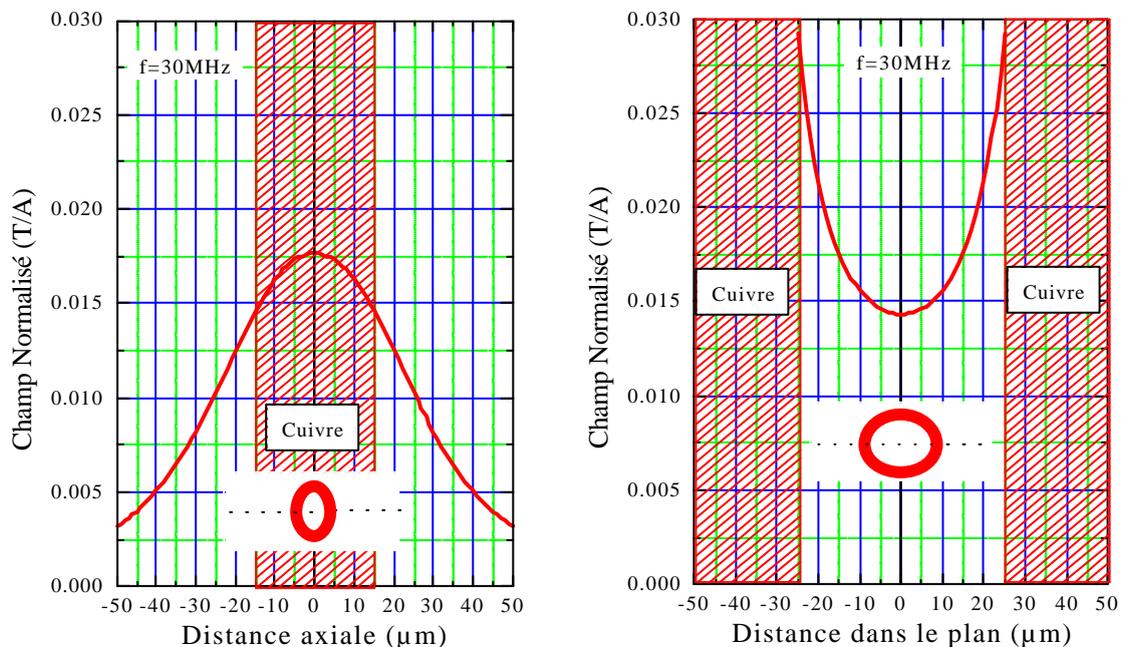


Figure 2.5 : Distribution de champ magnétique (a) le long de l'axe central de la bobine; (b) selon son diamètre dans le plan de sa surface. L'effet de peau est pris en compte en considérant une fréquence de 30 MHz, qui est la composante harmonique principale d'une impulsion de champ standard (largeur à mi-hauteur ~ 30 ns).

être comprise dans un diamètre de 15 μm environ. Pour les mesures magnéto-optiques cette condition peut être obtenue en focalisant le faisceau laser de mesure sur l'échantillon.

2.3.2. Champ dans le plan

Dans la géométrie standard pour l'application de champs planaires (type ligne de transmission montré dans la Figure 2.3(b)) l'échantillon est monté à l'extérieur de la boucle formée par les deux nappes connectées au bout, à la fois pour une question de simplicité de montage et pour la facilité d'accès à la mesure. Cependant le champ disponible à l'extérieur est assez faible car la contribution de la nappe inférieure est opposé à celle de la nappe supérieure. Cette compensation est d'autant plus importante que les nappes sont proches, condition aussi importante pour obtenir une bonne uniformité de champ.

Pour obtenir une amplitude de champ plus importante nous avons mis l'échantillon à l'intérieur des nappes. Ceci est montré schématiquement dans la Figure 2.6. Plusieurs modèles ont été construits à partir d'un substrat isolant (silicium ou époxy) découpé en forme de "U". Une feuille mince de cuivre a été ensuite collée sur la surface interne de façon à avoir le courant concentré le plus proche possible de l'échantillon. La distance entre les deux nappes de cuivre est de l'ordre de 800 μm pour permettre l'emplacement d'un échantillon déposé sur un substrat standard de silicium (400-500 μm d'épaisseur), avec une longueur variant de 5 à 8 mm et une épaisseur de 600 μm .

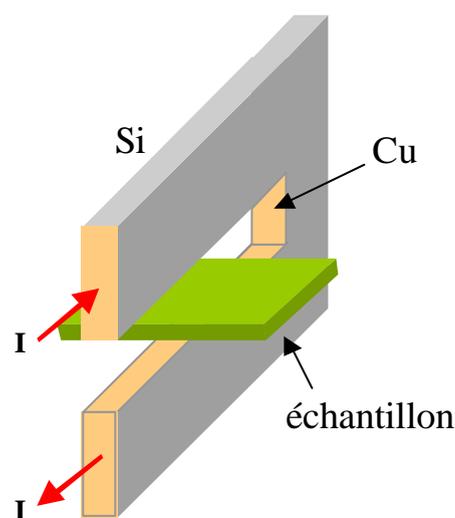


Figure 2.6 : Schéma simplifié de la bobine pour application de champ selon le plan de l'échantillon. Le support isolant pour le cuivre peut être en silicium ou époxy. Le dessous de l'échantillon est collé directement sur la bobine.

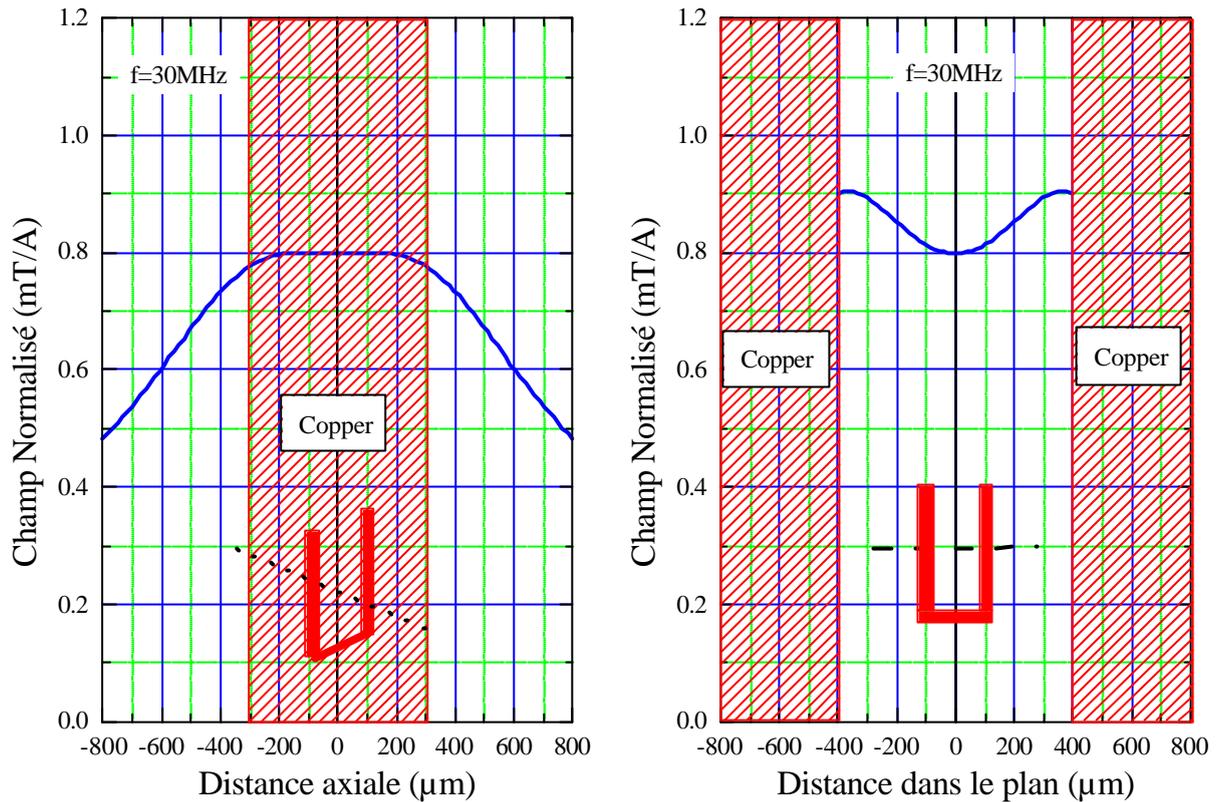


Figure 2.7: Distribution de champ magnétique (a) le long de l'axe central de la bobine; (b) transversalement dans le plan de la surface. L'effet de peau est pris en compte en considérant une fréquence de 30 MHz, qui est la composante harmonique principale d'une impulsion de champ standard (largeur à mi-hauteur ~30 ns)..

La Figure 2.7 montre la distribution de champ magnétique selon les dimensions principales de la bobine. À l'intérieur de la bobine, le champ magnétique est uniforme à 1% dans une région de $0,5 \times 3$ mm, si l'échantillon est mis à mi-hauteur entre les branches et perpendiculaire à la surface de la bobine.

Le montage de l'échantillon varie selon la technique de mesure adoptée. Pour l'effet Kerr/Faraday l'échantillon est monté à plat comme montré sur la Figure 2.8 (a). Dans ce cas le champ dans la région sondée reste assez uniforme. Pour la mesure avec rayons x durs en

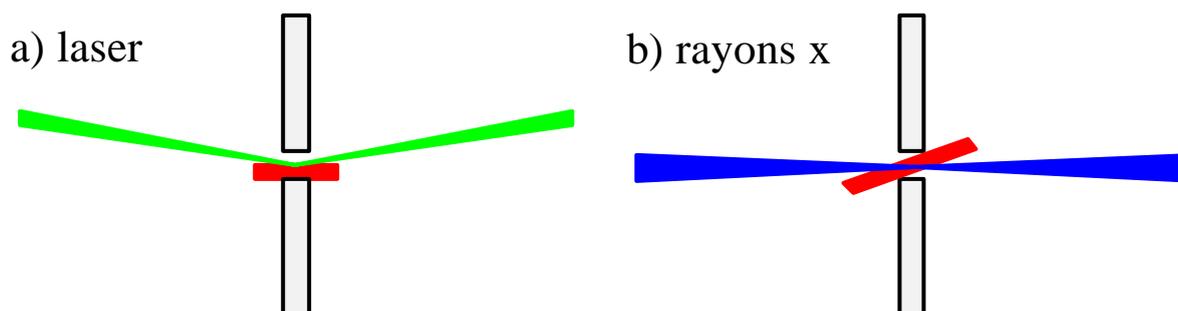


Figure 2.8 : Différents montages de l'échantillon selon technique de mesure utilisée: (a) effet Kerr/Faraday; (b) XMCD avec rayons x durs.

transmission (Figure 2.8 (b)), l'échantillon doit être incliné (entre 20° et 40°) par rapport au faisceau. Dans ce cas l'uniformité du champ est moins bonne que dans le cas précédent. Il est aussi possible de monter l'échantillon à plat et incliner le tout, mais dans ce cas l'ouverture effective de la bobine vue par les rayons x est réduite, étant zéro pour une inclinaison de 45°.

2.4. Sources de courant pulsées

Les sources de courant pulsé dans la gamme des nanosecondes sont assez répandues, en particulier dernièrement pour des applications concernant les diodes laser pulsés. Elles sont basées en majorité sur les transistors MOSFET de puissance (transistor à effet de champ) rapides (technologie sur silicium), permettant actuellement d'accéder à des temps de commutation de l'ordre de la nanoseconde. Il existe une grande variété de composants disponibles sur le marché avec la possibilité d'atteindre des pics de courant de centaines d'ampères. Des vitesses supérieures (dizaines de picosecondes) et des niveaux de courant de pic aussi importants peuvent être obtenus avec des transistors du type avalanche, néanmoins la puissance moyenne (ou le taux de répétition) est plus faible et le prix beaucoup plus élevé.

Le haut taux de répétition exigé pour les expériences pompe-sonde à l'ESRF (355 kHz) nous ont mené à choisir les sources basées sur MOSFETS. Quelques modèles commerciaux ont été essayés initialement mais les contraintes de taux de répétition, courant maximum et vitesse de commutation nous ont poussé à développer par nous-mêmes les sources de courant pulsées spécifiques à nos besoins

2.4.1. Considérations générales

La difficulté principale de la génération de brèves impulsions de haut courant dans une bobine vient de l'inductance associée au circuit, aux connexions et à la bobine elle-même, qui limitent la vitesse de variation du courant qui peut être exprimée par:

$$\frac{dI}{dt} = \frac{V}{L} \quad [2]$$

où V est la tension appliquée et L la self du circuit.

L'inductance des bobines pour l'application de champ perpendiculaire peut être négligée (<1 nH) car elle est très petite par rapport à celle des connexions et du circuit. L'inductance des bobines pour application de champs dans le plan est plus importante (~3 nH)

et ne peut pas être négligée dans l'analyse globale du circuit. Le circuit avec connexions présente une inductance de l'ordre de 10 à 15 nH. Des tensions de l'ordre de centaines de volts sont donc nécessaires pour obtenir des valeurs de dI/dt de quelques ampères par nanoseconde.

Les temps de commutation du MOSFET jouent aussi un rôle fondamental dans la définition de la vitesse de l'impulsion. Pour les composants disponibles commercialement ces temps sont en général supérieurs à 2 ns et dépendent aussi de la tension de sortie.

Une contrainte importante concernant l'utilisation des micro bobines à l'ESRF est la puissance dissipée par les éléments du circuit, qui doit être rapidement dégagée pour maintenir la température à des valeurs acceptables. Cette tâche n'est pas évidente, le circuit devant rester le plus compact possible pour minimiser les inductances et capacités parasites. La solution trouvée a été l'utilisation d'une plaque de circuit imprimé avec un substrat épais conducteur en aluminium. Ce dernier sert à la fois pour transférer efficacement la chaleur des composants vers l'élément de refroidissement aussi bien que comme plan de masse électrique pour le circuit. Avec un refroidissement à l'eau et une puissance dissipée de 7 W/cm^2 ($I_{\text{pulse}}=70 \text{ A}$, 30 ns, 355 kHz), la température des composants ne dépasse pas les 70°C .

2.4.2. Topologie du circuit

La source de courant pulsé ici proposée est essentiellement un élément commutateur (MOSFET) associé à une source de tension variable et des résistances qui définissent la valeur finale du courant. La Figure 2.9 montre le schéma simplifié de cet arrangement, dans une configuration bipolaire qui permet d'obtenir des impulsions positives et négatives décalées en temps par un délai variable. Ceci est assez utile pour la mesure de cycles d'hystérésis dynamiques. Le déclenchement est fait par un signal TTL qui définit aussi la largeur de l'impulsion (cependant la largeur maximum est limitée autour de 300 ns dans le but de protection du circuit et des micro bobines). Des sources unipolaires ont été aussi développées et présentent une dynamique plus rapide car les inductances et capacités parasites sont plus faibles.

Une topologie de circuit différente a été utilisée pour la génération des impulsions positives et négatives de façon à garder la même polarité des MOSFETS (type N, en général plus performant que le type P) aussi bien que celle de la source de tension (positive). Néanmoins les impulsions obtenues sont assez symétriques comme montré sur la Figure 2.10.

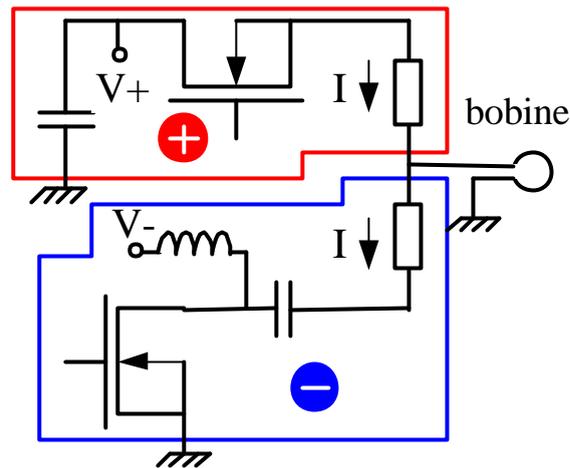


Figure 2.9 : Schéma simplifié de la source de courant pulsé bipolaire développé pour les micro bobines.

L'amplitude du courant pulsé de sortie est définie par la tension de l'alimentation continue aussi bien que par les résistances de sortie et la résistance équivalente des MOSFET. L'impédance de sortie varie selon le modèle, étant toujours inférieure à 3 ohms.

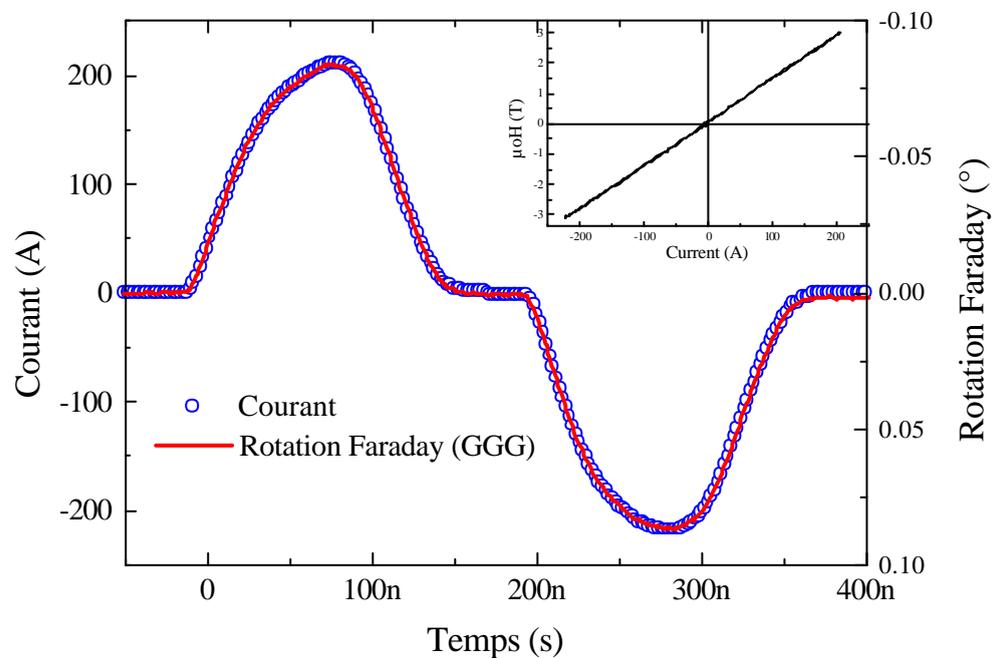


Figure 2.10 : Impulsion de courant de l'alimentation bipolaire sur une bobine 50 μm et la rotation Faraday correspondante mesurée sur un échantillon paramagnétique de GGG. L'encart montre plus clairement la bonne linéarité entre le courant mesuré et le champ à travers la réponse Faraday qui est linéaire avec le champ.

2.4.3. Mesure du courant de sortie

Une partie importante du circuit est la mesure du courant de sortie car celui-ci va être utilisé comme référence du champ produit par la bobine. Dans notre cas, les résistances de sortie sont utilisées dans ce but. De plus elles servent à limiter le courant maximum. Elles sont du type CMS (composant pour montage en surface) bien adaptées pour les hautes fréquences. Plusieurs résistances sont mises en parallèle pour arriver à la valeur désirable (entre 0,1 et 1 ohm selon le modèle) et augmenter la capacité de dissipation thermique. Un transformateur bande large est aussi utilisé pour ramener la référence de la mesure à la masse du circuit. Cela introduit des petites erreurs pour les impulsions plus larges (> 150 ns) dues à la limite inférieure de fréquence du transformateur. Dans ce cas une correction du signal peut être facilement faite à partir des données numériques en connaissant la constante de temps du transformateur.

Le courant est donc obtenu à partir de la mesure de tension sur les résistances. La Figure 2.10 montre clairement que la mesure de courant faite de cette façon est très fidèle au champ produit par la bobine. Néanmoins la valeur absolue du champ reste fonction de la bobine utilisée.

2.4.4. Modèles développés

Plusieurs types de sources de courant pulsées ont été développés ce qui permet de couvrir une gamme de champs allant de quelques mT à une dizaine de T avec des largeurs d'impulsion allant de quelques ns à des centaines de ns. Les modèles unipolaires sont intrinsèquement plus rapides tandis que les bipolaires permettent d'enregistrer facilement des cycles d'hystérésis dynamiques. Quatre modèles principaux seront présentés ici.

2.4.4.1. *Modèle unipolaire 1 :*

Développé spécialement pour l'utilisation à la fréquence de répétition de l'ESRF, sur la ligne ID24. Ses caractéristiques principales sont:

Courant maximum:	100 A (30 ns, 355 kHz, refroidissement à l'eau) 170 A (200ns, 1 kHz, refroidissement à l'air)
Tension maximum:	200 V
Temps de montée (10-90%):	15 ns (micro bobine 50 μ m)
Temps de descente (90-10%):	10 ns (micro bobine 50 μ m)
Mesure de courant:	10 mV/A (50 Ω)

Une impulsion typique est montrée dans la Figure 2.11 (a).

2.4.4.2. *Modèle unipolaire 2 :*

Développé spécialement pour l'utilisation à la fréquence de répétition de l'ESRF, sur la ligne ID12B. Ses caractéristiques principales sont:

Courant maximum:	30 A (30 ns, 355 kHz, refroidissement à l'eau) 60 A (100ns, 1 kHz, refroidissement à l'air)
Tension maximum:	160 V
Temps de montée (10-90%):	8 ns (micro bobine 50 μm)
Temps de descente (90-10%):	6 ns (micro bobine 50 μm)
Mesure de courant:	20 mV/A (50 Ω)

Deux impulsions typiques sont montrées dans la Figure 2.11 (b).

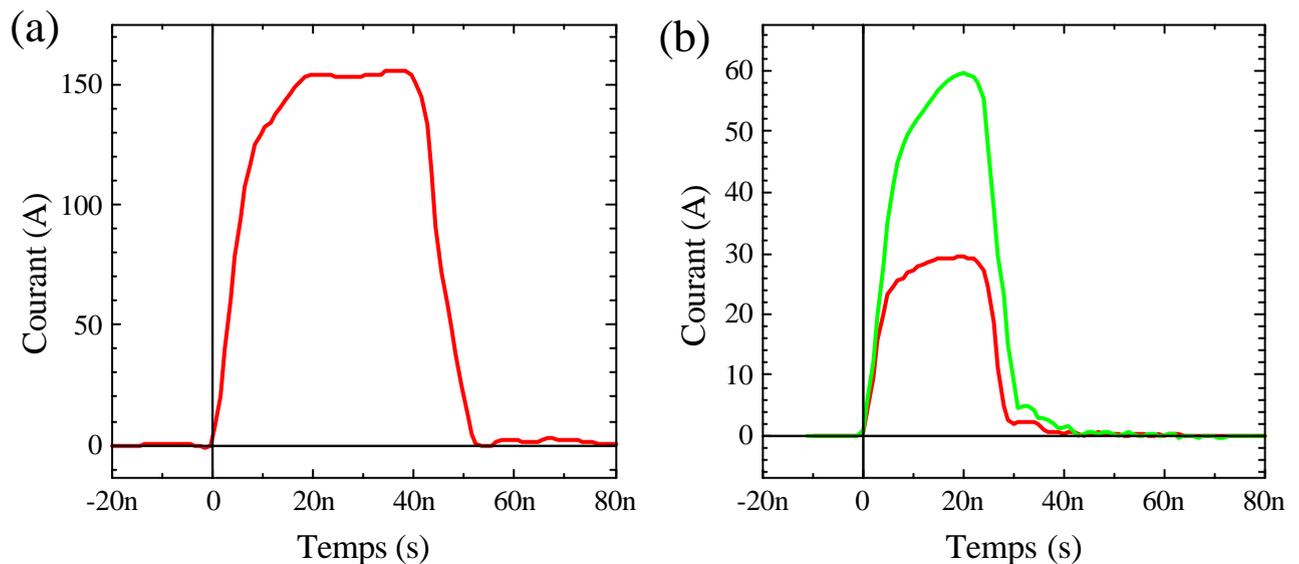


Figure 2.11 : Impulsions de courant des sources unipolaires: (a) modèle 1; (b) modèle 2.

2.4.4.3. *Modèle bipolaire 1*

Développé principalement pour l'utilisation en effet Kerr avec faible taux de répétition mais à faible courant, peut aussi être utilisée à la fréquence de répétition de l'ESRF. Ses caractéristiques principales sont:

Courant maximum:	20 A (40 ns, 355 kHz, refroidissement à l'eau) 200A (100ns, 1 kHz, refroidissement à l'air)
Tension maximum:	200 V
Temps de montée (10-90%):	60 ns (micro bobine 50 μ m)
Temps de descente (90-10%):	50 ns (micro bobine 50 μ m)
Mesure de courant:	10 mV/A (50 Ω)

Une impulsion typique est montrée dans la Figure 2.10.

2.4.4.4. *Modèle bipolaire 2*

Développé essentiellement pour l'utilisation en effet Kerr avec faible taux de répétition. Ses caractéristiques principales sont:

Courant maximum:	750 A (150 ns, 500 Hz, refroidissement à l'air)
Tension maximum:	200 V
Temps de montée (10-90%):	80 ns (micro bobine 50 μ m)
Temps de descente (90-10%):	60 ns (micro bobine 50 μ m)
Mesure de courant:	5 mV/A (50 Ω)

L'impulsion typique est montrée dans la Figure 2.12.

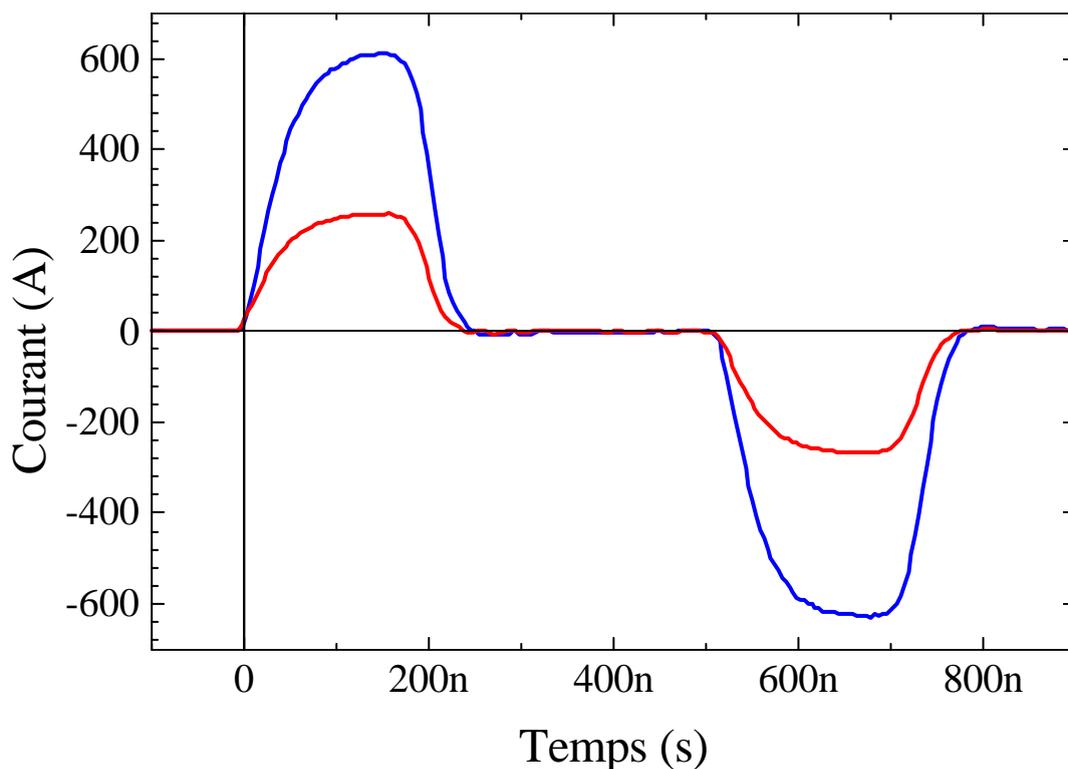


Figure 2.12 : Impulsions de courant pour la source bipolaire 750 A.

2.5. Consignes d'utilisation des sources de courant pulsé

Les mesures de renversement d'aimantation faites avec les sources unipolaires exigent normalement la présence d'un champ de polarisation opposé à celui produit par la micro bobine (Figure 2.13). En général plusieurs milliers d'impulsions sont nécessaires pour obtenir une bonne statistique. La reproductibilité de la mesure n'est garantie que si l'état magnétique du départ est bien défini avant chaque impulsion (en général l'état saturé). Sans champ de polarisation opposé aux impulsions, l'aimantation d'un échantillon avec rémanence va rester saturée et alignée indéfiniment avec le champ pulsé car il n'y a pas un champ externe capable de ramener l'aimantation vers l'autre état. En outre, les mesures de constante de temps de renversement sont plus précises si elles sont évaluées à partir de ce champ statique qui peut être mieux défini et plus stable que le champ pulsé qui n'est jamais un créneau parfait. Ce champ de polarisation peut être obtenu avec des aimants permanents ou un électroaimant de dimensions en général beaucoup plus importantes que celles de la micro bobine. De ce fait, le champ statique appliqué est beaucoup plus uniforme sur tout l'échantillon que le champ dynamique. Ceci doit être pris en compte dans certaines analyses de renversement d'aimantation particulièrement liées à la propagation de parois de domaine.

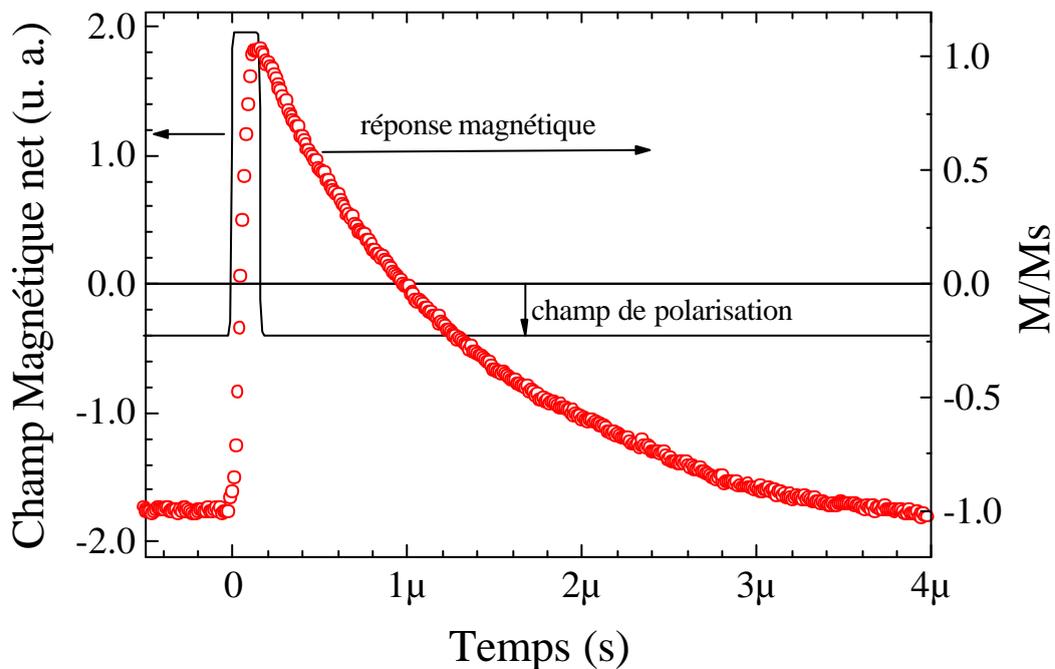


Figure 2.13 : Exemple de mesure du temps de renversement d'une multicouche de TbFe par effet Faraday à l'aide du champ magnétique de polarisation.

Malgré les temps de montée / descente relativement longs des sources de courant présentées ici (plusieurs nanosecondes), l'amplitude du champ appliqué peut être beaucoup plus importante que le champ coercitif du matériau mesuré. De ce fait le renversement de l'aimantation peut se produire bien avant que l'impulsion de champ n'atteigne son maximum, donc le temps de montée effectif de l'aimantation est inférieur à celui nécessaire pour atteindre le champ maximum : des temps de renversement de l'aimantation plus courts que ceux de montée / descente de l'impulsion peuvent être obtenus. Par exemple, en utilisant la source de courant unipolaire avec une bobine qui fournit un champ de 30mT avec un temps de montée de 8 ns, des temps de renversements mesurés sur une couche de FeNi sont de l'ordre de 1 ns (voire chapitre 4, Figure 4.25).

2.6. Conclusions¹⁰

Nous avons développé des micro bobines ainsi que des sources de courant pulsées permettant des mesures de la dynamique de l'aimantation sur une grande variété d'échantillons magnétiques sous la forme de couches minces, avec le champ pulsé appliqué parallèlement ou perpendiculairement au plan de la couche.

Quelques limitations:

- les échantillons sous forme de poudre : la technique de mesure magnéto-optique employée exige soit une surface polie et réfléchissante (Kerr) soit un milieu transparent et continu (Faraday).
- les couches déposées sur de substrats conducteurs : les courants de Foucault qui se développeraient dans le substrat auraient un effet de neutraliser le champ pulsé.
- la taille de l'échantillon : le champ créé par les micro bobines n'est uniforme que sur une petite dimension selon sa géométrie.

Toutefois la plupart des systèmes magnétiques actuels où une étude de la dynamique de retournement de l'aimantation est intéressante sont sous la forme de couches minces, multicouches ou nanostructures déposées sur des substrats isolants ou semi-conducteurs.

2.7. Références

-
- ¹ A. Kolk, L. Douglas and G. Schrader; J. Appl. Phys. **33**, 1061 (1962).
- ² D. A. Meier and A. J. Kolk, Office of Naval Res. Symp. On Large Capacity Memory Tech For Computing Syst.(1961).
- ³ D. Weller and A. Moser, IEEE Trans. on Mag., **35**, 4423 (1999)
- ⁴ R. H. Koch *et al.*, Phys. Rev. Lett., **81**, 4512 (1998).
- ⁵ M. R. Freeman, Phys. Rev. Lett., **69**, 1691 (1992).
- ⁶ L. He *et al.*, J. Magn. Magn. Mater., **155**, 6, (1996)
- ⁷ S. M. Stinnett *et al.*, IEEE Trans. on Mag., **34**, 1828 (1998)
- ⁸ H. C. Siegmann *et al.*, J. Magn. Magn. Mater., **151**, L8 (1995)
- ⁹ E. M. Purcell, "Electricity and Magnetism", Berkley Phys. Course, vol. 2 (1965).
- ¹⁰ K. Mackay, M. Bonfim, D. Givord, A. Fontaine, J. Appl. Phys., **87**, 1996 (2000).

3. Champs Forts

3.1. Introduction

Depuis les champs magnétiques pulsés de Kaitpza en 1924,¹ il y a eu un effort continu pour produire des champs de plus en plus élevés. Un certain nombre de grandes installations existent dans le monde entier consacrées à produire des champs au-dessus de 40 T en utilisant des techniques s'étendant de la décharge de condensateurs aux bobines implosives. Cet effort est conduit en grande partie par les physiciens qui nécessitent des champs magnétiques toujours plus grands pour la recherche sur les propriétés physiques fondamentales des matériaux. Même si les champs magnétiques pulsés se présentent moins coûteux que les continus, ils exigent encore une grande consommation d'énergie aussi bien qu'un grand investissement en équipement.

Alors que la majeure partie de l'effort des chercheurs est orientée vers la génération de champs élevées de longue durée d'impulsion, nous avons proposé l'utilisation de micro bobines comme approche alternative à la génération de grands champs magnétiques de courte durée d'impulsion. L'énergie magnétostatique stockée dans une bobine est proportionnelle à son volume. En réduisant simplement les dimensions de la bobine de l'échelle du centimètre (les plus petites actuellement utilisées) à l'échelle de dizaines de micromètres (nos bobines) nous pouvons diviser l'énergie magnétostatique nécessaire par un facteur de 10^9 ! Jusqu'ici, le travail effectué sur de petites bobines a été limité à la production des champs magnétiques relativement bas (quelques centaines de mT). Freeman et collaborateurs² ont employé des bobines micrométriques avec des techniques de lasers femtoseconde pour faire des mesures magnétiques sur l'échelle de temps de la picoseconde. D'autres³ ont employé de petites bobines pour étudier le processus d'aimantation de matériaux magnétiques doux. Récemment, des bobines micrométriques ont été employées pour produire des gradients élevés de champ magnétique pour le contrôle d'un faisceau d'ions.⁴

Le but de ce travail a été de produire des champs magnétiques élevés pour des applications à la science des matériaux. Les avantages des micro bobines sont leur simplicité, le bas coût et la faible consommation d'énergie.

3.2. Praticabilité

3.2.1. Courant et largeur de l'impulsion

Afin d'évaluer la praticabilité de la génération de champs élevés dans des micro bobines, dans une première approche des calculs ont été faits sur une bobine plate de cuivre ayant un diamètre intérieur de 50 μ m et un diamètre extérieur 150 μ m avec une épaisseur de 10 millimètres. Le champ magnétique au centre d'une bobine portant une distribution de courant uniforme, peut être exprimé comme:

$$B = \frac{\mu_0 I}{r_i} \frac{F(\mathbf{a}, \mathbf{b})}{2(\mathbf{a} - 1)\mathbf{b}} \quad (1)$$

où :

$$F(\alpha, \beta) = \beta \ln \frac{\alpha^2 + \sqrt{\alpha^2 + \beta^2}}{1 + \sqrt{1 + \beta^2}} \quad (2)$$

Le coefficient F^5 est une fonction géométrique des dimensions de la bobine, avec $\alpha = r_o/r_i$ et $\beta = d/2r_i$, r_i et r_o étant les rayons intérieur et extérieur respectivement et d l'épaisseur de la bobine. *Afin de produire un champ de 50 T, un courant de 4000A est donc nécessaire.* Évidemment une bobine de cette taille ne peut porter un tel courant sans interruption. La durée maximum de l'impulsion peut être déterminée par le chauffage adiabatique de la bobine à la température maximum permise. Celle-ci peut être obtenue à partir de:

$$\int_0^{\Delta t} P dt = \int_{T_0}^{T_f} C_p M dT \quad (3)$$

où P est la puissance déposée dans la bobine dû à l'échauffement de Joule, T_0 est la température initiale, T_f la température finale, C_p la capacité de chaleur spécifique et M la masse de la bobine. Si r_i et r_o sont peu différents, P peut être exprimé en tant que $P = I^2 \rho 2\pi r / (r_o - r_i) d$, où I est le courant, ρ est la résistivité et le $r = (r_i + r_o)/2$. L'expression ci-dessus peut être exprimée en termes de champ magnétique comme:

$$\int_0^{\Delta t} B^2 dt = \mu_0^2 r_i F^2(\alpha, \beta) D \int_{T_i}^{T_f} \frac{C_p}{\rho} dT \quad (4)^5$$

où D est la densité de la bobine. Prenant une forme d'impulsion unique $B(t)=B_0\sin(\omega t)$ avec $B_0=50T$ et $\omega=p/Dt$, ceci donne $Dt = 30ns$ si nous permettons d'atteindre la température de fusion du Cu mais de ne pas fondre. Ainsi les impulsions sont nécessairement très courtes. De telles impulsions actuelles courtes de 30 ns sont faisables car l'inductance d'une telle bobine est calculée pour être seulement 1,4 nH.

À de telles échelles de temps courts, il est nécessaire d'évaluer la distribution non uniforme de courant dans le matériau, ce qui est pris en compte par les effets de l'épaisseur de peau⁶, définie par $d=(2\eta/\omega\mu)^{1/2}$, où η et μ sont respectivement la résistivité et la perméabilité du matériau, ω est la fréquence du signal électrique. L'épaisseur de peau pour les impulsions de 30 ns en Cu à la température ambiante est 16 μm . Au fur et à mesure que la température augmente pendant l'impulsion, due à l'échauffement de Joule, la résistivité augmente et ainsi l'épaisseur de peau. Cet aspect est considéré plus en détail dans la référence 7, mais il n'affecte pas sensiblement les conclusions de la présente discussion dans laquelle la distribution de courant est supposée être uniforme. En raison de l'épaisseur de peau, le courant est concentré davantage au rayon intérieur de la bobine ce qui résulte en un champ magnétique légèrement plus élevé au centre.

3.2.2. La pression magnétique et l'effort mécanique

La prochaine question abordée est celle de l'effort mécanique sur la bobine dû à la pression magnétique, $B^2/2\mu_0$. Ce champ de 50 T crée une pression de 1GPa appliquée au bord intérieur de la bobine. Avec une bobine sous la forme d'un cylindre, l'effort tangentiel atteint 1,2 GPa sur le bord intérieur, beaucoup plus grand que la résistance à la traction du cuivre ($\gg 200 MPa$). Ceci constitue une autre raison pour laquelle un champ statique de 50 T ne pourrait pas être produit par cette bobine. Pour une impulsion courte de demi période τ , le champ maximum peut, cependant, être augmenté d'un facteur τ_m/τ , où τ_m est la période mécanique caractéristique de la bobine, donné par: $\tau_m = A(r_i+r_o)/2\sqrt{D/Y}$, où A est une constante entre 2π et 4, D est la masse volumique du matériau et Y est le module de Young^{11, 13}. Dans le cas présent, τ_m s'avère 80ns. Avec $t = 30ns$, le champ maximum qui peut être produit en profitant de l'inertie mécanique de la bobine est de 53 T. Ce champ plus grand que

50 T, est trop près des limites thermiques et mécaniques pour une utilisation fiable. Il est possible, cependant, d'augmenter la période mécanique de la bobine en ajoutant de la masse supplémentaire à l'extérieur de la bobine. En outre, la bobine étant fixée à son substrat fait augmenter encore plus son inertie mécanique.

Une approche alternative pour évaluer la résistance mécanique de la bobine aux impulsions très courtes et à très haute pression, est de calculer tout le déplacement de la bobine pendant l'impulsion. Pour ceci, la bobine est traitée comme un "fluide incompressible" sous l'influence de la pression magnétique. Afin de conserver la masse de la bobine, la vitesse d'expansion à son intérieur, v_i , est liée à celle à l'extérieur, v_o , par $v_i = v_o r_o/r_i$. La conservation de la quantité de mouvement à travers la bobine donne: $v(r, t)=K(t)/r$. Le moment p , donné à la bobine pendant l'impulsion dont la durée $\tau=\pi/\omega$ peut être écrit comme:

$$p = \int_0^{\tau} F(t') dt' = \frac{2\pi d r_i}{2\mu_o} \int_0^{\tau} B_0^2 \sin^2(\omega t') dt' \quad (5)$$

où:

$$F(t) = 2\pi D d \int r a(r, t) dr = 2\pi D d \int_{r_i}^{r_o} \frac{dK}{dt} dr = 2\pi D d [r_o - r_i] \frac{dK}{dt} \quad (6)$$

où $a(r, t)$ est l'accélération.

Ceci donne cela après le temps t :

$$v(r) = \frac{1}{2\mu_o D} \frac{B_o^2}{(r_o - r_i)} \left(\frac{r_i}{r} \right) \frac{t}{2} \quad (7)$$

et le déplacement δ , au rayon intérieur est:

$$\delta(t) = \frac{1}{[r_o - r_i] 2D\mu_o} \left[\frac{t^2}{4} \right] \quad (8)$$

Ainsi pour $B_0=50\text{ T}$ et $t = 30\text{ ns}$, la vitesse intérieure est 34 m/s et son déplacement, $d= 0.5\ \mu\text{m}$. Cependant en augmentant le rayon externe de la bobine, le déplacement d peut être réduit. Tout étant pris en compte, il s'avère que la génération d'un champ de 50 T avec des micro bobines peut être possible. La structure générale et la fabrication des bobines sont décrites dans la prochaine section.

3.3. Micro bobines: Structure générale et leur fabrication

Les progrès des techniques de micromécanique modernes permettent de faire des pièces microscopiques précises en grand nombre, à bas prix et haute fiabilité. Nous avons choisi d'employer ces techniques pour démontrer le principe de la génération de champs élevés en utilisant des micro bobines monotour. La conception de la bobine est schématiquement montrée dans la Figure 3.1. Le diamètre intérieur de $50\ \mu\text{m}$ est celui de la bobine modèle examiné dans 2. Le diamètre extérieur total est très grand (5mm) avec des fentes placées radialement dans le cuivre pour ramener le diamètre extérieur pertinent pour le

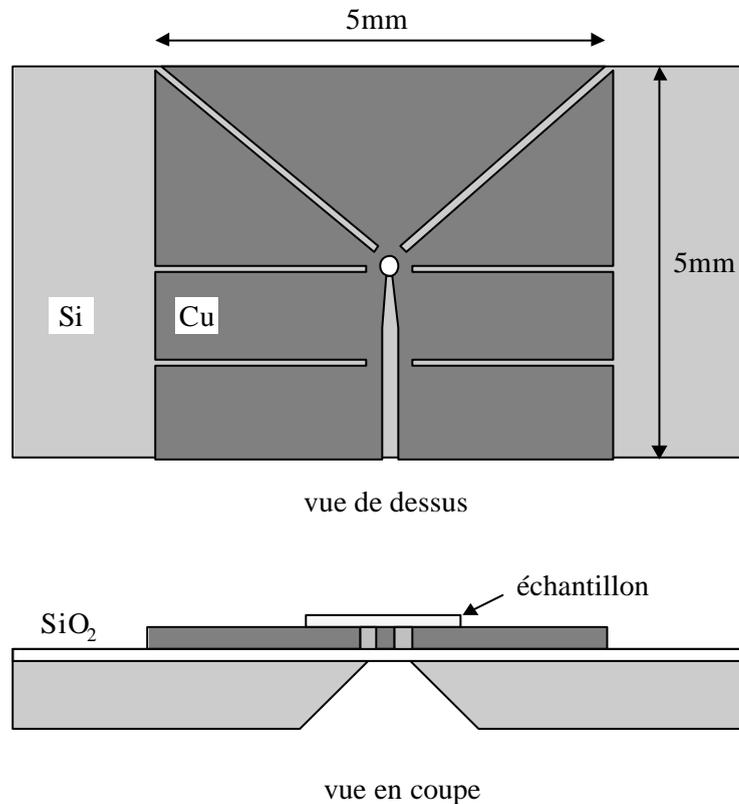


Figure 3.1 : Schéma de la micro bobine de Cu sur substrat de Si avec couche d'isolation en SiO_2 .

courant à 150 μm , aussi conforme à la bobine modèle. Le reste du cuivre agit en tant que masse pour augmenter l'inertie mécanique et également aide à dissiper la chaleur entre les impulsions. En outre, la surface relativement grande améliore l'adhérence de la bobine au substrat. Le silicium a été choisi comme substrat car la plupart des techniques actuelles de micromécanique sont développées autour de ce matériau. Le dépôt électrolytique de Cu est aussi bien maîtrisé pouvant atteindre des épaisseurs assez importantes (dizaines de μm). En outre, le silicium est un radiateur relativement bon pour les bobines et l'adhérence du cuivre sur le silicium oxydé est tout à fait bonne.

L'orifice dans le substrat de Si au centre de la bobine permet des mesures optiques en transmission (effet Faraday) pour des matériaux transparents ou couches très minces. La couche de SiO_2 entre le cuivre et le substrat de Si sert à la fois comme isolant électrique transparent et comme support pour éventuellement déposer l'échantillon directement sur la fenêtre sous la bobine.

Les étapes de fabrication sont les suivantes. Premièrement le substrat de silicium est oxydé des deux côtés pour donner une couche de SiO_2 de 3 à 5 μm d'épaisseur. Après photolithographie d'un carré de 700 μm X 700 μm sur le SiO_2 de la face arrière, le substrat de Si subit une gravure anisotrope avec du KOH, définissant une ouverture pyramidale avec une fenêtre de 100 μm X 100 μm sur la face avant du SiO_2 dans le substrat (Figure 3.2). Sur la face avant du substrat, une couche épaisse de résine photosensible est photo lithographiée avec le motif de la bobine, afin de laisser une ouverture avec la forme désirée. Celle-ci est

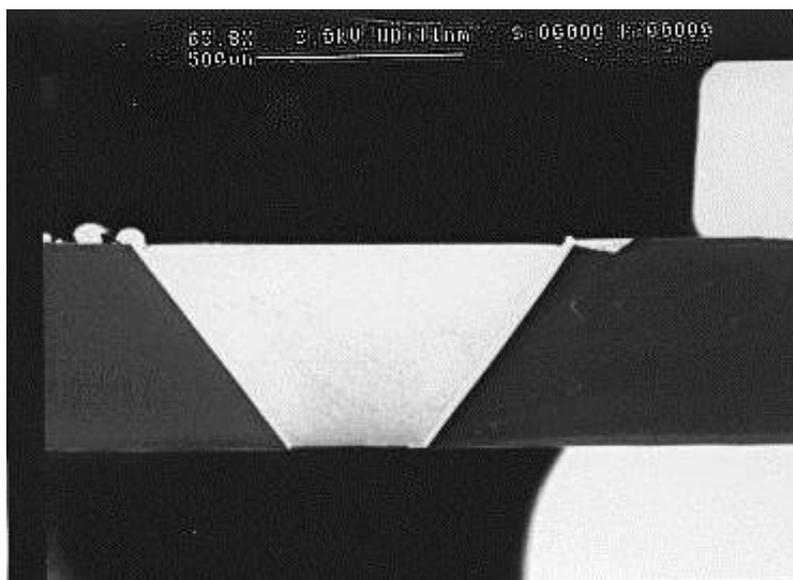


Figure 3.2 : Photo au microscope optique d'une coupe du substrat de Si qui montre la gravure anisotrope de l'ouverture pyramidale qui permettra les mesures optiques en transmission.

alors remplie par un dépôt électrolytique de Cu jusqu'à l'épaisseur désirée (dizaines de μm). Ce processus permet d'avoir des couches épaisses de Cu avec des parois presque verticales. Ensuite la résine est retirée et une fine couche de Si_3N_4 est déposée sur le Cu afin d'isoler électriquement l'échantillon de la bobine.

Une première série de bobines avec une épaisseur de Cu de $7\mu\text{m}$ et un diamètre extérieur de $150\mu\text{m}$ a été initialement fabriquée et testée. Ces bobines n'ont pas pu supporter de courants supérieurs à 1500A . Elles sont rapidement détruites par l'échauffement et par le grand effort mécanique. La deuxième série de bobines a une épaisseur de cuivre de $30\mu\text{m}$ et un diamètre mécanique extérieur de 5mm pour augmenter l'adhérence et l'inertie mécanique, permettant d'atteindre des niveaux plus élevés de courant sans dommages. Ce sont celles utilisées pour les expériences décrites dans la suite.

3.4. Circuit électrique

Similairement aux systèmes classiques de génération de champs pulsés, les micro bobines sont placées dans un circuit série du type RLC (résistance - inductance - capacitance), comprenant aussi un interrupteur rapide (Figure 3.3). Afin d'avoir une impulsion de 30ns , la partie réactive du circuit doit être telle que $\pi\sqrt{LC} \approx 30\text{ns}$. L'inductance L de la bobine avec ses contacts et amenés de courant a été déterminée expérimentalement et vaut approximativement 8nH . La valeur de la capacité a été donc choisie comme $C = 12\text{nF}$. Dans la pratique nous avons utilisé douze capacités céramiques de 1nF haute tension ($7,5\text{kV}$)

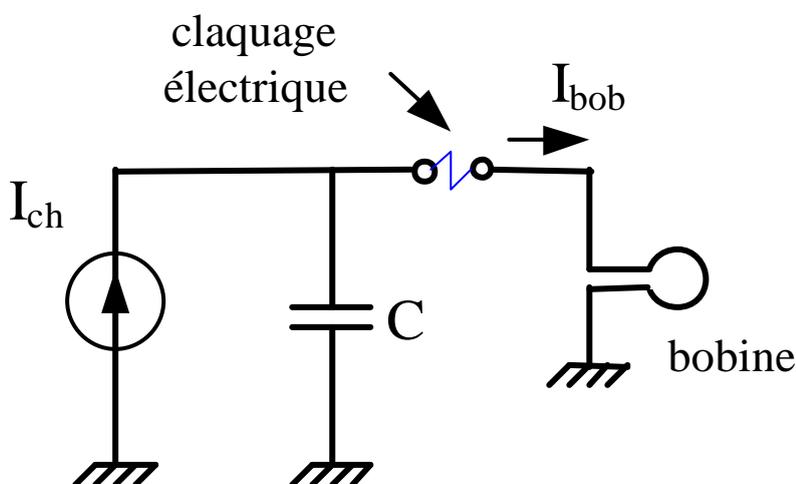


Figure 3.3 : Circuit électrique RLC équivalent. La résistance est plutôt définie par celle du plasma tandis que l'inductance vient plutôt des connexions entre la bobine et le banc de condensateurs.

reliées en parallèle entre deux plaques de cuivre pour maintenir l'inductance globale du circuit la plus basse possible. Le banc de capacités mesure 75 mm × 25 mm × 5 mm. La condition idéale pour avoir une impulsion d'amplitude maximum sans rebondissements dans un circuit RLC est la condition d'amortissement critique $R = 2\sqrt{L/C}$, qui donne dans le cas présent une résistance $R = 1,6 \Omega$. La résistance de la micro bobine elle-même est seulement 4 m Ω .

L'énergie nécessaire pour créer le champ magnétique va initialement être stockée dans les capacités. Comme interrupteur pour déclencher la décharge des capacités, nous avons choisi un claquage électrique. C'est une méthode classique et relativement simple, fréquemment utilisée dans les applications de haut courant, haute tension, faibles impédances. Elle s'adapte aussi bien aux applications de haute fréquence car les conditions pour la formation d'un plasma peuvent se produire assez rapidement ($\sim 10^{-9}$ s).⁷ De l'expression de Toepler,⁷ la résistance moyenne du plasma associé à un claquage électrique est $R = k l / Q$, où Q est la charge traversant le plasma, l est la distance entre les électrodes en centimètres et k est une constante qui vaut $0,8 \times 10^{-3}$ pour Ar à la pression atmosphérique. Une distance inter électrodes de 0,9 millimètres donnerait donc la résistance nécessaire pour l'amortissement critique. Nous avons choisi, cependant, de garder la distance inter électrodes plus petite pour réduire l'énergie nécessaire pour arriver à un même champ maximum, et ainsi la tension sur les condensateurs. Ceci donne un circuit légèrement sous amorti mais un courant de pic plus élevé.

Les électrodes sont faites de deux petites lames en cuivre 3 mm de large, séparées par 0,3 à 0,5 mm placées dans une petite enceinte. Un mélange d'Ar et de SF₆ est introduit dans l'enceinte de façon à pouvoir contrôler la tension de claquage et ainsi le courant dans la bobine. Cela permet aussi de s'affranchir des variations de l'air atmosphérique entre autre l'humidité. Les dommages de la décharge causés sur les électrodes de cuivre peuvent être négligés à court terme car la distance inter électrodes est relativement grande.

L'énergie fournie par le banc de condensateurs dans chaque impulsion est de l'ordre de 130 mJ pour un courant de pic de 3500A. Puisque le plasma donne la résistance principale du circuit, la majeure partie de l'énergie y est absorbée et nous calculons que seulement 1,2 mJ sont utilisés dans l'échauffement de Joule de la bobine. Bien que l'efficacité globale du système soit très basse, ceci a peu d'importance puisque la consommation totale d'énergie est très faible. Il vaut la peine de noter que le champ produit dans des conditions expérimentales identiques est assez reproductible (de l'ordre de $\pm 5\%$).

La décharge est lancée en chargeant les condensateurs jusqu'à la tension de claquage définie par la concentration relative d'Ar et de SF₆. La Figure 3.4 montre la tension sur les condensateurs avant et pendant la décharge pour les divers taux de SF₆ / Ar. L'encart montre le champ de claquage en fonction du taux de SF₆ / Ar, qui est en assez bon accord avec les valeurs publiées auparavant pour les champs de claquage dans SF₆ et Ar.⁸ Cette technique de déclenchement asynchrone assez simple et fiable permet de contrôler le courant dans la bobine, celui-ci étant ainsi proportionnel à la tension de charge des condensateurs. Cependant une certaine dispersion d'amplitude est observée en particulier pour les concentrations plus faibles de SF₆ car le champ de claquage devient plus susceptible aux variations de pression, température et éventuelles modifications des électrodes (particules, corrosion, érosion, etc).

On peut aussi contrôler, de manière synchronisée, la décharge des condensateurs par l'intermédiaire d'un rayon laser pulsé focalisé entre les deux électrodes, avec une concentration gazeuse telle que le claquage n'est pas atteint spontanément. La Figure 3.5

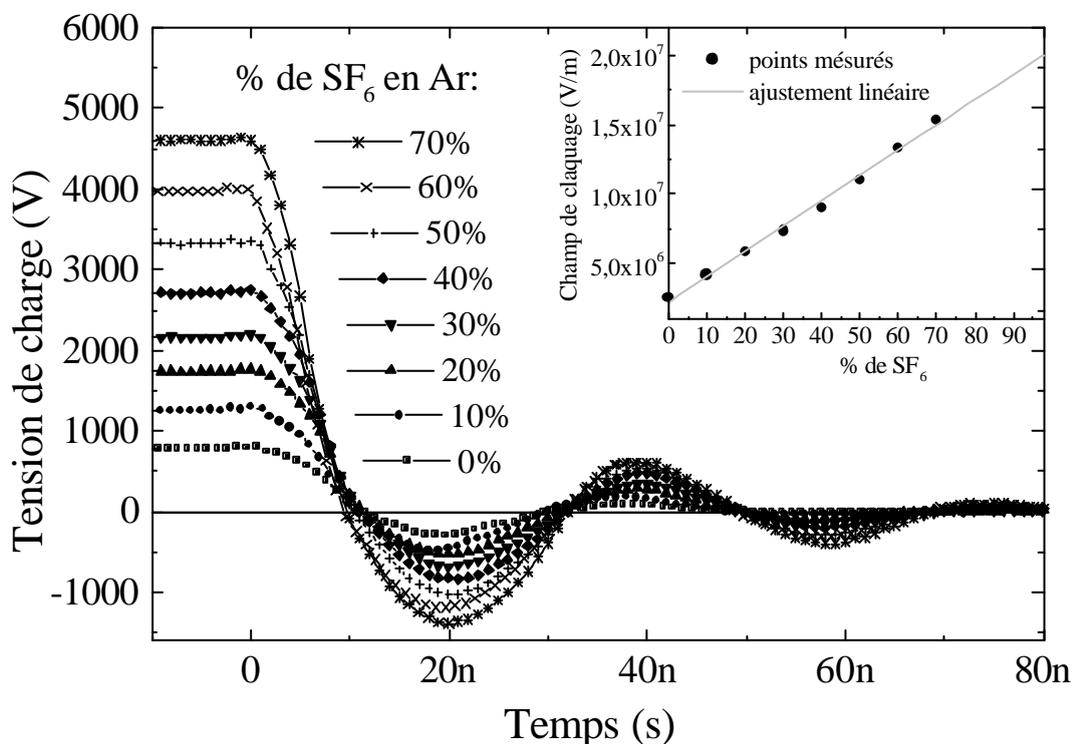


Figure 3.4 : Décharge du banc de condensateurs de 12 nF pour plusieurs concentration de SF₆ dans l'Ar. L'encart montre le champ de claquage en fonction du pourcentage de SF₆ ainsi que l'ajustement par une droite.

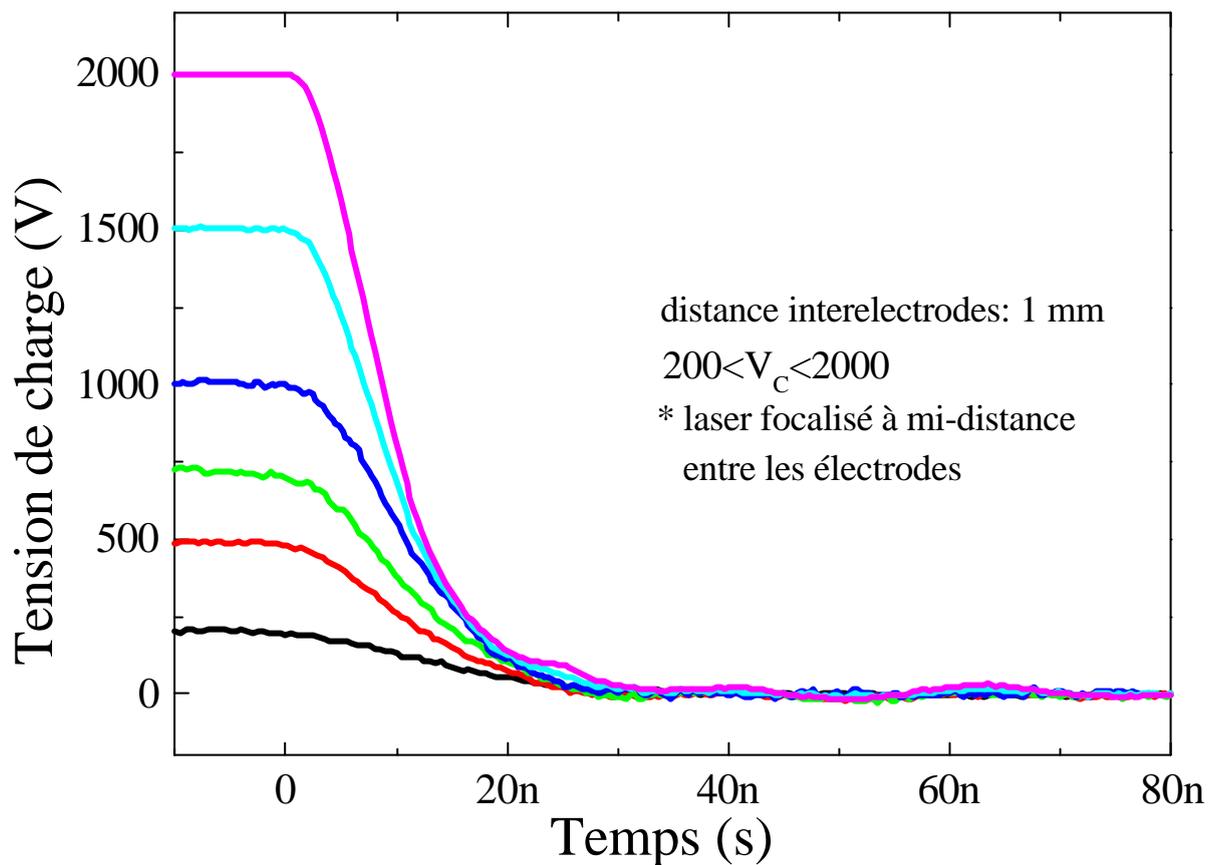


Figure 3.5: Claquage induit par laser pulsé de Nd:YAG focalisé entre les électrodes. La puissance du faisceau laser est constante tandis que la tension de charge des capacités varie de 200 à 2000 V.

montre la décharge des condensateurs après avoir été chargés à une tension donnée (de 200V à 2000V), en utilisant comme déclenchement un laser Nd:YAG doublé en fréquence. La Figure 3.4 montre que le circuit de RLC équivalent est sous-amorti tandis que la Figure 3.5 illustre le cas sur-amorti. Les différences entre les circuits ci-dessus sont la distance inter électrodes et la nature du gaz (0,3mm et Ar/SF₆ pour la Figure 3.4, 1mm et de l'air pour la Figure 3.5). Ceci illustre l'importance de la résistance de claquage dans le comportement électrique final du circuit.

Le banc de condensateurs peut être rechargé rapidement donnant un taux de répétition de l'impulsion d'environ 1 hertz pour des courants de pic de 3500 A. Le cycle de charge- décharge se fait spontanément grâce au comportement non linéaire du claquage que lui confère une caractéristique d'oscillateur dent de scie (charge longue, décharge rapide). Le profil du courant a été mesuré par l'intermédiaire d'une bobine fixe placée à côté du chemin de retour du courant de la bobine.

Un profil typique de l'impulsion de courant est montré dans Figure 3.6. Ce profil est bien reproductible et est caractéristique d'un circuit RLC sous-amorti. La valeur de courant de pic a été obtenue à partir d'une analyse plus détaillée du circuit de RLC comprenant le comportement non linéaire de la résistance de claquage.

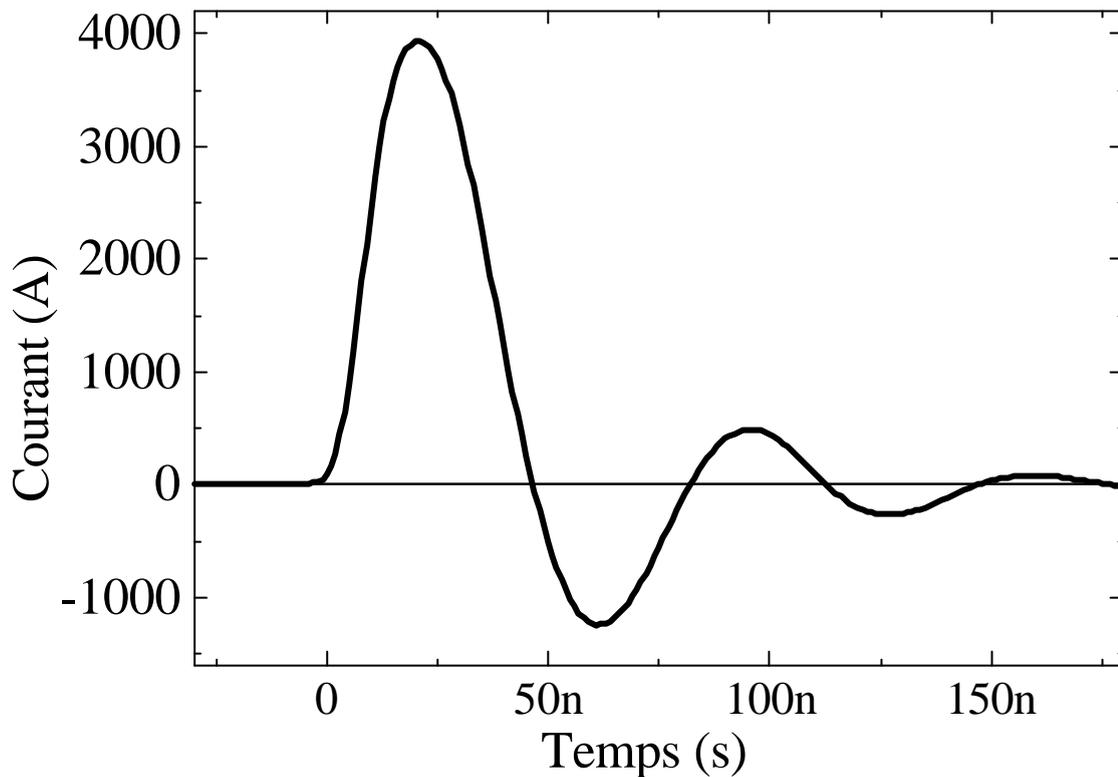


Figure 3.6 : Profil typique du courant dans la micro bibine avec le banc de condensateurs de 12 nF chargé à 5500V.

3.5. Technique de mesure

Le même banc optique utilisé pour les mesures Kerr/Faraday dynamiques (décrit plus en détail dans le chapitre IV) sert comme base pour les mesures en champ fort. Les différences essentielles sont le faible taux de répétition et les vibrations mécaniques qui sont plus importantes.

Pour les champs plus importants, le taux de répétition des impulsions est limité à environ 1 Hz dû aux limitations thermiques. Une statistique raisonnable du signal est obtenue avec un minimum de 500 impulsions de champ, ce qui signifie un temps total de mesure

d'environ 8 minutes. Dans ces conditions la résolution en termes de rotation du plan de polarisation de la lumière est estimée à 10^{-3} rad. Cependant, des temps de mesures plus longs sont indésirables car les sources de bruit à long terme (stabilité en température, par ex.) deviennent prédominantes dans le rapport S/N.

Une autre source de bruit importante dans les mesures en champ fort provient des vibrations mécaniques présentes pendant et après la décharge du banc de condensateurs. Les condensateurs céramiques sont eux-mêmes piézo-électriques et la micro bobine y est directement attaché le plus proche possible pour réduire les selfs du circuit. Les vibrations sont donc transmises à la bobine et arrivent quelques centaines de nanosecondes après le claquage, ce qui est cohérent avec la distance entre les condensateurs et la bobine (quelques millimètres). Ces vibrations arrivent un temps long après l'impulsion principale de champ et ne gênent pas la mesure puisque la même est effectuée dans une fenêtre de temps de 200 ns au maximum. Cependant, les vibrations provenant de l'expansion du cuivre de la micro bobine dues à la pression magnétique, arrivent au point de mesure sur l'échantillon quelques nanosecondes après le claquage, contribuant au signal magnéto-optique durant l'impulsion de champ. Toutefois l'amplitude de cette contribution n'est pas strictement constante. La mesure magnéto-optique devient d'autant plus bruyante que l'inhomogénéité latérale des propriétés optiques de l'échantillon est forte. Pour minimiser ce problème, l'échantillon doit être le plus uniforme possible, sans défauts optiques, de façon à ce qu'un déplacement de l'échantillon par rapport au faisceau laser n'induisse pas un changement de l'intensité de lumière transmise ou réfléchi.

Les vibrations provoquent aussi, pour les champs plus forts, la rupture de la fenêtre de SiO_2 située au centre de la bobine après quelques décharges, cause d'un bruit supplémentaire assez important et non reproductible. La solution trouvée pour ce problème est l'élimination locale de la fenêtre par attaque chimique du SiO_2 .

3.6. Résultats et caractérisation expérimentale du champ

Dans un premier temps, les bobines avec une couche de cuivre épaisse de $7\mu\text{m}$ et un diamètre extérieur de $150\mu\text{m}$ ont été fabriquées et testées. Ces bobines n'ont pas supporté des courants plus grands que 1500A, étant rapidement détruites par l'échauffement et par le grand effort mécanique associé à la faible masse et petite surface d'adhérence au substrat. La deuxième série de bobines a une épaisseur de cuivre de $30\mu\text{m}$ et un diamètre mécanique

extérieur de 5mm pour augmenter l'adhérence et la masse totale, permettant des niveaux plus élevés du courant sans dommage. Tous les résultats montrés ici ont été obtenus avec ce type de bobine.

Nous avons mesuré la rotation Faraday pour un certain nombre de matériaux paramagnétiques transparents aux champs magnétiques élevés produits par micro bobine : verre, grenat de gallium et gadolinium (GGG), grenat de gallium et praséodyme (PrGG) et silicium (10 μ m épais). Les résultats montrés dans la Figure 3.7 sont pour le PrGG, qui a une constante de Verdet de 0,078 °/T. La saturation pour ce matériau est atteinte pour des champs

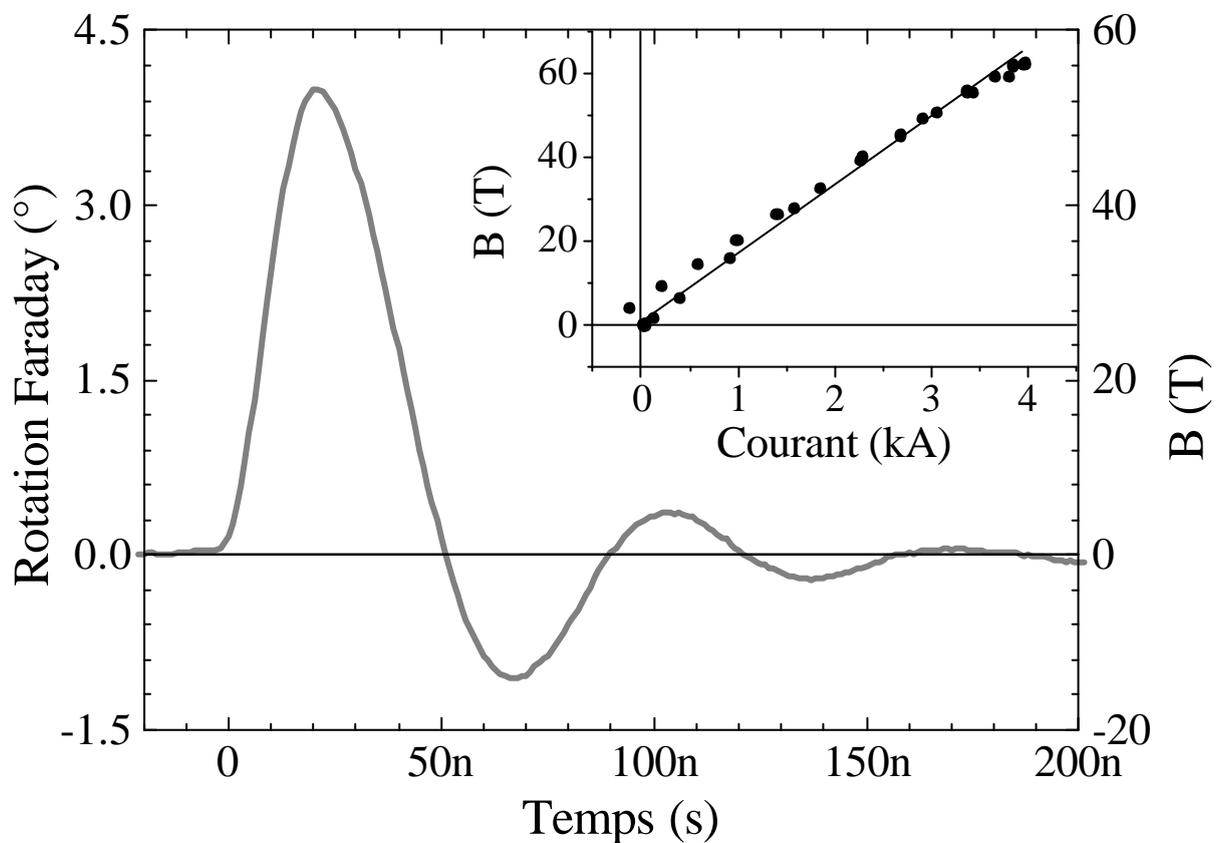


Figure 3.7 : Rotation Faraday mesurée pour le grenat de gallium et praséodyme (PrGG). L'encart montre la variation du champ magnétique (dédit de la rotation de Faraday) en fonction du courant.

supérieurs à 150 T à température ambiante, avec une non linéarité de moins que 1% à 50 T. Dans tous les cas les échantillons sont des tranches très minces du matériau (épaisseur de 50 μ m en moyenne), placées sur le dessus de la micro bobine. Les impulsions de courant sont répétées de 1 à 2 hertz. Les signaux montrés résultent d'une moyenne faite sur 10 minutes, c.-à-d. environ 600 impulsions.

Les courbes de $I(t)$ et de rotation(t) sont caractéristiques d'un circuit RLC sous-amorti. Le bruit présent est essentiellement attribué aux vibrations mécaniques qui affectent le signal optique. Celles-ci viennent de la bobine elle-même et de la décharge du banc de condensateurs qui est mécaniquement couplée à la bobine. Nous avons également mesuré la rotation Faraday pour les mêmes échantillons à des champs beaucoup plus faibles en utilisant des sources de courant à transistor MOSFET. Le champ produit par ces sources a été calibré en fonction du courant.⁹ Sachant que la rotation Faraday est proportionnelle à M , qui est linéaire avec B à travers tout l'intervalle de champ étudié, nous pouvons employer la rotation mesurée aux champs élevés pour calculer le champ magnétique sur la surface de l'échantillon. Ceci est une hypothèse raisonnable puisque tous les échantillons sont paramagnétiques, sans saturation de M pour les courbes à 300 K et des champs allant jusqu'à 50 T.¹⁰ L'échauffement du matériau isolant dû aux courants de Foucault est négligeable pendant l'impulsion de champ. À travers l'encart de la Figure 3.7 (B en fonction de I) nous voyons que seulement 3500A sont nécessaires pour produire 50T comparé au 4000A calculé dans (3) pour une distribution de courant uniforme, ceci étant dû à la concentration du courant dans l'épaisseur de peau, principalement dans le cercle intérieur de la bobine.

3.7. Discussion

Dans cette section nous discuterons les avantages et les inconvénients de notre système. Un avantage semble être la linéarité apparente du champ en fonction du courant. Ceci est attendu si la distribution du courant est constante pendant l'impulsion, cependant ce ne doit pas être le cas à cause de l'échauffement adiabatique du Cu réduisant de ce fait la pente B/I à mesure que I augmente. Ce comportement est souvent observé dans des bobines de champ pulsé.

3.2.3. L'échauffement et l'effet de peau

L'épaisseur de peau est d'autant plus grande que la température est élevée. Par conséquent le rayon équivalent de la bobine augmente ce qui doit réduire le champ créé à l'intérieur de la bobine. Pourquoi ceci ne se produit pas dans le cas présent ?

Quand l'épaisseur de peau est petite comparée à l'épaisseur du conducteur, l'échauffement par effet Joule devient essentiellement indépendant de la résistivité.¹¹ Ceci

n'affecte pas le courant maximum capable de passer dans le conducteur mais change la distribution de champ magnétique produit par un courant donné.

L'approche normalement utilisée pour une longue bobine, est de considérer la pénétration radiale du courant vers l'extérieur lorsque le cuivre est chauffé. Le champ produit au centre par unité de courant est réduit à mesure que le rayon pertinent augmente. Une estimation de cet effet peut être obtenue en calculant le champ d'une distribution de courant donnée par $j(r)=j_0\exp(-r/\delta(T))$. En outre, seulement l'épaisseur électrique de peau est chauffée pendant l'impulsion de courant car l'épaisseur de peau thermique est 15 fois plus petite que celle électrique.¹² Le champ B calculé à $z=d/2$ (c.-à-d. à la surface supérieure de la bobine sur l'axe z) est illustrée dans la Figure 3.8 pour une pénétration radiale de flux due à l'élévation de la température. Cet effet est seulement visible pour les champs supérieurs à 25 T. La distribution correspondante de la densité de courant est montrée dans l'encart (a). Il est clair dans la Figure 3.8 que le champ mesuré est plus grand que celui obtenu à partir de la distribution uniforme de courant.

Ce modèle de distribution de courant ignore les effets de bord qui sont importants dans le cas présent de la bobine "plate". Une distribution de la densité de courant plus réaliste est montrée dans l'encart (b) de la Figure 3.8. Pour estimer B(I) dans ce cas-ci, compte tenu des effets thermiques, une distribution où le courant passe dans une épaisseur de peau autour de la section transversale de la bobine a été initialement imposée, avec une densité de courant qui tombe comme $1/r^n$, c.-à-d., $j(r)=j_0\exp(-\Gamma/\delta(T))/r^n$ où Γ est la distance à partir du bord plus proche. Le terme $1/r^n$ rend compte du changement d'impédance en fonction du rayon (principalement inductif qui tend aussi à concentrer le courant à l'intérieur). Les résultats ne varient pas rapidement avec la valeur de n pour $1<n<2.5$. Ceux montrés ici sont pour $n=2$.

L'élévation de la température est calculée à chaque pas de temps et ainsi la nouvelle épaisseur de peau et la nouvelle distribution de courant sont obtenues. Ceci peut être observé dans l'encart (b) de la Figure 3.8. La courbe de B(I) calculée ainsi à $z=d/2$ (Figure 3.7) est encore presque linéaire avec I, en accord avec l'expérience. Pour le Cu à 300K avec des impulsions de 20 MHz, une grande partie du courant passe par les surfaces supérieure et inférieure de la bobine, donnant moins de champ au centre. Comme la température s'élève, et ainsi l'épaisseur de peau, le courant pénètre plus à l'intérieur du Cu, compensant l'augmentation du rayon équivalent. À 1300 K, près de la température de fusion du Cu, l'épaisseur de peau est donc de 34 μm et la distribution de courant devient presque uniforme. À partir de la Figure 3.8, nous calculons que le champ produit par cette distribution sur l'axe

de la bobine à $z=d/2$ est de $13,3 \text{ mT/A}$, en accord raisonnable avec le résultat mesuré à température ambiante de $14 \pm 0,8 \text{ mT/A}$.

3.2.4. Mesure du champ B

Un autre aspect important est la mesure réelle de B. La Figure 3.9 montre le champ magnétique calculé à partir de la simulation le long de l'axe z, pour une bobine avec le diamètre intérieur de $50 \mu\text{m}$ et une épaisseur de $30 \mu\text{m}$, à la température ambiante et à 1300K . Le champ n'est pas homogène dans tout un échantillon épais de $50 \mu\text{m}$ et la distribution de

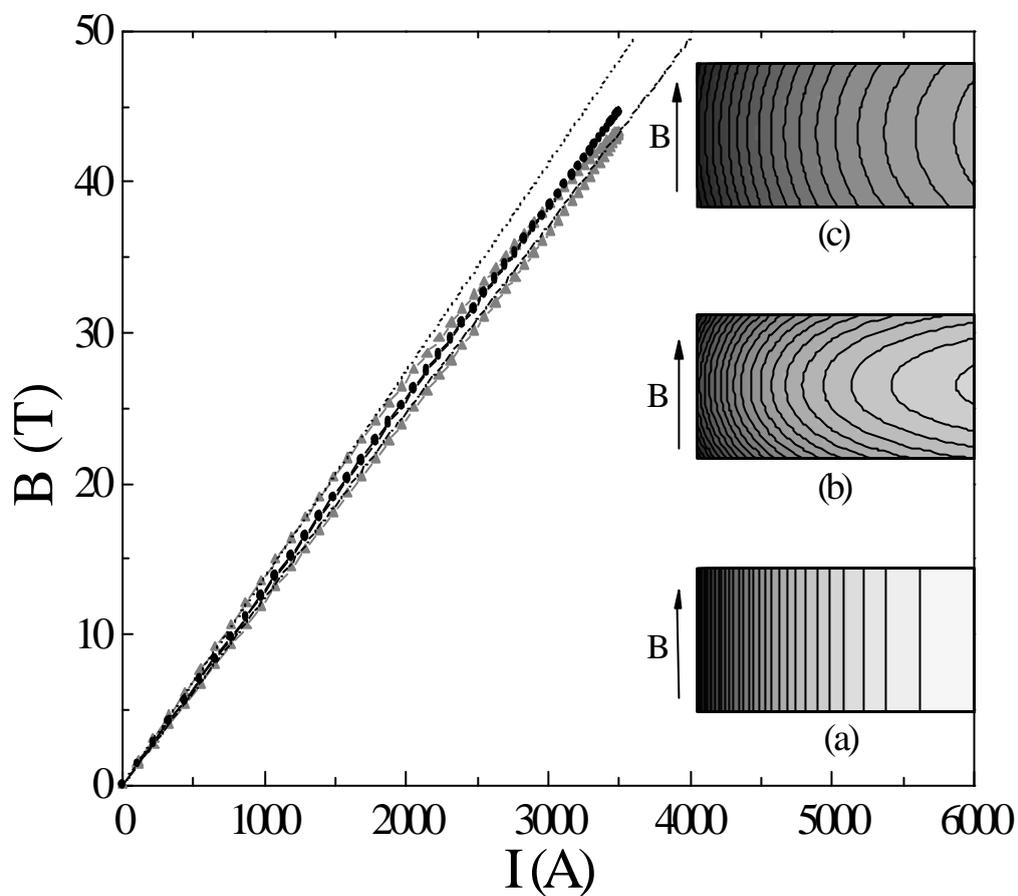


Figure 3.8 : Champ magnétique B calculé en fonction de I sur l'axe z de la bobine à $z=d/2$, tenant compte de la diffusion du flux 1D (cercles et schéma (a)) et de la diffusion de flux avec des effets de bord (triangles). La ligne pointillée est le champ produit par un courant dans une épaisseur de peau fixe (aucun effet de la température). La ligne point-trait représente une distribution de courant uniforme. Les encarts montrent les différentes distributions de densité de courant dans la section transversale de la bobine. L'échelle en niveaux de gris représente les densités de courant allant du noir pour les plus élevées au blanc pour la densité de courant nulle. (a) pénétration radiale seulement, c.-à-d.: $j(r)=j_0 \exp(r/d)$; (b) courant dans une épaisseur de peau tout autour de la surface de la bobine pour démontrer les effets de bord; (c) même que (b) mais avec $T=1000^\circ\text{C}$ et ainsi un plus grand d.

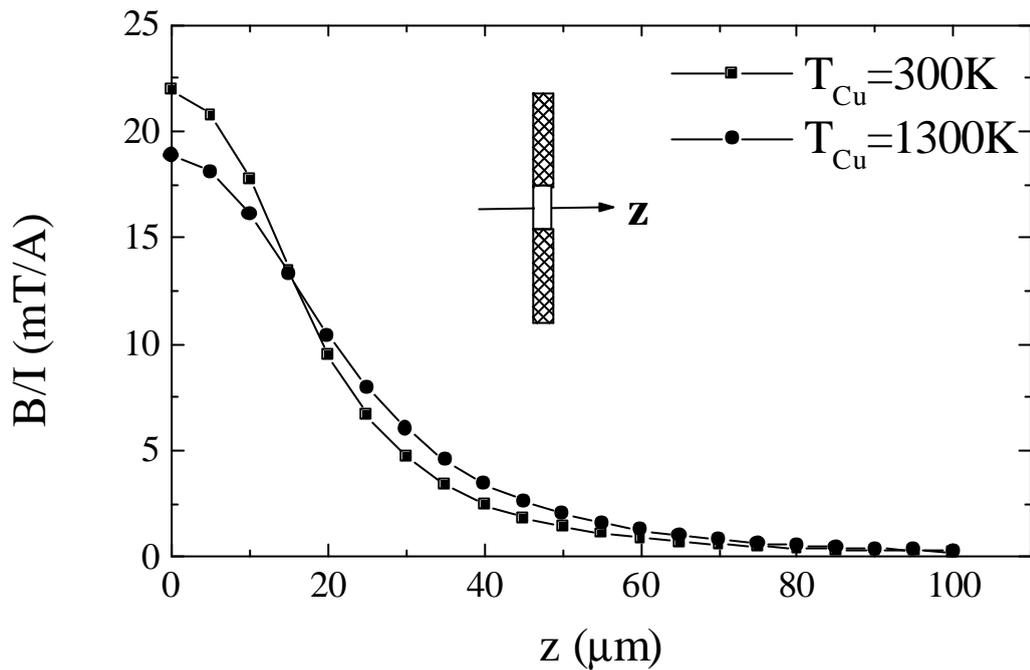


Figure 3.9 : Simulation du champ B au long de l'axe z de la bobine pour deux températures différentes. Les dimensions de la bobine sont, diamètre interne $50\mu\text{m}$, diamètre externe $150\mu\text{m}$, épaisseur du cuivre $30\mu\text{m}$ ($z=0$ est au centre de la bobine).

champ change pendant l'impulsion. La rotation Faraday mesurée, comme montrée dans la Figure 3.7, reflète une moyenne de B à travers l'épaisseur de l'échantillon plutôt qu'une mesure de B elle-même. Si l'échantillon est très épais, cette moyenne devient seulement dépendante du courant et non plus de la distribution de courant et ainsi du champ.

Le schéma d'étalonnage de champ que nous avons utilisé, n'est donc strictement valable que si la distribution de champ à travers l'échantillon demeure constante pendant l'impulsion de courant, ce qui n'est pas le cas. À partir des modèles de distribution de courant décrits ci-dessus, on a pu estimer l'influence de cet effet sur B. Les résultats sont montrés dans la Figure 3.9. Pour des échantillons d'une épaisseur de $10\mu\text{m}$, la moyenne de B_z sur cette épaisseur donne une différence négligeable comparée à B_z à la surface de la bobine (inférieure à 2% pour une variation de température de 1000 K). Pour les échantillons épais de $50\mu\text{m}$, la distribution 1D de courant et celle considérant les effets de bord donnent des intégrales presque identiques. Ces mesures ne sont donc pas très sensibles à la distribution de courant.

Nous avons mesuré la rotation de Faraday dans des échantillons de silicium de $10\mu\text{m}$ pour une mesure de champ plus fiable. Ces mesures ont un rapport signal/bruit non

négligeable (~10%), mais se montrent conformes aux linéarités de B en fonction de I sur la surface de la bobine. Ceci met en valeur la nécessité d'utiliser des échantillons minces pour lesquels le champ peut être considéré constant dans toute son épaisseur.

3.2.5. Limitations de champ maximum

Actuellement, ces bobines semblent être limitées à des champs de 50T à $z=d/2$. Les calculs suggèrent que le champ à l'intérieur de la bobine est entre 60 et 70 T. Les bobines sont chauffées près de leur point de fusion pendant l'impulsion de courant et cette chaleur est alors dissipée entre les impulsions. L'inertie mécanique assure que la bobine ne s'éclate pas pendant l'impulsion de champ mais une grande pression magnétique existe toujours. Les vibrations mécaniques résultantes cassent la fenêtre de SiO₂ après seulement quelques impulsions. Ainsi les échantillons sont toujours attachés à la bobine et non à la fenêtre. Quelques essais pour obtenir des champs plus importants (autour 60 T à $z=d/2$) ont mené à la destruction des bobines après seulement quelques dizaines d'impulsions (Figure 3.10). Un si faible nombre d'impulsions ne permet pas d'avoir un rapport signal/bruit suffisant. *Quand les bobines se cassent il y a une forte évidence de la pression magnétique aussi bien que d'une fusion du Cu dans les environs du rayon intérieur.*

Une question importante à résoudre est celle du chauffage d'un échantillon conducteur - un problème commun aux expériences sur champs pulsés. Pour réduire l'échauffement de l'échantillon on doit réduire son épaisseur, d, perpendiculaire au champ pour être inférieure à celle de l'épaisseur de peau dans l'échantillon. L'échauffement par effet Joule moyenné tout au long de l'épaisseur d'un échantillon sous forme de feuille plate est donné par¹³:

$$\frac{dw_{av}}{dt} = \frac{1}{12} \frac{d^2}{r} \left(\frac{dB}{dt} \right)^2 \quad (9)$$

où w_{av} est la chaleur moyenne par unité de volume et ρ est la résistivité de l'échantillon. *Une feuille mince de Cu épaisse de 5 μ m, sous une impulsion de champ de 50 T à 20MHz, aurait sa température moyenne augmentée de 19 K.* Cependant, l'élévation de la température de la surface (importante pour des expériences magnéto-optiques par réflexion) serait trois fois plus grande, c.-à-d. 56 K.¹³ Pour des échantillons plus épais que l'épaisseur de peau, la densité locale d'énergie de Joule est approximativement égale à la densité d'énergie magnétique.¹³ Si

nous prenons un échantillon de Cu plus épais que l'épaisseur de peau et le même profil d'impulsion, ceci donne lieu à une augmentation de la température de surface:

$$\Delta T = \frac{B^2}{2\mu_0 C_p D} \quad (10)$$

où C_p est la capacité de chaleur et D est la masse volumique du matériau. L'augmentation de température est de 300 K dans ce cas-ci. Par conséquent des échantillons petits et minces doivent être utilisés. Ceci n'est pas une contrainte sérieuse puisque la majorité de matériaux étudiés actuellement sont sous la forme de couches minces, petits cristaux ou même de nanoparticules. Les problèmes restants concernent plus la manipulation de l'échantillon que les mesures elles-mêmes.



Figure 3.10 : Photo au microscope optique d'une micro bobine après essai destructif avec un courant supérieur à 3800 A.

3.8. Conclusions¹⁴

En utilisant des micro bobines et sources de courant pulsé basées sur une décharge capacitive par intermédiaire d'un claquage électrique, nous avons pu démontrer la possibilité d'avoir des champs magnétiques d'amplitude jusqu'à 50 T pour un très faible coût par rapport aux installations traditionnelles.

La tension de décharge et le courant de pic peuvent être contrôlés en ajustant la composition en gaz dans les électrodes de claquage. Nous avons calibré le champ magnétique produit par ce système en mesurant la rotation de Faraday pour un certain nombre d'échantillons paramagnétiques à 300K.

La limitation de champ maximum supporté par la micro bobine est due à l'élévation de la température de la bobine pendant l'impulsion et aux contraintes mécaniques dues à la pression magnétique. Ces limitations viennent donc aussi du matériau utilisé dans les bobines, le cuivre. *L'utilisation des bobines en tungstène, qui a une température de fusion beaucoup plus élevée et aussi une meilleure résistance à l'effort mécanique que le cuivre, pourrait permettre d'atteindre des champs jusqu'à 100 T.*¹² Les gradients de champ magnétique associés à ce système sont très grands et pourraient être exploités pour étudier quelques propriétés physiques spécifiques.

3.9. Références

-
- ¹ Kaitpza, Proc. Roy. Soc. **A105**, 691 (1924) ; Kaitpza, Proc. Roy. Soc. **A115**, 658 (1927).
- ² M.R. Freeman, J. Appl. Phys. **75**, 6194 (1994).
- ³ F. Sirotti *et al.*, J. Appl. Phys. **83**, 1563 (1998).
- ⁴ M. Drndic *et al.*, Appl. Phys. Lett. **72**, 2906 (1998).
- ⁵ D.B. Montgomery, Rep. Prog. Phys., **26**, 69 (1963).
- ⁶ E. M. Purcell, "Electricity and Magnetism", Berkley Phys. Course, vol. 2 (1965).
- ⁷ F. B. A. Früngel, High Speed Pulse Technology vol II, Academic Press, p99 (1965).
- ⁸ H. Hess and W. Deparade, Proc. 3rd Intern. Conf. on Gas Discharges. **118**, 136 (1974).
- ⁹ M. Bonfim *et al.*, J. Synchrotron Rad. **5**, 750 (1998).
- ¹⁰ M. Guillot *et al.* J. Magn. Soc. Jpn., **11**, supplement S1, 265 (1987).
- ¹¹ F. Herlach, Physics in High Magnetic Fields, Springer-Verlag, p34 (1981).
- ¹² H. P. Furth, M. A. Levine and R. W. Waniek, Rev. Sci. Instr., **28**, 949 (1957).
- ¹³ F. Herlach *et al.*, Physica **B177**, 63 (1992).
- ¹⁴ K. Mackay, M. Bonfim, D. Givord, A. Fontaine, J. Appl. Phys., **87**, 1996 (2000).

4. Dichroïsme Circulaire Magnétique des rayons X résolu en temps

4.1 Introduction

Le Dichroïsme Circulaire Magnétique des rayons X (XMCD) en absorption est la différence, pour un matériau magnétique, entre l'absorption de rayons X polarisés circulairement gauche et droite. C'est l'équivalent dans la gamme des rayons X de l'effet Kerr dans le visible. Dans l'effet Kerr, un électron fait une transition d'un état occupé vers un état vide à l'intérieur de la bande de valence, tandis que dans le dichroïsme l'électron excité provient d'un niveau de cœur avec une énergie et une symétrie bien définies. Ceci a deux avantages. D'abord, le niveau initial de l'électron subissant la transition est bien connu, puisqu'il s'agit d'un niveau de cœur. Les calculs pour prédire ou simuler l'effet sont donc plus faciles que pour l'effet Kerr, où les niveaux initial et final de l'électron sont complexes. Le deuxième avantage est sa sélectivité chimique: les seuils d'absorption ont des énergies caractéristiques pour chaque élément et dans des couches ou alliages avec plusieurs éléments chimiques on peut observer le comportement d'un élément ou d'un autre en choisissant l'énergie d'excitation. Dans la gamme des rayons X mous, en plus, les sections efficaces d'absorption sont très grandes, ce qui rend possible de mesurer des quantités de matériau très faibles, jusqu'à la fraction d'une monocouche.

Pour calculer la section efficace du processus d'absorption on peut, en première approximation, utiliser la règle d'or de Fermi: $W_{\text{abs}} \propto \sum |\langle \Phi_f | \mathbf{P} | \Phi_i \rangle|^2 \delta(E_i - E_f + E_{h\nu})$ [1]. Le premier terme à droite est l'élément de matrice carré de l'opérateur de l'interaction du champ électromagnétique du photon sur l'électron entre l'état final Φ_f et l'état initial Φ_i . La fonction delta décrit la conservation d'énergie. Dans l'approximation dipolaire, des transitions sont possibles si la différence entre le nombre quantique orbital des niveaux initial et final est +1 ou -1, par exemple entre des niveaux p et d , ou d et f . Pour le magnétisme, les seuils d'absorption les plus intéressants sont ceux où le niveau final est celui qui contribue le plus au magnétisme de l'élément sondé, par exemple le niveau d dans les métaux de transition (seuils d'absorption $p \rightarrow d$ donc $L_{2,3}$ ou $M_{2,3}$).

L'élément de matrice [1] dépend de la polarisation des photons, ce qui crée le dichroïsme. Une façon simple de comprendre le lien entre l'absorption de photons polarisés circulairement et le magnétisme a été donnée par Stöhr et Wu¹ pour les seuils $L_{2,3}$ ($2p \rightarrow d$). Ces seuils sont séparés en énergie par le couplage spin-orbite (4-20 eV pour les métaux $3d$).

La polarisation des photons interagit sur le spin de l'électron excité par intermédiaire du couplage spin-orbite. Il peut être démontré facilement qu'au seuil L_3 des photons polarisés gauche (LCP) excitent 62,5% d'électrons avec spin "up" et 37,5% avec spin "down". Au seuil L_2 les nombres sont 25% (spin "up") et 75% (spin "down"). Pour la polarisation droite (RCP) les nombres pour spin "up" et "down" sont inversés aux deux seuils. Si maintenant les niveaux d vides sont polarisés en spin, ces niveaux agissent comme "détecteur de spin" pour les électrons excités, et l'absorption pour une polarisation donnée dépendra du spin et donc du moment magnétique de l'élément sondé. Par exemple, si la bande d majoritaire (spin "up") est complète comme dans le Ni ou le Co, seulement des électrons avec spin "down" interviennent dans la transition (le spin de l'électron est conservé pendant la transition). Au seuil L_3 , les photons LCP seront moins bien absorbés que les photons RCP (ils excitent moins d'électrons spin "down") tandis qu'ils seront mieux absorbés au seuil L_2 . Ceci montre qu'une autre façon de mesurer le dichroïsme est de garder la polarisation des photons fixe et de changer la direction d'aimantation, dans quel cas on change la direction de spin dans les bandes majoritaire et minoritaire.

Au début des années 90, des règles de somme ont été développées par Thole, Carra *et al.*^{2,3,4} pour le dichroïsme. *Ces règles permettent d'obtenir séparément le moment de spin et le moment orbital de l'élément et du niveau mesuré.* Ceci rend le XMCD une technique particulièrement performante pour l'analyse quantitative des matériaux magnétiques. *Le contraste magnétique aux seuils d'absorption dû au dichroïsme s'est montré aussi très utile pour l'imagerie magnétique avec sélectivité chimique à l'aide du microscope à photoélectrons (PEEM).*⁵

Le dichroïsme donne la valeur moyenne de l'aimantation de l'élément mesuré projetée sur la direction de propagation des photons. Si l'intensité de l'absorption est étudiée avec une résolution temporelle, ceci permet de suivre le renversement de l'aimantation suite à l'application d'une impulsion magnétique, avec sélectivité chimique. Dans ce chapitre nous montrons quelques exemples de l'application du dichroïsme avec résolution temporelle, en insistant sur le cas des vannes de spin et des jonctions tunnel.

4.2 XMCD résolu en temps avec les rayons X durs (ESRF – ID24)

Le développement initial des expériences de XMCD résolues en temps a été fait sur la ligne de lumière ID24 à l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF). Ce choix fut motivé par l'accès privilégié que le groupe du LLN avait sur cette ligne dédiée en partie aux

expériences résolues en temps et au XMCD. Cette ligne d'absorption X avec une optique dispersive permettant l'acquisition parallèle de tout un spectre, travaille dans le domaine des rayons X durs (5 à 25 keV).

Le groupe du LLN - intimement associé au développement du XMCD, maîtrise de l'hélicité des photons par lames quart d'onde, l'environnement magnétique de l'échantillon, procédures et logiciels d'acquisition - s'est orienté vers le XMCD résolu en temps, tirant profit des sessions de l'ESRF à un seul paquet. Ceci a été le point de départ de cette thèse.

4.2.1 La ligne de lumière ID24

La spécificité de la ligne ID24 vient de:

- l'optique dispersive en énergie qui permet une acquisition simultanée de toutes les données d'un spectre d'absorption sans aucun mouvement mécanique de l'optique associée au faisceau et
- de la focalisation horizontale du faisceau sonde polychromatique ($\sim 25 \mu\text{m}$).

Cette configuration présente des avantages concernant la stabilité de la position du faisceau sur l'échantillon et permet aussi l'acquisition rapide d'une série de spectres en fonction du temps avec des vitesses supérieures à un spectre par milliseconde. Cela est particulièrement utile aux expériences de dynamique de réactions chimiques, transitions de phase en fonction de la température, etc.⁶ Les applications typiques de la ligne sont les expériences résolues en temps (chimie in-situ réactionnelle), l'étude des matériaux dans des conditions extrêmes de pression et température, les études du magnétisme par XMCD.

La source de rayons X est un onduleur plan d'entrefer (gap) ajustable de façon à optimiser l'émission à la gamme d'énergies des seuils d'absorption choisis. L'optique de rayons X disponible (Figure 4.1) est telle que le faisceau peut avoir sur l'échantillon une taille de $25 \mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$ (horizontal \times vertical), avec un flux de 10^{12} photons par seconde (courant dans l'anneau de 0,1 A).

Le polychromateur dispersif en énergie est formé par un cristal de Si (111) courbé quasi elliptiquement de façon à former une image polychromatique de la source, avec un rapport de réduction de l'ordre de 30:1. C'est à ce foyer polychromatique qu'est placé l'échantillon. A la sortie de l'échantillon le faisceau diverge et chaque direction dans l'espace est corrélée à une énergie de photons. Cette corrélation direction angulaire – énergie est

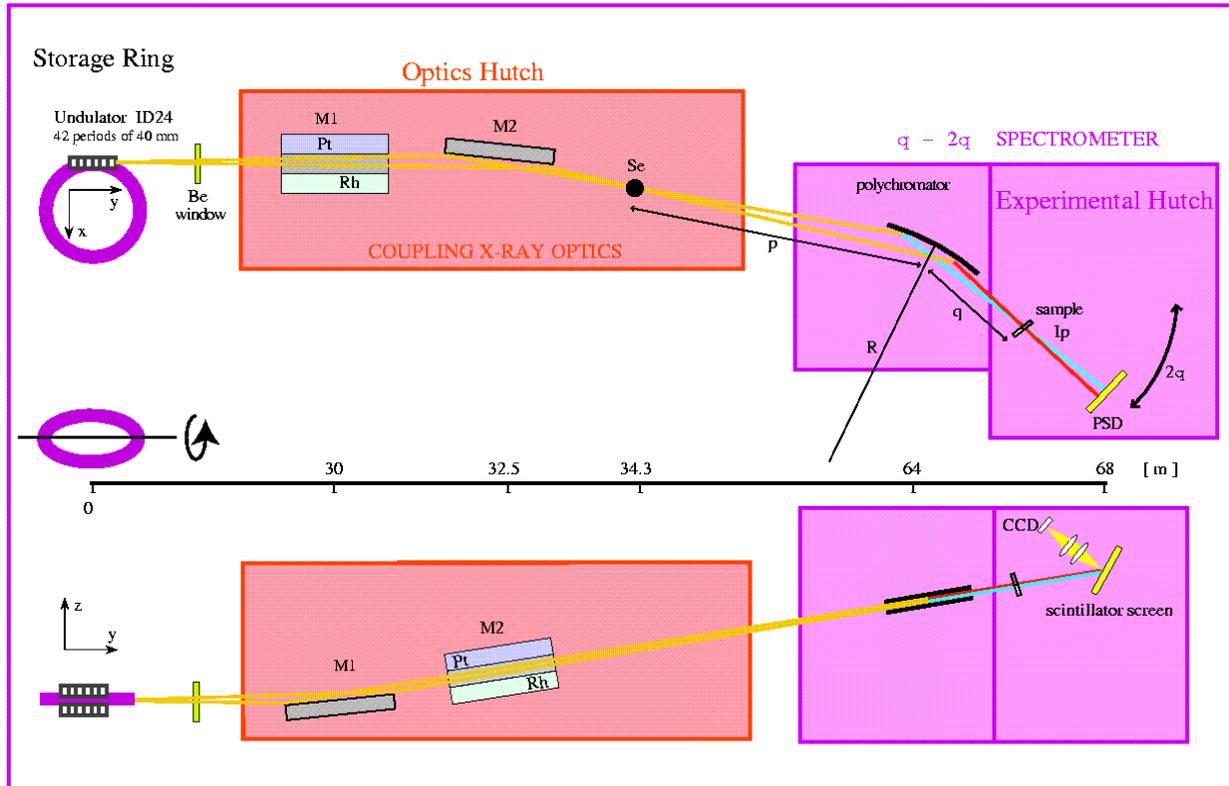


Figure 4.1: Schéma de l'optique de la ligne de lumière ID24. Le faisceau parcourt une distance d'à peu près 65 m entre la source (onduleur) et l'échantillon. Le faisceau sur l'échantillon mesure approximativement $25 \mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$ (horizontal \times vertical).

transformée en corrélation position – énergie par un détecteur optique sensible à la position (caméra CCD).

4.2.2 Mesure du signal d'absorption

Les mesures d'absorption sont effectuées en transmission. Pour pouvoir normaliser le signal d'absorption de l'échantillon, il est nécessaire de mesurer deux spectres donnant $I_0(E)$ et $I(E)$ qui correspondent respectivement au faisceau transmis sans et avec l'échantillon. On mesure en fait $I_0(\#\text{pixel})$ et $I(\#\text{pixel})$. L'équivalence numéro de pixel ($\#\text{pixel}$) \Leftrightarrow énergie nécessite un calibrage qui se fait aisément en prenant un échantillon standard bien connu (par ex. le fer métallique) pour lequel il est facile de remonter à la correspondance énergie - $\#\text{pixel}$, qui suit une loi s'écartant peu de la linéarité dans le domaine concerné. La substitution de l'échantillon standard par l'échantillon à mesurer sans rien modifier des positions des éléments optiques garde le calibrage du détecteur. Finalement l'absorption est donnée par la simple relation:

$$\mu(E) = \ln \frac{I_0(E)}{I(E)} \quad [1]$$

Le signal de dichroïsme nécessite aussi une double mesure d'absorption avec les hélicités droite (D) et gauche (G) du faisceau, donnant:

$$XMCD = \mu^D(E) - \mu^G(E) = \ln \frac{I_0^D I^G}{I_0^G I^D} \quad [2]$$

$\ln(I_0^D/I_0^G)$ qui devrait être égal à zéro si le modulateur de polarisation était parfait, mais peut avoir des valeurs toutefois non négligeables à cause de l'absorption différente induite par la faible rotation de la lame quart d'onde.⁷ Néanmoins cette mesure est facile et s'introduit comme une correction constante à une séquence de mesures de $\ln(I^G/I^D)$.

Pour mesurer le spectre transmis avec ou sans échantillon, une caméra CCD cryogénique est utilisée comme détecteur sensible à la position. Un écran fluorescent associé à une optique de réduction de l'image est utilisé pour convertir les rayons X en lumière visible et adapter la taille de l'image linéaire à celle de la caméra. Un convertisseur analogue - numérique convertit l'intensité des photons arrivant sur chaque pixel de la caméra et les valeurs numérisées sont transférées à l'ordinateur de contrôle et visualisation. Le système d'acquisition de cette caméra a été développé spécifiquement pour les besoins de la ligne et permet le choix d'opération selon le type d'expérience voulu. La résolution en amplitude du signal est définie par la caméra et l'électronique de conversion associé, étant de l'ordre d'une part en 10^4 .

4.2.3 Obtention de la polarisation circulaire

La première étape fondamentale du développement des mesures de dichroïsme sur la ligne ID24 a été l'installation de lames quart d'onde (QWP) pour produire la polarisation circulaire à partir de la polarisation strictement linéaire délivrée par l'onduleur plan de la ligne. Ce dispositif avait été mis en place antérieurement au Laboratoire pour l'Utilisation du Rayonnement Electromagnétique (LURE-Paris) sur la ligne D11 par C. Gilles et collaborateurs.⁸ Pour des énergies autour de 7 keV (au centre de la gamme des seuls d'absorption L des terres rares et K des métaux de transition), une lame de diamant d'épaisseur 0.77 mm a été installée dans le trajet optique juste avant l'échantillon. La condition de lame quart d'onde est obtenue au voisinage d'une réflexion de Bragg du cristal de

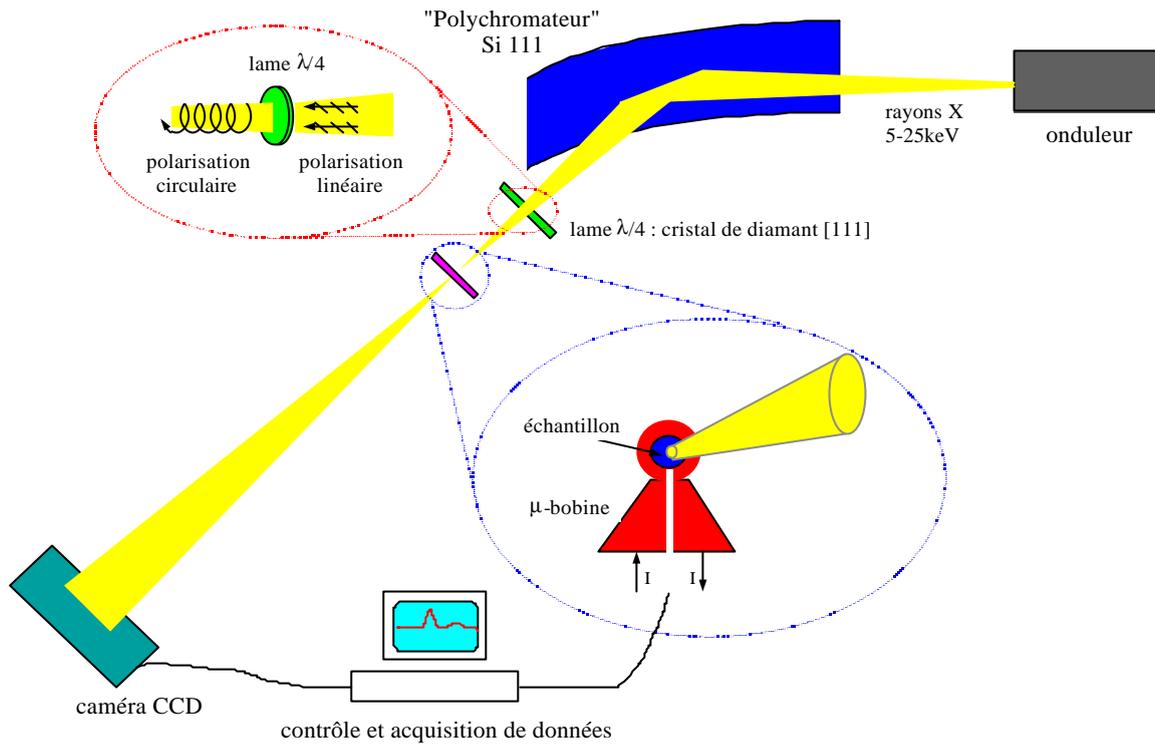


Figure 4.2 : Schéma simplifié du montage de la micro bobine et lame $\frac{1}{4}$ d'onde sur le spectromètre de la ligne ID24 à l'ESRF.

diamant qui est alors biréfringent. À 7,2 keV, les écarts à l'angle de Bragg ('offset') correspondants aux conditions de lame quart d'onde sont de l'ordre de $75''$.

Les conditions de non-dispersivité entre le cristal de Si (polychromateur) et le cristal de diamant ont été établies en couplant la réflexion symétrique (111) du Si avec la réflexion asymétrique (111) du diamant en géométrie de Laue. Les paramètres de maille des deux cristaux sont tels que l'angle ψ entre les deux plans de diffraction (horizontal pour le silicium et incliné pour le diamant) doit être ajusté autour de 45° lorsque l'énergie des photons est entre 6 et 9keV. Cette valeur est adaptée à la création de photons polarisés circulairement puisque le taux de polarisation circulaire varie comme $\sin 2\psi$. Pour caractériser l'efficacité du cristal de diamant comme lame quart d'onde, une série de mesures de XMCD a été effectuée pour différents angles autour de la réflexion de Bragg (Figure 3). Cela a été fait pour l'alliage GdCo_5 au seuil L_3 du Gd. La variation de l'amplitude du signal XMCD est une mesure du taux de polarisation circulaire P_c . Les valeurs absolues de P_c ont été obtenues par ajustement aux valeurs théoriques, convoluées avec une gaussienne qui tient compte de la divergence du faisceau. Le meilleur ajustement est obtenu avec une divergence de $4,5''$, qui est consistante

avec les caractéristiques de la ligne. Le taux de polarisation maximum est de 0,99 pour un angle autour de $75''$ par rapport à la condition de Bragg.⁹

Avec ce dispositif les mesures de dichroïsme ont pu être effectuées en inversant la polarisation de la lumière de droite à gauche en passant d'un côté à l'autre du centre du profil de réflexion. Ce contrôle de l'hélicité des photons permet de garder le champ magnétique comme degré de liberté et d'effectuer des mesures de XMCD en fonction de l'intensité du

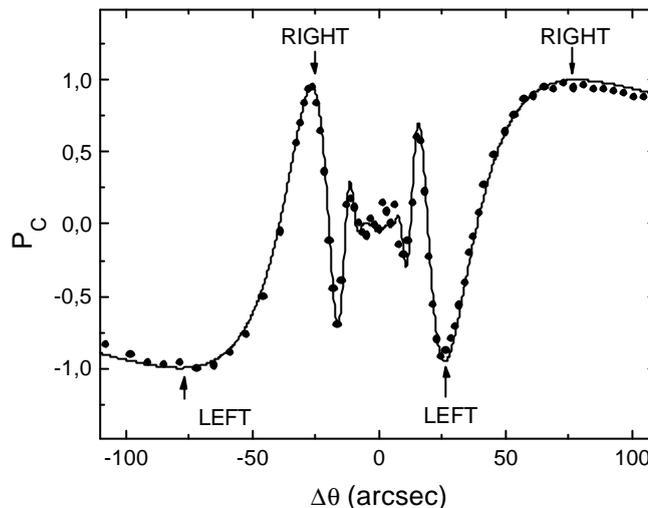


Figure 4.3 : Dépendance angulaire de l'amplitude du signal XMCD au seuil L3 du Gd (points) dans l'alliage $GdCo_5$, ajusté à la dépendance angulaire du taux de polarisation circulaire (ligne continue) convoluée avec une fonction Gaussienne de $4,5''$ représentant la divergence du faisceau.

champ magnétique. Des mesures dynamiques ainsi que des cycles d'hystérésis sélectifs en espèce chimique sont ainsi possibles.

4.2.4 Technique de mesure dynamique :

Les mesures dynamiques qui utilisent la lumière comme sonde de l'aimantation sont assez courantes. Essentiellement deux méthodes de détection peuvent être utilisées: i) détection directe ou en temps réel; ii) détection stroboscopique ou "pompe-sonde". La première utilise une source de lumière continue associée à un système de détection rapide ayant une bande passante au moins équivalente à celle du signal mesuré. La détection instantanée est éventuellement possible par une mesure unique mais en général une moyenne

de plusieurs mesures subséquentes est utilisée pour augmenter la statistique du signal, qui dans ce cas là doit être reproductible.

La méthode "pompe-sonde" utilise une source de lumière pulsée – la sonde – qui doit être synchronisée avec la source d'excitation – la pompe – du système étudié. Dans notre cas la pompe est une impulsion de champ magnétique provenant des micro bobines décrites dans le chapitre 2. Le système de détection est ainsi quasi statique ce qui simplifie en général l'implantation de cette méthode. La résolution temporelle est définie par les caractéristiques de l'impulsion de lumière, si l'on considère que la sonde est un pulse bien plus court que la pompe.

Nous avons effectué des mesures de XMCD résolues en temps en utilisant l'approche "pompe-sonde" aussi bien que l'approche "temps-réel".

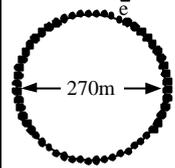
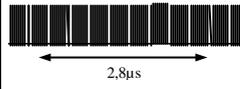
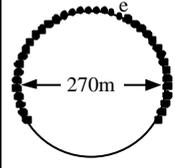
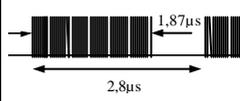
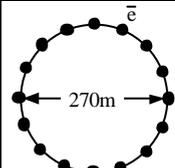
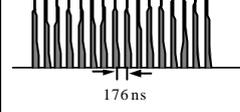
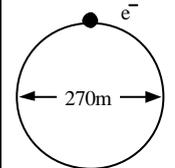
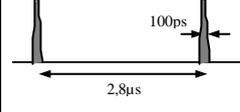
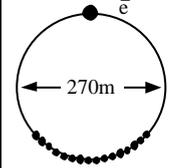
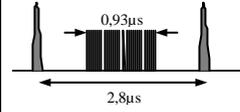
4.2.5 Approche "pompe-sonde"

Le rayonnement synchrotron possède naturellement une structure temporelle discontinue sous la forme de brèves impulsions de lumière (bunch). Dans l'anneau de stockage les électrons se déplacent à une vitesse proche de celle de la lumière et sont groupés par paquets de longueur bien définie (quelques mm). Les photons produits par la trajectoire quasi sinusoïdale des électrons dans l'onduleur ont, par conséquent, cette même structure temporelle. En outre il y a une période de répétition de cette structure définie par la durée de la circulation des électrons dans l'anneau de stockage. À l'ESRF la longueur de l'anneau vaut 844,4 m et par conséquent la période est de 2,8 μ s, largement supérieure à la largeur typique de l'impulsion lumineuse (de l'ordre de 100 ps).

Dans le cas spécifique de l'ESRF, plusieurs modes de remplissage de l'anneau de stockage sont disponibles. Les modes plus courants avec ses caractéristiques sont montrés dans le Tableau 4.I. Parmi ces modes, trois ont été initialement envisagés comme possibles dans le développement d'une technique "pompe-sonde": le "single bunch", le "16 bunch" et le "Hybrid mode" (voire Tableau 4.I). Dans le mode "16 bunch" les paquets sont séparés entre eux par un temps de 176ns (fréquence de 5,7 MHz). Une telle fréquence de répétition est trop élevée pour les impulsions de champ magnétiques. La limitation vient de la puissance disponible des alimentations pulsées et des micro bobines. Le mode "Hybrid mode" serait envisageable si la partie 1/3 remplie avec 330 paquets pouvait être éliminée, laissant un seul paquet comme dans le mode "single bunch". Cette tâche peut être accomplie par intermède

d'un "chopper" synchronisé avec les paquets qui sélectionnerait la fenêtre de temps adéquate pour ne laisser passer que le seul paquet. Un tel système a été développé par Tucoulou *et al.*¹⁰ au Laboratoire de Cristallographie – CNRS en collaboration avec l'ESRF. Plusieurs tests ont été effectués sur la ligne ID24. Malgré un taux de réjection de 98% du 1/3 rempli, la pureté du paquet opposé reste trop imparfaite pour rendre satisfaisant ce mode d'opération.

Tableau 4.I : Modes d'opération du faisceau à l'ESRF

mode du faisceau	caractéristiques	distribution spatiale	structure temporelle	intensité	durée de vie
Uniform filling	992 paquets également distribués dans l'anneau de stockage.			200 mA	55 heures
2/3 filling mode	661 paquets également distribués dans 2/3 de l'anneau de stockage. Le 1/3 restant est vide.			200 mA	55 heures
16 bunch	16 paquets également distribués dans l'anneau de stockage.			90 mA	10 heures
Single bunch	Un seul paquet très intense.			16 mA	6 heures
Hybrid mode	Un paquet intense (7 mA) diamétralement opposé à 330 paquets distribués dans 1/3 de l'anneau de stockage.			200 mA	35 heures (1/3) 5 heures (1 paquet)

En conclusion, le seul mode d'opération bien adapté aux expériences de XMCD dynamique "pompe-sonde" a été le "single bunch". Dans ce mode le taux de répétition des impulsions (355kHz) reste acceptable par rapport aux contraintes thermiques des

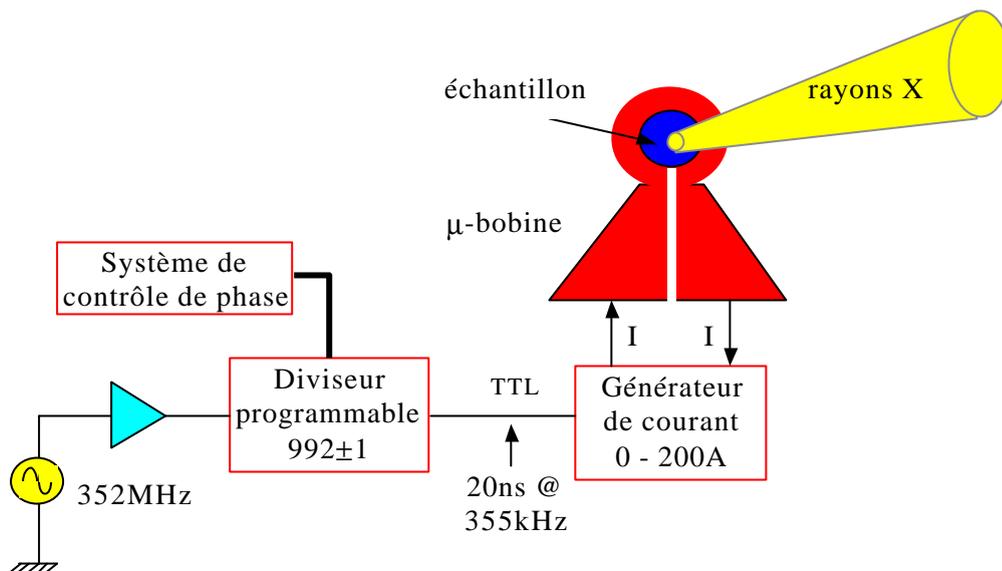


Figure 4.4 : Schéma de la synchronisation des impulsions de champ avec les paquets de photons du mode "single bunch" à l'ESRF à partir de la radio fréquence de la machine.

alimentations pulsées et micro bobines. Les paquets de photons ont une distribution temporelle d'intensité à peu près gaussienne avec une largeur à mi-hauteur de 100 ps. Cette valeur définit la résolution temporelle ultime de la technique.

La synchronisation entre les impulsions de champ magnétique créées par une micro bobine (pompe) et les paquets de photons (sonde) est faite à partir du signal de radio fréquence (RF) de la machine (352,2 MHz) disponible directement sur la ligne de lumière. La fréquence de révolution des photons dans l'anneau correspond exactement à ce signal de RF divisé par 992. Cette opération de division est accomplie par un diviseur de fréquence électronique qui fournit à sa sortie une impulsion TTL compatible avec l'entrée des sources de courant pulsées (Figure 4.4). La phase (ou délai) entre les impulsions de champ et les paquets de photons est ajustée par l'ordinateur de contrôle connecté au diviseur. Le changement de phase se produit par une division par 991 (avancer 1 pas) ou 993 (reculer 1 pas) durant une seule période de 2,8 μ s. Le reste du temps la division reste fixée à 992. Cette méthode permet de placer la phase de l'impulsion de champ dans toute la plage de 0 à 360° (0 – 2,8 μ s). Le pas de temps standard est de 2,84 ns, pouvant être augmenté par multiples de cette valeur selon la résolution temporelle souhaitée. Un pas de temps jusqu'à 10 ps a été obtenu en ajoutant un générateur de délai (type DG535 – Stanford Research Systems) entre le diviseur de fréquence et la source de courant pulsée.

Pour suivre l'évolution temporelle de l'aimantation d'un échantillon suite à l'application d'un champ magnétique, une série de mesures indépendantes est faite pour plusieurs délais

entre la "pompe" et la "sonde". Ceci est montré schématiquement dans la Figure 4.5. Le résultat de chaque mesure représente un point de temps dans la réponse dynamique du système.

Afin d'améliorer le rapport signal sur bruit (S/N), une moyenne sur plusieurs impulsions est faite. Typiquement pour obtenir un S/N meilleur que 20, environ $5 \cdot 10^7$ impulsions sont moyennées, ce qui correspond à un temps total de mesure de 3 à 5 min pour chaque point de temps (seuils $L_{2,3}$ des terres rares). *Un temps mort considérable s'introduit dans la chaîne de mesure principalement pour accomplir les calculs et transfert de données, et à un moindre degré le changement de l'hélicité du faisceau par la lame quart d'onde.* Actuellement un actionneur piézoélectrique pour la lame quart d'onde a été implanté sur la ligne ID24 ce qui rend négligeable le temps associé au changement de l'hélicité.¹¹ Considérant une courbe dynamique avec 50 points, le temps total de mesure est de l'ordre de 3 heures, ce qui est encore compatible avec le temps disponible entre deux remplissages dans le mode "single bunch", en général 4 heures.

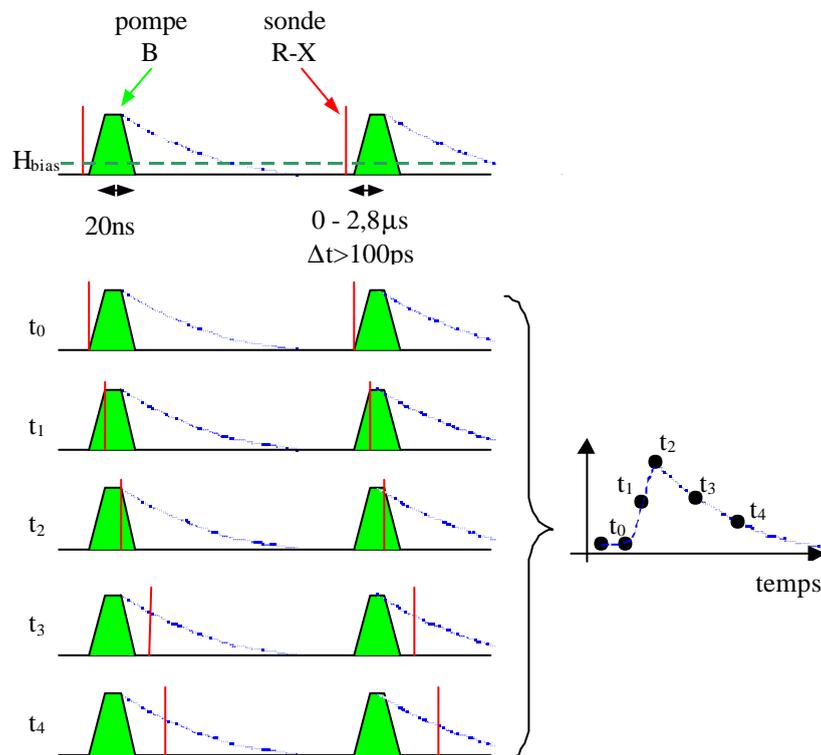


Figure 4.5 : Schéma de la mesure "pompe-sonde": l'ensemble des délais (t_0, t_1, \dots) entre l'impulsion de champ et le paquet de photons représente la réponse dynamique du système étudié.

La référence de phase zéro est obtenue par comparaison entre l'impulsion de champ et le paquet de photons capté par intermédiaire d'une photodiode avalanche rapide (Hamamatsu C558) placée à côté de l'échantillon. Les deux signaux sont comparés avec l'aide d'un oscilloscope rapide (Lecroy LC374A) de façon à ce que les montées des deux coïncident. Les câbles coaxiaux 50 Ω qui amènent les deux signaux ont la même longueur pour éliminer de délais supplémentaires (≈ 5 ns/m). Une fois la phase ajustée, le réglage reste stable même après les remplissages de l'anneau, tant que le mode d'opération n'est pas modifié.

La Figure 4.6 montre un exemple du signal obtenu avec la technique pompe-sonde pour un échantillon magnétique de $\text{GdCo}_{2,5}$ au seuil L_3 du Gd (7243 eV). Une impulsion de champ magnétique de 22 ns de largeur et 0,7 T d'amplitude maximum a été appliquée. Chaque spectre a été mesuré pour un délai entre la pompe et la sonde allant de $-2,8$ ns à 34 ns. On peut remarquer que dans ce cas l'allure des spectres est toujours la même, indépendamment du temps. Il est donc possible, sans perte d'information, de se placer à l'énergie correspondant au maximum du signal de XMCD et analyser la réponse dynamique de ce maximum uniquement en fonction du temps. Ceci est montré dans la Figure 4.7, pour

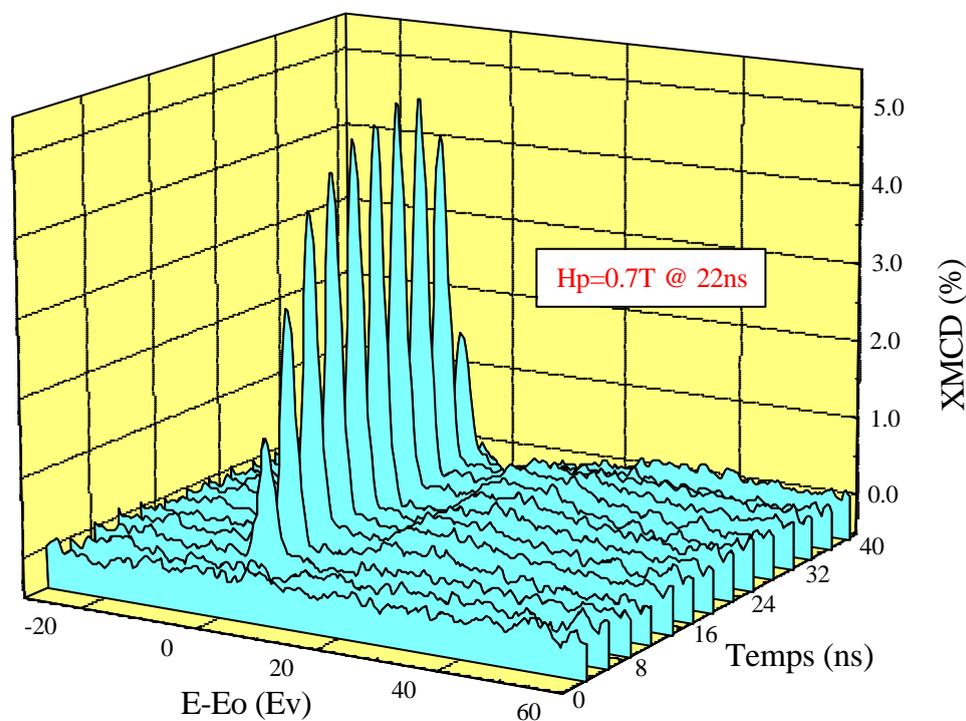


Figure 4.6 : Série de spectres de XMCD au seuil L_3 du Gd pour un film de $\text{GdCo}_{2,5}$. Le pas de temps entre spectres est de 2,84 ns.

deux amplitudes de l'impulsion de champ. L'encart montre le cycle d'hystérésis quasi statique obtenu également par XMCD à l'aide d'un balayage de champ provenant d'un électroaimant.

Pour l'impulsion plus faible (0,35 T) la réponse dynamique de l'aimantation a la forme du champ magnétique appliqué. La réponse de l'aimantation est donc linéaire avec le champ et aucun délai entre la réponse et l'excitation n'est observé: le champ magnétique étant appliqué selon un axe difficile, le renversement de l'aimantation se produit par une rotation cohérente, processus beaucoup plus rapide que l'échelle de temps étudiée.¹² Ce comportement est identique à celui de la courbe d'hystérésis quasi statique montrée dans l'encart. Pour l'impulsion plus forte (0,7 T) l'aimantation s'écarte de la linéarité et reflète l'effet de saturation comme prévu par le cycle quasi statique.

4.2.6 Approche en "temps réel"

L'augmentation constante de la densité d'informations enregistrées sur les disques

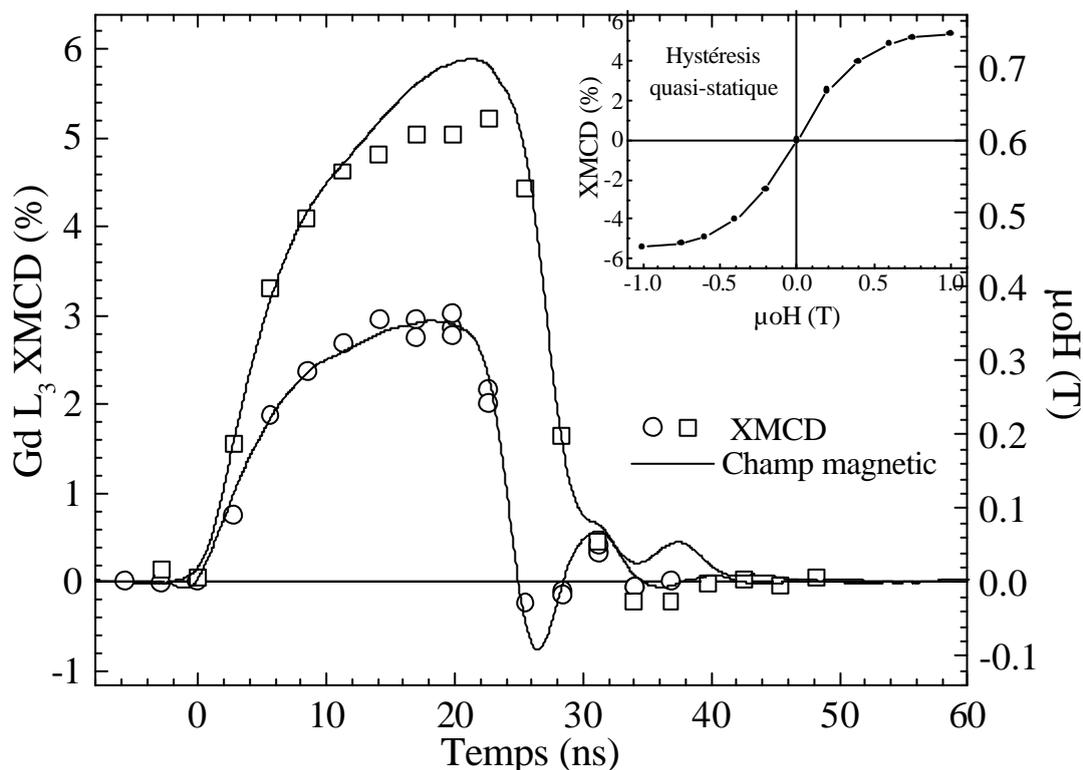


Figure 4.7: Réponse dynamique d'une couche magnétique GdCo_{2.5} au seuil L₃ du Gd. Le champ pulsé est appliqué perpendiculairement au plan de la couche. L'encart montre le cycle d'hystérésis quasi statique obtenu par mesure d'aimantation macroscopique (VSM).

magnétiques implique une réduction des dimensions des bits dans le media. Pour garder la stabilité des données avec des bits de taille réduite, les grandeurs magnétiques du matériau comme l'anisotropie et la coercivité doivent être augmentées.¹³ Candidats pour cette nouvelle approche de matériaux pour l'enregistrement à très haute densité sont entre autres les aimants à base de terre rares, comme SmCo et NdFeB¹⁴ sous la forme de couches minces. Des études dynamiques sont nécessaires pour comprendre l'enregistrement à très haute fréquence, tâche qui demeure d'autant plus difficile que le matériau est dur. De très fortes amplitudes de champ pulsé (au delà du Tesla) sont donc nécessaires pour pouvoir renverser rapidement l'aimantation de ces matériaux.

Le haut taux de répétition des impulsions pour la technique pompe-sonde à l'ESRF limite fortement les possibilités d'obtention de champs magnétiques importants (amplitude maximum de 0,7 T avec une largeur de 25ns), à cause de l'échauffement de la micro bobine et aussi à cause des limites en puissance des sources de courant pulsé. Pour pouvoir augmenter l'amplitude et la largeur de champ pulsé, il est nécessaire de réduire le taux de répétition des impulsions.

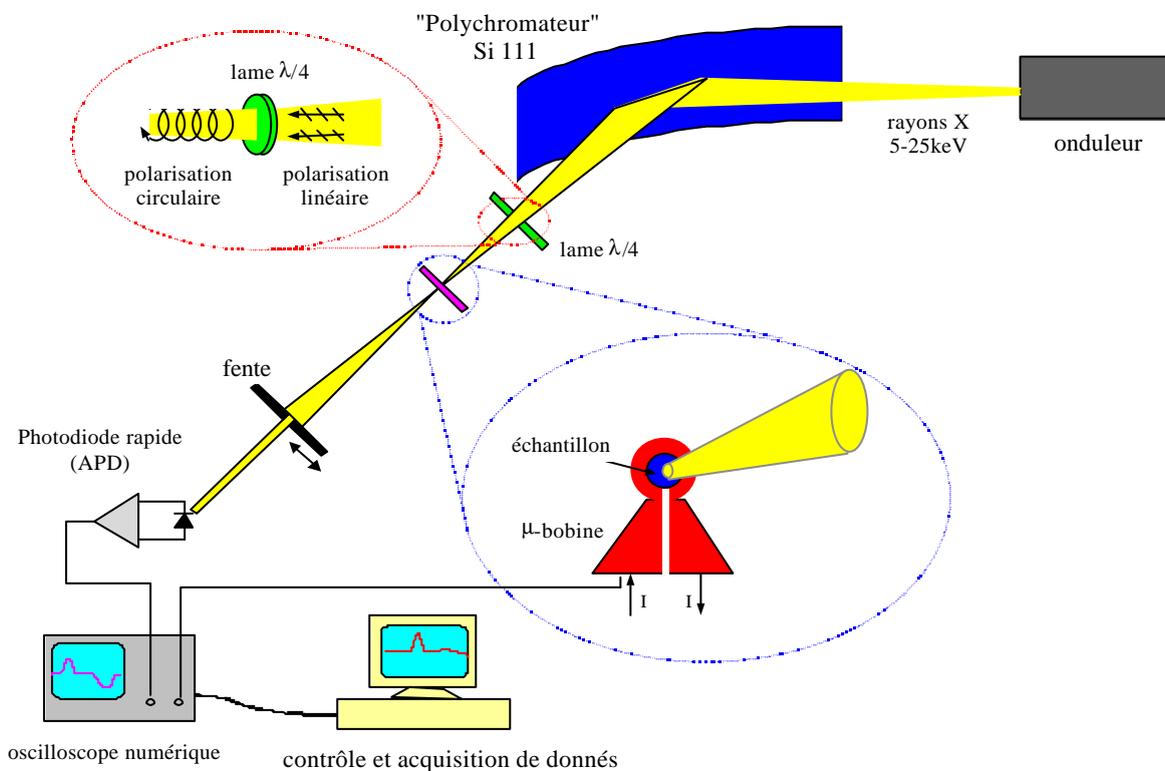


Figure 4.8 : Schéma simplifié du montage de la micro bobine et lame $\frac{1}{4}$ d'onde sur le spectromètre de ID24 pour la technique de mesure en temps réel avec photodiode rapide.

Une nouvelle approche de la mesure dynamique en temps réel a été développée de façon à permettre la génération des champs pulsés plus importants. Avant tout, cette approche nécessite une détection rapide du signal dynamique, tâche qui est accomplie par une photodiode avalanche (Hamamatsu C558) mise à la place de la camera CCD. Cela restreint le spectre du signal de XMCD à une plage d'énergie de photons de quelques électron-volts intégrée sur la surface de la photodiode. La lecture de la photodiode est faite par un oscilloscope numérique rapide (Lecroy LC374A) qui permet d'avoir toute la dépendance temporelle dans une seule mesure. La sélection de la bande passante d'énergie de photons qui correspond au pic du signal de XMCD est faite à l'aide d'une fente placée avant la photodiode, et ajustée grâce à la caméra qui a visualisé auparavant le spectre complet. Ensuite la photodiode est insérée dans le faisceau transmis par la fente. Un schéma du montage sur la ligne ID24 est montré dans la Figure 4.8.

Les modes d'opération de l'ESRF plus adéquats pour effectuer cette technique de mesure sont le "uniform filling" et le "2/3 filling". Contrairement à la mesure "pompe-sonde", plus la source de photons est continue, plus la réponse temporelle est complète car le système de détection étant rapide, tous les paquets de photons présents dans la fenêtre de temps de mesure sont utiles. Le taux de répétition des impulsions peut être choisi librement en fonction de la puissance dissipée dans la bobine et source de courant pulsé, selon l'amplitude et largeur des impulsions de champ voulues (contraintes thermiques). La valeur maximum est de 40 kHz, définie par la vitesse maximale d'acquisition de l'oscilloscope. La Figure 4.9 montre schématiquement la mesure faite avec le mode "2/3 filling". Dans ce mode, la fenêtre de temps disponible pour la mesure est de $2\ \mu\text{s}$ et le pas de temps minimum est de 2,8 ns, défini

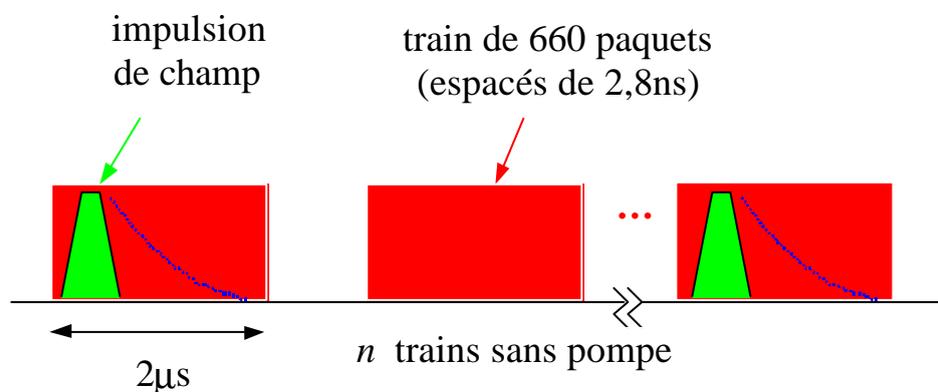


Figure 4.9 : Mesure en temps réel: l'impulsion de champ est appliquée au début des trains de paquets de photons. Le taux de répétition est choisi selon l'amplitude et largeur de champ pulsé face aux contraintes

par la distance entre deux paquets de photons successifs qui deviennent les sondes individuelles. La difficulté principale de cette méthode vient de la normalisation du signal de XMCD car le système d'acquisition ne tient compte que de la valeur alternative du signal, sa valeur continue étant perdue (filtrage passe haut).

Un exemple d'utilisation de cette technique pour la mesure de matériaux durs est montré dans la Figure 4.10. Un échantillon de NdFeB fait de deux phases magnétiques¹⁵ (type "spring magnet"), composé par une phase dure de Nd₄Fe₇₈B₁₈ et une phase douce de Fe₃B, a été préparé par la technique "splat cooling" et après un polissage réduit à une épaisseur moyenne de 35 μm . Il est placé à l'intérieur d'une micro bobine linéaire de 50 μm d'ouverture avec un angle de 30° par rapport à la direction principale du champ. L'élément analysé est le Nd présent dans la phase magnétique dure. La mesure est faite au seuil d'absorption L₂ (6722 eV). Les cycles d'hystérésis sélectifs des phases dure et douce sont montrés dans l'encart. Le cycle d'hystérésis de la phase dure a été également mesuré par XMCD au seuil L₂ du Nd, tandis que celui de la phase douce a été déduit de la mesure macroscopique globale à laquelle est soustraite la contribution de la phase dure (la présence des éléments Fe et B dans les deux phases magnétiques ne permet pas une mesure sélective de la phase douce par XMCD).

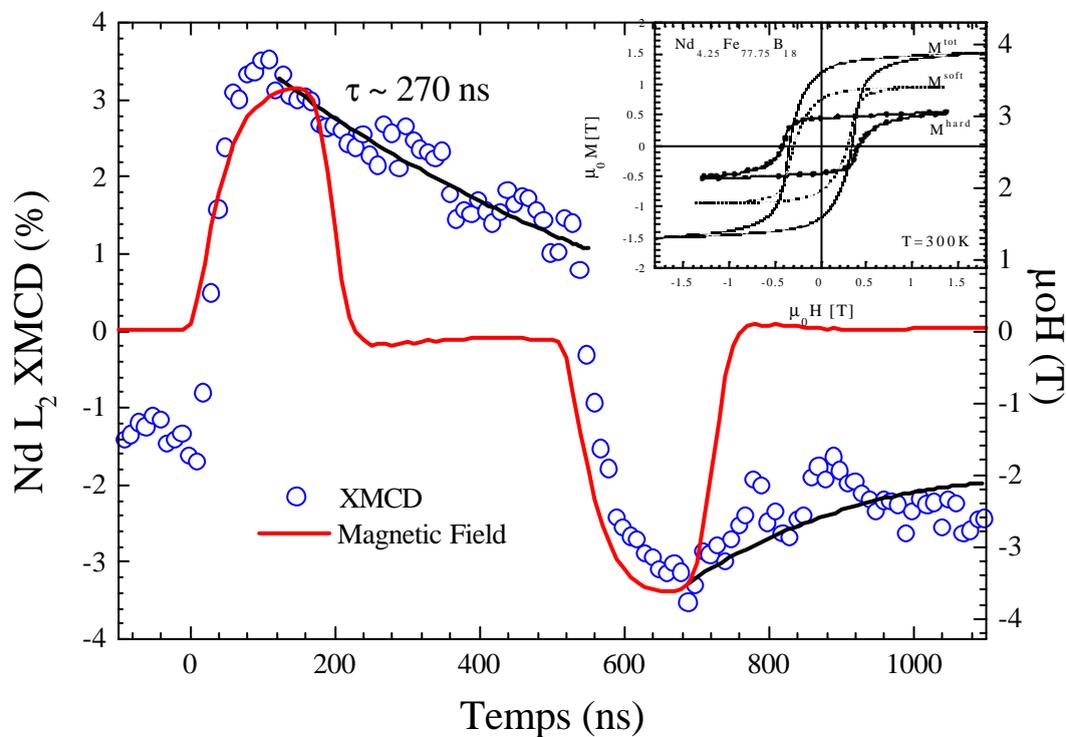


Figure 4.10 : Réponse dynamique de la phase dure du système biphasé Nd₄Fe₇₈B₁₈ / Fe₃B pour un champ pulsé bipolaire de 3,5 T. L'encart montre les cycles d'hystérésis quasi statiques des deux phases obtenus par mesures macroscopiques et de XMCD.⁷

Le temps total de mesure dépend du taux de répétition choisi ainsi que de la statistique voulue. Pour la courbe montrée dans la Figure 4.10, avec 120 points dans le temps espacés de 10 ns, un temps d'acquisition de 40 min (c-à-d une moyenne de 2.10^6 mesures instantanées) a été nécessaire pour obtenir un rapport S/N d'environ 10. Un temps d'acquisition supérieur n'améliore pas forcément la statistique du signal, vu qu'il existe d'autres sources d'instabilités associées à la mesure, tels que la stabilité à long terme de la source.

Comparée à la méthode "pompe-sonde", cette technique présente quelques avantages mais aussi des inconvénients:

- la mesure est plus rapide car l'acquisition est quasi parallèle en fonction du temps;
- la possibilité de champs plus forts est ouverte (choix du taux de répétition);
- la normalisation du signal de XMCD plus compliquée;
- la mesure est plus sensible aux variations d'intensité présentes dans la procédure d'inversion droite à gauche de la lame $\frac{1}{4}$ d'onde.

4.2.7 Limitations des techniques dynamiques avec les rayons X durs

Avec la plage d'énergies disponibles sur la ligne ID24 (5-25 keV), seulement le magnétisme $4p$ (électrons de conduction en partie) des métaux de transition magnétiques (Fe, Co, Ni) peut être sondé (transitions $1s \rightarrow 4p$). La participation de ces électrons au moment magnétique du système est minime,¹⁶ ce qui fait que le signal de XMCD est de l'ordre de 0,1% à la saturation. La stabilité à long terme et la sensibilité de la technique dynamique rendent difficiles de telles mesures. Les possibilités de mesure ont donc été restreintes aux terres rares (seuils L_2 et L_3) et aux métaux à magnétisme induit comme Pt, Au, etc (également seuils L_2 et L_3) qui présentent des effets XMCD du même ordre de grandeur que les terres rares à cause de la très forte interaction spin-orbite des électrons $5d$. L'amélioration de la stabilité du point source sur ID24 (*local feedback*) par un facteur 30, réalisée depuis ces expériences, peut permettre d'envisager de nouveau des études sur les métaux de transition magnétiques.

Dans le but de rendre accessible les métaux de transition magnétiques, la technique a été transposée à la ligne ID12B, dédié aux mesures magnétiques dans le domaine des rayons X mous.

4.3 XMCD résolu en temps avec les rayons X mous (ESRF - ID12B)

Les propriétés magnétiques des métaux de transition sont essentiellement dues aux électrons- d .¹⁷ Les plus importants métaux de transition magnétiques, le fer, le cobalt et le nickel, ont une configuration de la bande de valence proche de $3d^7$, $3d^8$, et $3d^9$ respectivement. Pour sonder le caractère magnétique de ces bandes avec l'absorption de rayons X sur de niveaux profonds, il faut exciter les électrons p pour créer de transitions dipolaires $p \rightarrow d$. La mesure du signal de XMCD se fait plus facilement avec l'excitation des niveaux $2p$, car les seuils d'absorption $L_{2,3}$ présentent une section efficace beaucoup plus grande que les seuils $3p$ ou $M_{3,2}$ et surtout les deux seuils sont découplés par une interaction spin-orbite plus forte. Par conséquent un rapport signal sur bruit élevé peut être obtenu plus facilement. Les énergies correspondantes sont: Fe: 707 eV (L_3) et 720 eV (L_2); Co: 778 eV (L_3) et 793 eV (L_2); Ni: 853 eV (L_3) et 870 eV (L_2). Des amplitudes du signal de dichroïsme de l'ordre de 25% par rapport au saut d'absorption peuvent être obtenues.

À l'ESRF la ligne de lumière la plus adaptée pour ce type de mesure est la ligne ID12B, qui a, à la fois, la bonne plage d'énergies disponible (de 500 eV à 1600 eV) ainsi que le contrôle de la polarisation circulaire nécessaire à la mesure de XMCD. En plus cette ligne a été spécialement conçue pour les mesures magnétiques, ayant plusieurs équipements déjà en place. À ces énergies là, les photons sont très absorbés par l'air, ce qui nécessite un environnement de mesure sous vide (10^{-6} à 10^{-11} Torr). Ceci impose certaines contraintes pour le montage des micro bobines et échantillons qui seront discutées dans la suite.

4.3.1 La ligne de lumière ID12B

La ligne de lumière ID12B à l'ESRF est actuellement au monde la source la plus intense de rayons X mous polarisés circulairement. Elle est utilisée principalement pour des recherches sur les surfaces magnétiques, les couches minces et les systèmes de petites particules avec les techniques magnéto-optiques du domaine des rayons X mous. La recherche sur ID12B couvre un éventail de mesures magnétiques, comme celles de l'aimantation sélective en élément chimique les études de moments magnétiques résolus en spin et orbite, d'anisotropies magnétiques, de la propagation de parois de domaine au travers d'une barrière tunnel, etc. Les approches utilisées sur la ligne sont le dichroïsme magnétique circulaire de rayons X (XMCD), la photoémission polarisée en spin (SP-XPS), la microscopie dichroïque

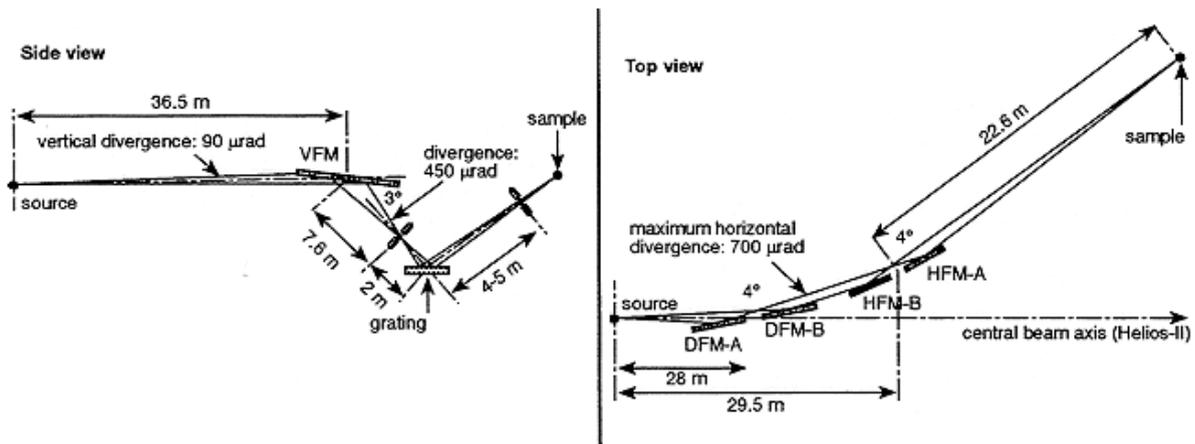


Figure 4.11: Schéma de l'optique de la ligne de lumière ID12B. Le faisceau parcourt une distance d'à peu près 52 m entre la source (onduleur) et l'échantillon. Le faisceau sur l'échantillon mesure approximativement $40 \mu\text{m} \times 1500 \mu\text{m}$ (vertical \times horizontal).

avec les microscopes à photo-électrons (PEEM), la photoémission de phase gazeuse avec des méthodes de temps-de-vol, la spectroscopie d'émission de rayons X.

La polarisation circulaire nécessaire aux mesures de XMCD est obtenue grâce à un onduleur du type hélicoïdal (appelé Helios). Ce type d'onduleur possède une configuration des aimants de façon à créer un champ magnétique sinusoïdal modulé horizontalement et verticalement.¹⁸ En choisissant un déphasage de $\pi/2$ entre la modulation des champs vertical et horizontal, une polarisation circulaire des photons est obtenue avec un taux de polarisation de 80 à 95%, selon l'énergie des photons.

La Figure 4.11 montre schématiquement l'optique de la ligne composée de plusieurs éléments de focalisation, délimitation, déviation du faisceau et un monochromateur sphérique du type "Dragon".¹⁹ La résolution en énergie obtenue est de $3 \cdot 10^{-4}$ à 850 eV. Le faisceau est focalisé sur l'échantillon à des dimensions d'approximativement $40 \mu\text{m} \times 1500 \mu\text{m}$ (vertical \times horizontal).

4.3.2 Mesure du signal d'absorption

Parmi plusieurs techniques disponibles pour la mesure du signal d'absorption dans la gamme d'énergies disponibles, nous avons choisi la détection de fluorescence totale.²⁰ C'est une technique de détection de photons (au lieu d'électrons) et par conséquent ne subit pas directement l'influence du champ magnétique ni du fort courant présents dans les environs de l'échantillon à l'intérieur de la micro bobine. En outre, l'atténuation du signal de fluorescence

dans un milieu solide (l'échantillon) est beaucoup moins importante que celle des techniques basées sur la détection d'électrons, ce qui permet de sonder plus profondément le matériau. Échantillons couverts avec une couche protectrice ou couches enterrées dans des systèmes multicouches peuvent être mesurés dès que les épaisseurs ne dépassent pas quelques centaines d'angströms. Cette épaisseur limite dépend fortement du matériau à traverser aussi bien que du rapport signal sur bruit envisagé.

Une photodiode de Si a été utilisée comme détecteur de photons. Les photons sortent de l'échantillon avec un angle solide de 4π , dont la moitié est réabsorbée par l'échantillon et son substrat. Pour mieux profiter de l'angle solide disponible, la photodiode choisie a une grande surface (approximativement 4 cm^2) et est percée au centre de façon à être positionnée en face de l'échantillon tout en laissant passer le faisceau direct de photons (Figure 4.12). Une grille métallique transparente aux photons à 95% est utilisée devant l'échantillon pour empêcher l'arrivée des électrons émis par celui-ci sur la photodiode, éliminant ainsi une bonne partie du bruit de fond dû aux électrons. Pour être efficace la grille est polarisée avec un potentiel négatif par rapport à la masse (-250 V), empêchant les électrons d'arriver sur la photodiode. Le courant généré par les photons dans la photodiode (de l'ordre de 10^{-10} A) est amplifié et intégré par un électromètre (Keithley 427 current amplifier) qui fournit à la sortie une tension proportionnelle à l'intensité totale de photons. La mesure de l'absorption est faite à partir du rapport entre ce signal et le signal de I_0 (courant proportionnel à l'intensité du

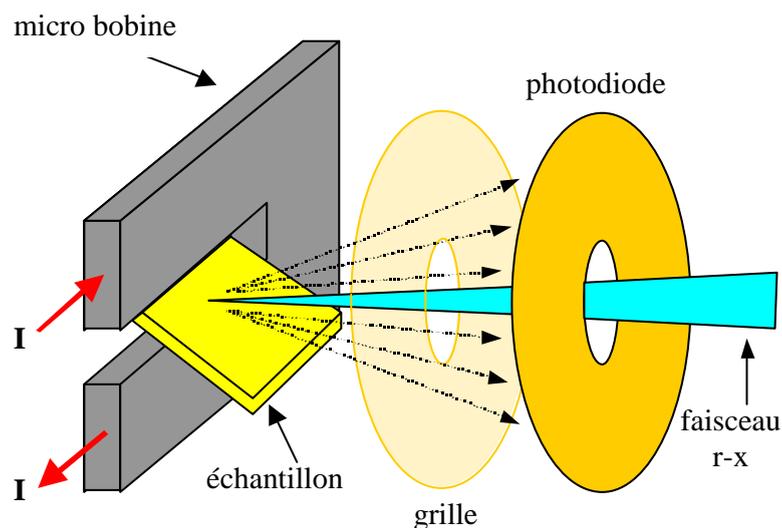


Figure 4.12: Schéma du montage de l'échantillon sur la micro bobine (champ dans le plan) et détection de la fluorescence avec une diode de silicium de grande surface. Une grille métallique polarisée à -250 V évite que les électrons sortant de l'échantillon atteignent la diode.

faisceau de photons avant d'arriver sur l'échantillon), de façon à compenser les variations d'intensité du faisceau direct. Le signal de I_0 vient du courant sur le dernier miroir de focalisation verticale.

4.3.3 Technique de mesure dynamique

Les mesures de XMCD dynamiques sont également basées sur l'approche pompe-sonde, déjà décrite antérieurement pour les rayons X durs. Cela limite l'utilisation de l'ESRF au mode de remplissage "single bunch". La synchronisation des paquets de photons avec les impulsions de champ est faite avec un générateur de délai (DG535 – Stanford Research Systems) déclenché par le signal électrique de référence provenant d'un diviseur de fréquence équivalent à celui déjà décrit sur la ligne ID24. La référence de phase zéro est donnée par une photodiode rapide (Hamamatsu C558) qui regarde la lumière visible du faisceau de photons dans une section de la ligne avant le monochromateur. Le délai entre l'impulsion de champ et le paquet de photons peut être contrôlé avec un pas de temps minimum de 10 ps, cependant la résolution temporelle est définie essentiellement par la largeur du paquet de photons qui est de 100 ps.

4.4 Mesures avec les rayons X mous: vannes de spins et jonctions tunnel

Depuis sa découverte²¹, la magnétorésistance géante (GMR) constitue le centre d'une partie importante des recherches actuelles dans le magnétisme. C'est partiellement dû à son importance comme phénomène fondamental aussi bien que son potentiel pour des applications. Les hétérostructures composées de deux couches ferromagnétiques (telles que le Co et le $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) séparées par une couche non magnétique sont intensivement étudiées comme élément de base des têtes de lecture magnétiques, mémoires non volatiles et de transducteurs de champ magnétique.²² La couche non magnétique largement utilisée initialement est une couche de Cu (structure appelée vanne de spins) mais ces dernières années de larges valeurs de GMR ont été observées dans des systèmes où la couche de Cu est substituée par une couche isolante mince (1-2 nm) comme Al_2O_3 .²³ (jonction tunnel).

Les configurations antiparallèle (AP) et parallèle (P) de l'aimantation des deux couches ferromagnétiques (FM) dans une vanne de spin peuvent représenter les deux états d'un bit: dans l'état AP la résistance est haute tandis qu'elle est basse dans l'état P. La lecture de l'information exige seulement une mesure de résistance tandis que l'écriture implique la

commutation de l'aimantation d'une des couches FM (la couche libre ou douce) sans affecter l'état magnétique de la couche de référence (la couche dure). Pour bien définir l'état AP, une anisotropie uniaxiale est introduite lors de la réalisation des couches magnétiques. Plusieurs techniques sont utilisées pour obtenir cette anisotropie. Les échantillons ici étudiés ont une anisotropie uniaxiale parallèle au plan de la couche grâce à une modulation de la topologie du substrat de silicium.

Les applications des vannes de spins et jonctions tunnel impliquent le renversement de l'aimantation d'une seule des couches ferromagnétiques, normalement la couche libre. L'étude de la dynamique de ce renversement est de fait importante spécialement dans la fenêtre de temps qui concerne la lecture des disques durs (nanosecondes). Une telle étude peut être menée par la lecture directe de la magnétorésistance (signal électrique) de la structure à partir de l'application d'une impulsion de champ magnétique. Des études récentes ont été faites par Koch *et al.* à IBM ²⁴ où la réponse dynamique d'une couche de FeNi est mesurée dans un système Co/Al₂O₃/FeNi. Comme la mesure de la magnétorésistance donne une valeur corrélée à la direction du vecteur aimantation d'une couche FM par rapport à l'autre, il est difficile de déterminer si la couche dure a aussi été retournée par le champ appliqué. Dans ses mesures, Koch suppose que la couche dure ne se renverse pas étant donné les faibles amplitudes de champ utilisées et aussi le fait que la couche de Co est ancrée par une autre dans un arrangement antiparallèle (Co/Ru/Co), ce qui rend l'ensemble magnétiquement plus dur.

Pour ce type de système, le XMCD résolu en temps semble idéal car les deux couches FM peuvent être sondées séparément, puisque composées d'éléments différents. Le renversement d'aimantation de chaque couche peut être suivi indépendamment en choisissant l'énergie des photons de rayons X correspondante à chaque élément de la couche. On mesure de façon absolue l'aimantation de la couche dure durant le renversement de la couche libre.

Dans le cadre de la collaboration avec l'Unité Mixte CNRS/Thomson (F. Petroff *et al.*), une série de vannes de spins fabriquées dans ce laboratoire a été étudiée.

4.4.1 Système Co_(50Å)/Cu_(x)/FeNi_(50Å)

Les vannes de spins ici étudiées ont été déposées par MBE (Molecular Beam Epitaxy) sur des substrats de silicium vicinal (111), désorientés vers la direction [1 1 -2] de 8°. Afin d'induire une anisotropie uniaxiale dans les couches magnétiques, les substrats ont subi un traitement thermique spécifique qui crée une surface faite de terrasses plates séparées par des

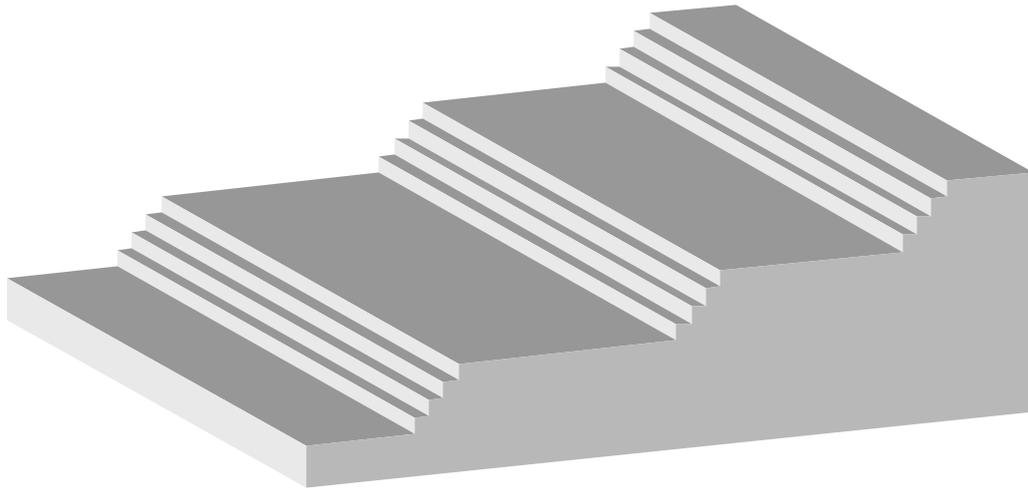


Figure 4.13: Schéma approximatif du substrat de silicium (111) désorienté de 8° vers la direction $[1\ 1\ -2]$ après traitement thermique. Les terrasses plates sont longues d'environ $800\ \text{\AA}$ tandis que les marches rassemblées créent des sauts de l'ordre de $100\ \text{\AA}$.

facettes faites de rassemblements de marches (Figure 4.13), avec une modulation transversale.²⁵ Les mesures d'aimantation montrent une anisotropie magnétique uniaxiale de l'ordre de $30\ \text{mT}$ pour le Co et $6\ \text{mT}$ pour le FeNi, induite dans le plan de la couche par la topologie du substrat, avec l'axe facile parallèle aux marches. Plus de détails au sujet de la croissance et caractérisation de ces vannes de spins sur les substrats anisotropes de silicium peuvent être trouvés dans [Ref ²⁶].

La Figure 4.14 montre schématiquement la structure des couches. La couche tampon (buffer) est composée de $\text{Cu}_{(3\text{\AA})}/\text{Au}_{(30\text{\AA})}/\text{Cu}_{(20\text{\AA})}$ déposée directement sur le substrat de Si. La couche protectrice est composée de $\text{Cu}_{(20\text{\AA})}/\text{Au}_{(15\text{\AA})}$. La structure magnétique proprement dite est composée par $\text{Co}_{(50\text{\AA})}/\text{Cu}_{(x)}/\text{FeNi}_{(50\text{\AA})}$, le Cu ayant une épaisseur variable.

Pour étudier le couplage magnétique entre les deux couches FM, trois épaisseurs de cuivre ont été choisies : $60\ \text{\AA}$, $80\ \text{\AA}$ et $100\ \text{\AA}$. Les cycles d'hystérésis macroscopiques (magnétomètre à gradient de champ - GFM) quasi statiques pour les trois épaisseurs sont montrés dans la Figure 4.14. A n'importe quelle valeur du champ appliqué, il y a un couplage parallèle entre les deux couches ferromagnétiques pour les épaisseurs de cuivre de $60\ \text{\AA}$ et $80\ \text{\AA}$, les moments magnétiques du FeNi et du Co sont donc toujours alignés parallèlement entre eux. Pour la vanne de spin avec une épaisseur de cuivre de $100\ \text{\AA}$, dans la région entre 2 et $5\ \text{mT}$ les moments magnétiques du FeNi sont antiparallèles à ceux du Co. On peut s'interroger si le

fort couplage parallèle des vannes de spins avec 60 et 80 Å de cuivre pour les champs quasi statiques perdue dans le domaine des hautes fréquences.

4.4.1.1 XMCD statique

Les mesures ont été effectuées aux seuils $L_{2,3}$, qui correspondent aux transitions électroniques $2p \rightarrow 3d$. Le signal d'absorption des rayons X est mesuré par le rendement de fluorescence totale émise par l'échantillon, comme déjà décrit précédemment. La Figure 4.15 nous montre les spectres d'absorption pour le Fe, Co et Ni ($x_{Cu}=100$ Å), obtenus avec la polarisation circulaire droite et gauche, en présence d'un champ magnétique statique de 5mT, suffisant pour saturer l'aimantation de toute la couche. Dans la même figure est montré le signal de XMCD respectif pour chaque élément qui est donné par la différence entre les deux spectres. L'amplitude absolue de l'absorption du fer est la plus faible car il est composant minoritaire dans l'alliage FeNi (20%). Les amplitudes du signal de XMCD correspondent à la condition de saturation magnétique pour chacune des couches.

Dans le but d'avoir la meilleure qualité de signal en un minimum de temps, les mesures suivantes (cycles d'hystérésis et dynamique) sont effectuées à une énergie de photon constante, celle où le signal de XMCD est le plus important pour l'élément donné. C'est à dire aux sommets des seuils d'absorption L_3 situés respectivement en énergie pour le Fe, Co et Ni à 707, 778 et 853 eV. En outre, la réponse de la couche de FeNi sera donnée par le signal du Ni : dans l'alliage FeNi le couplage entre les deux éléments se fait par échange, aucune différence de comportement magnétique n'est observée dans les échelles de temps sondées.

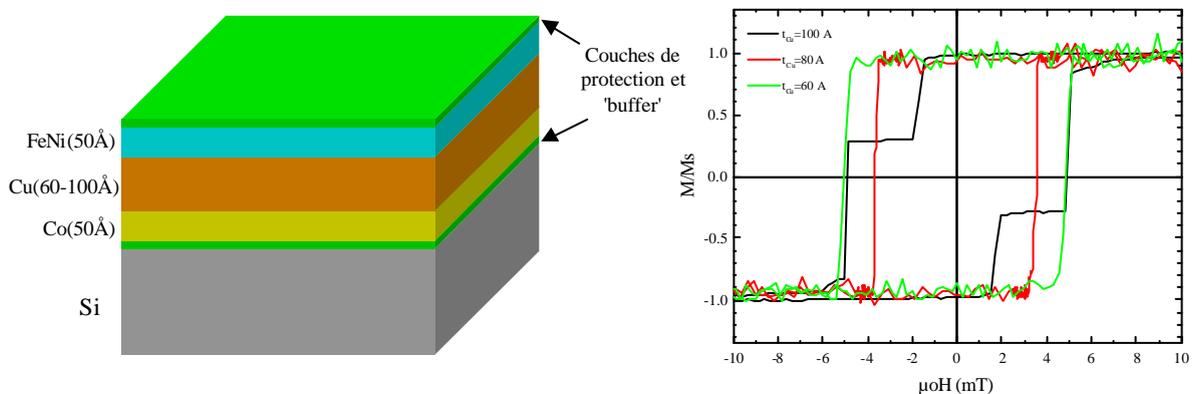


Figure 4.14 : Structure physique des couches et respectifs cycles d'hystérésis pour les trois épaisseurs de la couche non magnétique de cuivre. Pour 60 Å et 80 Å de Cu, les couches dure et libre commutent ensemble.

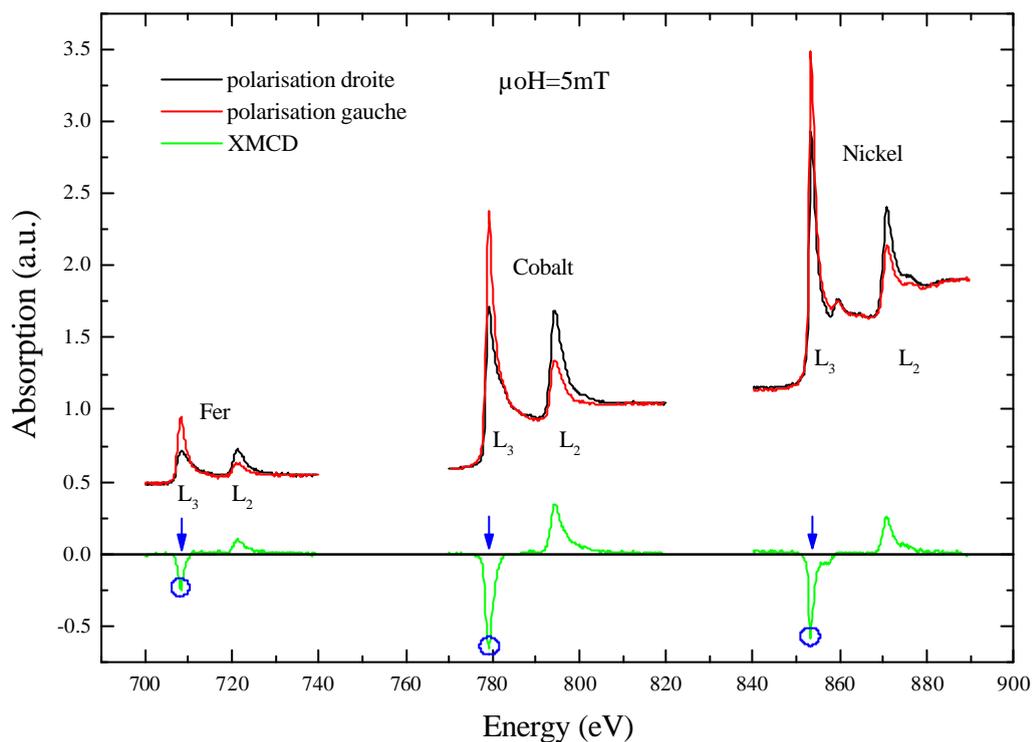


Figure 4.15 : Spectres d'absorption des trois éléments magnétiques présents dans les vanes de spins.

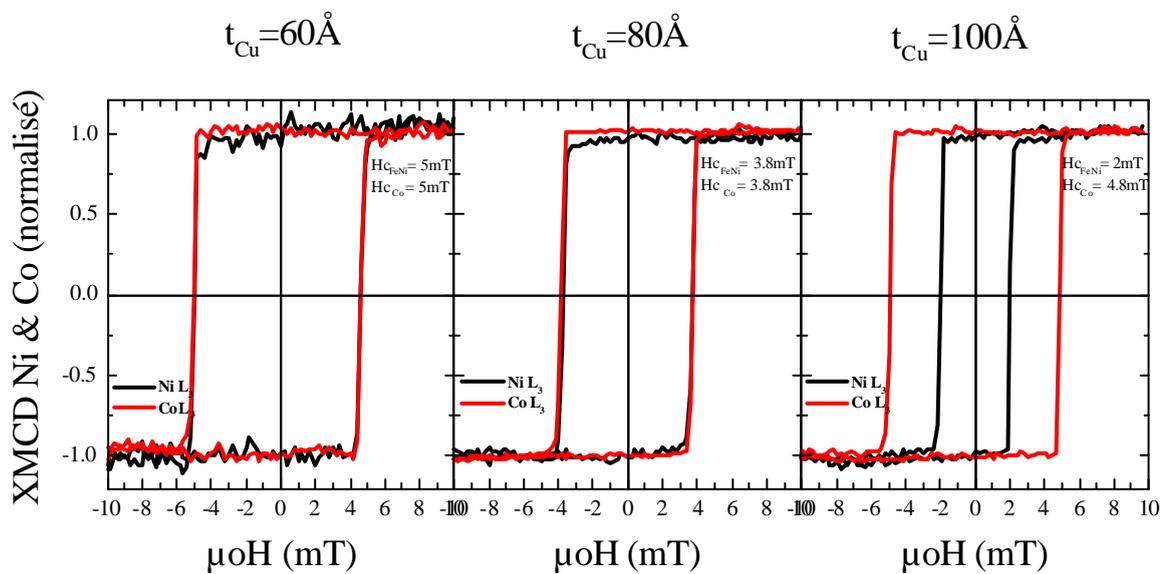


Figure 4.16 : Cycles d'hystérésis quasi-statiques sélectifs obtenus par XMCD aux seuils L_3 du Co et Ni pour les trois épaisseurs de la couche de cuivre.

La Figure 4.16 montre les cycles d'hystérésis sélectifs quasi statiques obtenus pour les trois vanes de spins avec le XMCD au seuil L_3 du Ni et Co. Ces mesures ont confirmé ce qui a été déjà montré par les mesures macroscopiques (non sélectives): les couches espacées par 60 et 80 Å de cuivre sont fortement couplées tandis que celles séparées par 100 Å de cuivre sont peu couplées. Les champs coercitifs statiques (H_c) obtenus sont rappelés dans le Tableau 4.II.

Tableau 4.II : Champs coercitifs des couches de FeNi et Co

épaisseur Cu	$\mu_0 H_c$ - FeNi	$\mu_0 H_c$ - Co
60 Å	5.0mT	5.0mT
80 Å	3.8mT	3.8mT
100 Å	2.0mT	4.8mT

Les vanes de spins espacées par 80 Å de cuivre présentent une coercitivité du Co plus faible que les deux autres. Cela en principe n'est pas lié à l'épaisseur du cuivre. Nous pensons que c'est plutôt lié à une dispersion de l'anisotropie définie par la topologie du substrat.

4.4.1.2 XMCD dynamique

Pour les mesures de XMCD dynamiques nous utilisons le champ magnétique pulsé produit par la micro bobine appliqué dans le plan de la couche, selon l'axe de facile aimantation. Un champ de polarisation statique opposé au champ pulsé est aussi appliqué pour imposer le retour de l'aimantation dans son état initial. Rappelons une fois encore que la mesure est faite par une approche stroboscopique: le signal résulte de la superposition de 10^4 mesures individuelles dans les mêmes conditions dès lors que l'état initial de l'aimantation de l'échantillon est restauré par le champ statique opposé après chaque impulsion de champ.

Le montage utilisé est montré schématiquement dans la Figure 4.17. Pour mesurer la composante de l'aimantation dans le plan, l'échantillon est monté dans la bobine avec un angle d'à peu près 30 degrés par rapport au faisceau de rayons X. Le champ magnétique appliqué sur l'échantillon dans la région centrale de la bobine possède donc une composante principale ($\cos 30^\circ = 0,87$) dans le plan et une secondaire hors du plan ($\sin 30^\circ = 0,5$). La dernière peut

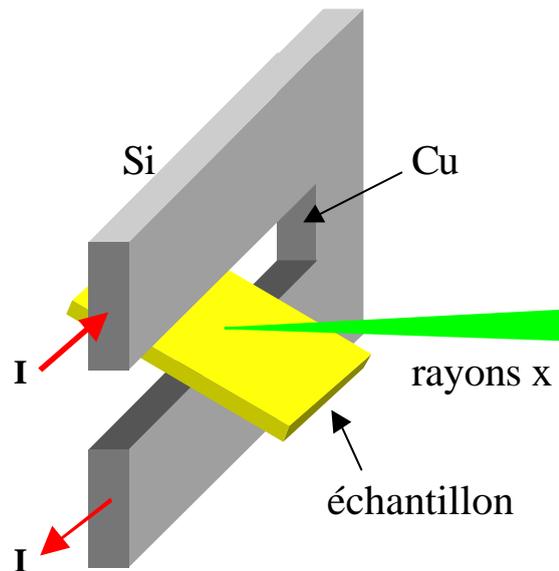


Figure 4.17 : Bobine utilisée pour l'application du champ dans le plan de l'échantillon ($\sim 30^\circ$).

être négligée car les amplitudes de champ appliquées (maximum 30 mT) sont bien inférieures au champ démagnétisant ($\mu_0 H_D \approx \mu_0 M_s \approx 1,2$ T).

La Figure 4.18 montre la forme de l'impulsion de champ magnétique appliqué, avec une largeur à mi-hauteur de 28 ± 1 ns et amplitude variable. Cette mesure a été faite par le

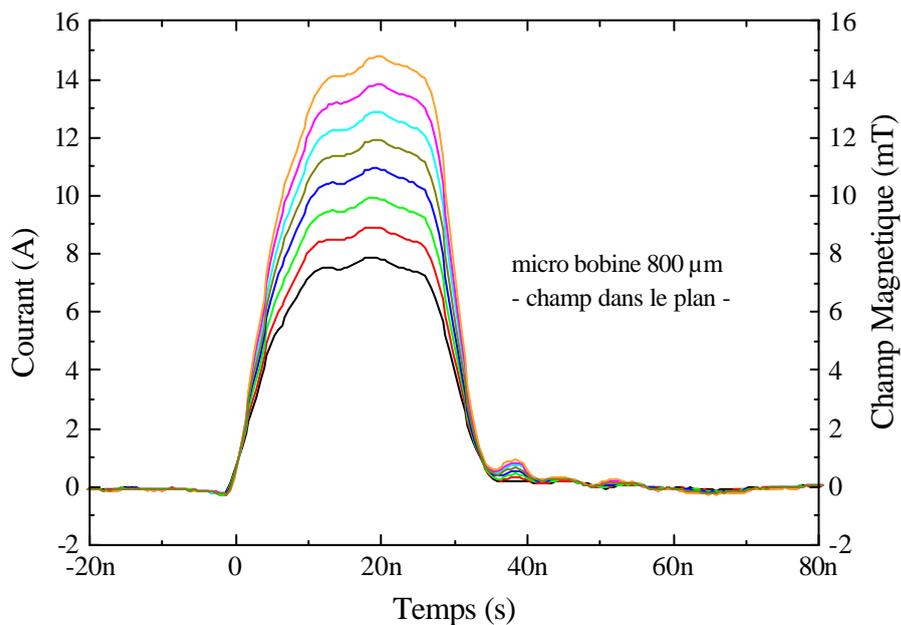


Figure 4.18 : Impulsions de courant mesurées dans la bobine pour différentes valeurs de tension d'entrée. Le champ magnétique montré sur l'axe droit correspond au calcul effectué au centre de la bobine.

courant qui passe dans la bobine, pour plusieurs tensions d'entrée de la source d'impulsions. Le champ magnétique correspondant a été calculé au centre de la bobine, compte tenu de sa géométrie.

Avant chaque cycle de mesure, l'échantillon a été soumis durant 1 min à un champ statique de 10 mT opposé au sens des impulsions, tandis que le champ pulsé était nul, dans le but de saturer l'aimantation et "effacer l'histoire" laissée par les mesures précédentes. On garantit donc des conditions initiales identiques pour chaque nouvelle mesure.

La première étude concerne la réponse des deux couches magnétiques (libre et dure) dans l'échantillon avec 100 Å d'espacement de Cu. Les deux couches étant faiblement couplées dans les mesures statiques, on s'attend à des réponses dynamiques différentes pour chaque couche. La Figure 4.19 montre la réponse dynamique de chaque couche à travers les mesures de XMCD au seuil L_3 du Ni (couche libre) et au seuil L_3 du Co (couche dure). Une amplitude constante de l'impulsion, ainsi qu'un champ de polarisation fixe (5mT) ont été établis, tandis que la largeur de l'impulsion a varié entre 20 et 60 ns. Les mesures montrent

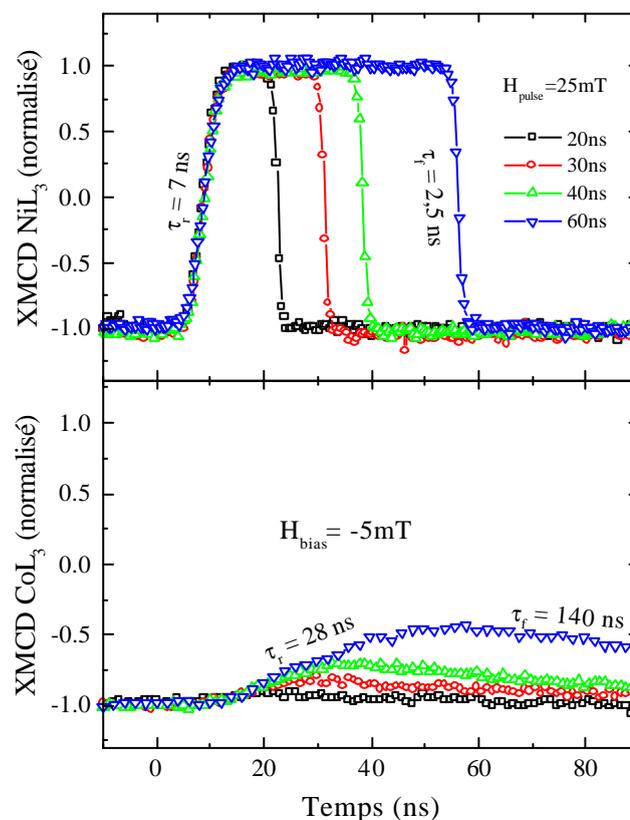


Figure 4.19 : Réponse dynamique de la couche libre (Ni) et dure (Co) en fonction de la largeur de l'impulsion (20, 30, 40 et 60 ns), avec amplitude fixe de 25 mT. Le champ de polarisation opposé est de 5 mT.

que la couche libre se renverse rapidement pour n'importe quelle largeur d'impulsion, tandis que la couche dure commence à peine à se renverser ($\sim 15\%$ pour l'impulsion 60 ns). Cette différence de temps de renversement est bien attendue car le champ coercitif statique de la couche dure est plus important que celui de la couche libre. Pour une application comme vanne de spin, l'intérêt est de garder fixe l'aimantation de la couche dure pour n'importe quelle largeur d'impulsion appliquée. Ceci n'est pas le cas ici car le Co se renverse avec une vitesse d'approximativement 0,015 Ms/ns, le renversement complet pouvant se faire en 140ns.

La deuxième étude, concernant le couplage magnétique dynamique entre les couches libre et dure, compare les réponses des vanes de spins avec différentes épaisseurs de Cu (60, 80 et 100 Å). Le champ de polarisation a été fixé à -5 mT, tandis que l'amplitude de l'impulsion varie de 14 à 28 mT avec une largeur constante de 30 ns. La Figure 4.20 montre l'ensemble des résultats obtenus pour les deux éléments (Ni et Co) et les trois épaisseurs de Cu. Pour la vanne de spin avec 60 Å de cuivre, le couplage entre les couches dure et libre est suffisamment fort pour qu'il n'y ait pas des différences visibles dans leur réponse dynamique. Le retournement de la couche de FeNi est déterminé par le Co, auquel il est fortement couplé.

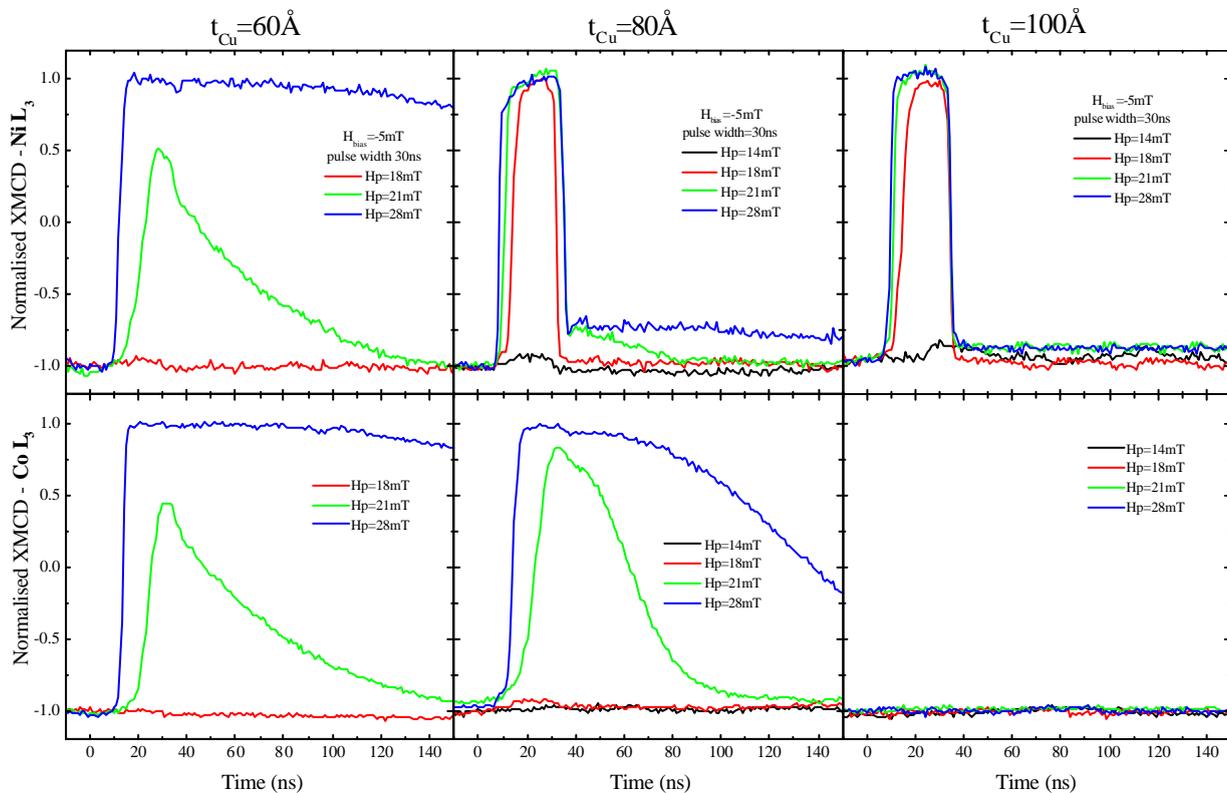


Figure 4.20 : Réponse dynamique de la couche libre (Ni) et dure (Co) en fonction de l'amplitude de l'impulsion (14, 18, 21 et 28 mT), avec largeur fixe de 30 ns e champ de polarisation opposé de 5 mT.

Avec le Cu à 100 Å seulement la couche douce répond dynamiquement à l'impulsion. La couche dure reste saturée dans son état initial. Ce comportement est similaire à celui déjà observé dans la Figure 4.19.

Le comportement dynamique de l'échantillon avec 80 Å de Cu est pourtant bien différent de ce que pourrait être attendu à partir de l'analyse du couplage statique. En effet la couche libre se montre faiblement couplée à la couche dure, ayant une réponse dynamique assez semblable à celle de l'échantillon à 100 Å de Cu (pour la majeure partie de la couche). La couche dure répond à l'impulsion de champ pour les amplitudes plus élevées. On peut aussi observer qu'une partie de la couche douce semble avoir un fort couplage avec la couche dure, puisque après un renversement rapide ($H_p=21$ mT et 28mT) il reste une partie plus lente qui suit le renversement de la couche dure. Ceci est montré plus en détail dans la Figure 4.21.

La méthode de dépôt des couches par MBE, peut entraîner la formation de films de cuivre d'épaisseur non homogène. Cela peut provoquer, dans ces systèmes multicouches, un couplage plus fort entre la couche dure et libre dans certains endroits dès lors que l'épaisseur atteint 60 Å par exemple. C'est probablement le cas de la vanne de spin à 80 Å de Cu, car la partie du FeNi qui est en "contact magnétique" avec le Co possède la même dynamique. Dans ce cas là, cette partie représente à peu près 15% de la surface de la couche, si l'on prend le rapport direct des amplitudes du signal de XMCD. En outre les marches présentes dans le substrat entraînent une rugosité additionnelle importante qui peut elle aussi

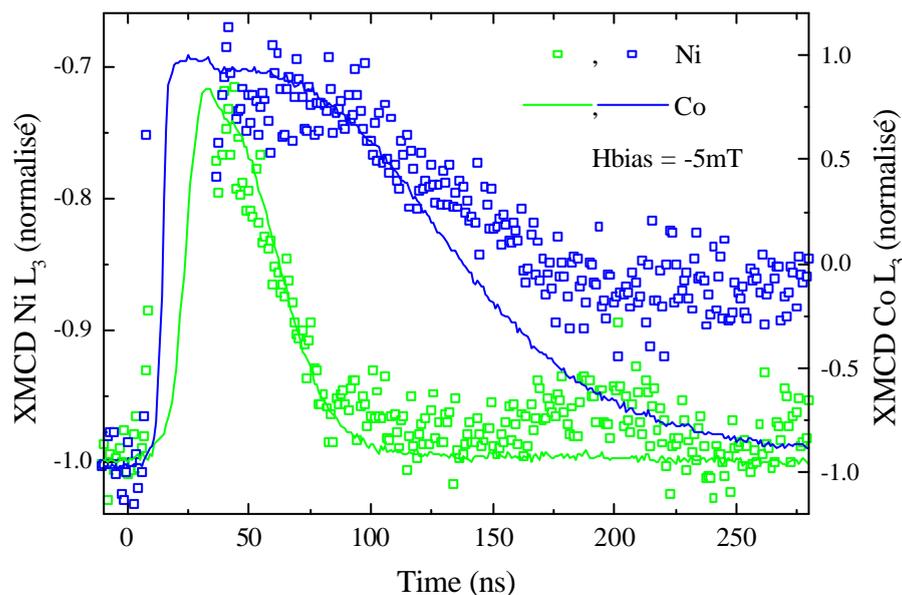


Figure 4.21 : Superposition des réponses dynamiques du Co et Ni (x 6,7) pour la vanne de spins avec 80 Å de Cu.

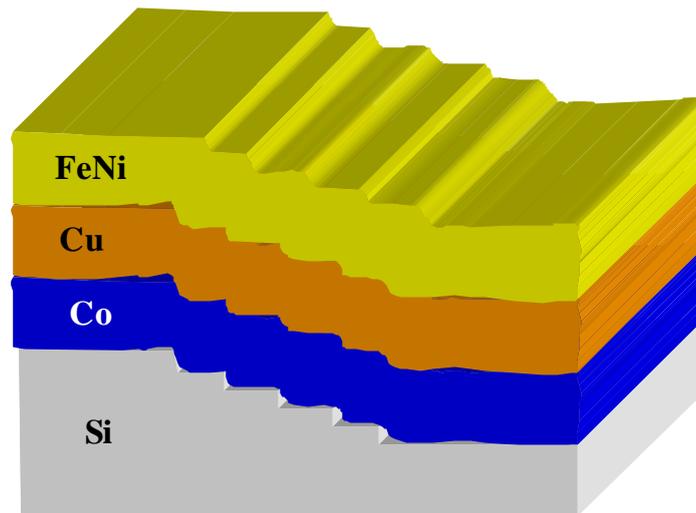


Figure 4.22 : Représentation schématisée des rugosités présentes dans la couche de cuivre, faisant que dans certains endroits la distance entre les couches magnétiques soit telle qu'il y a un fort couplage magnétique.

contribuer à l'augmentation du couplage magnétique (Figure 4.22).

Le couplage entre deux couches ferromagnétiques espacées par une couche non magnétique en présence d'une certaine rugosité (modulation de la surface) avait déjà été étudié par Néel.²⁷ Plus récemment Chopra *et al*²⁸ ont utilisé avec succès ce modèle pour expliquer le couplage plus important que celui prédit par la théorie RKKY²⁹ dans des hétérostructures du type vanes de spins. Ce modèle tient en compte l'amplitude de ces rugosités aussi bien que leur période.

Pour le cycle d'hystérésis quasi statique les couches libre et dure semblent complètement couplées car, par rapport au temps de mesure (quelques minutes), les domaines nucléés peuvent se propager assez rapidement dans toute la couche.

4.4.2 Système $\text{Co}_{(100\text{\AA})}/\text{Al}_2\text{O}_{3(20\text{\AA})}/\text{FeNi}_{(50\text{\AA})}$

Différentes des vanes de spins présentées précédemment, ces systèmes appelés jonctions tunnel contiennent comme couche séparatrice non magnétique une couche isolante de Al_2O_3 à la place du cuivre. La conductance au travers de la barrière isolante se fait par courant tunnel. La magnétorésistance obtenue à température ambiante est plus importante que celle des vanes de spins, pouvant atteindre valeurs de l'ordre de 25% voir plus²² et présentent aussi une résistance électrique bien plus grande.

Les échantillons étudiés ici ont été déposés par pulvérisation cathodique sur le même type de substrat de silicium décrit antérieurement. Une anisotropie uniaxiale est toujours

présente (12 mT pour la couche de Co, 4 mT pour la couche de FeNi), définissant un axe facile selon les marches du substrat. La couche d'alumine à 20 Å est obtenue à partir d'une couche de 15 Å d'aluminium oxydée sous un plasma d'oxygène.³⁰

4.4.2.1 XMCD statique

La Figure 4.23 montre les cycles d'hystérésis sélectifs quasi statiques des couches libre et dure obtenus avec le XMCD au seuil L_3 du Ni et Co. Il est clair que le couplage entre les couches est relativement faible, car le renversement de l'aimantation de chaque couche se fait à des champs nettement différents (3 mT pour le Co; 1,7m T pour le FeNi). À partir des cycles mineurs du FeNi obtenus avec des mesures macroscopiques, le couplage statique entre les deux couches a été déterminé comme étant 1,1 mT.

Les mesures de résistivité dans ces jonctions tunnel ont montré qu'il n'y a pas de contact direct entre les couches métalliques, ce qui confirme l'absence de défauts du type "pin holes" dans la couche d'alumine.

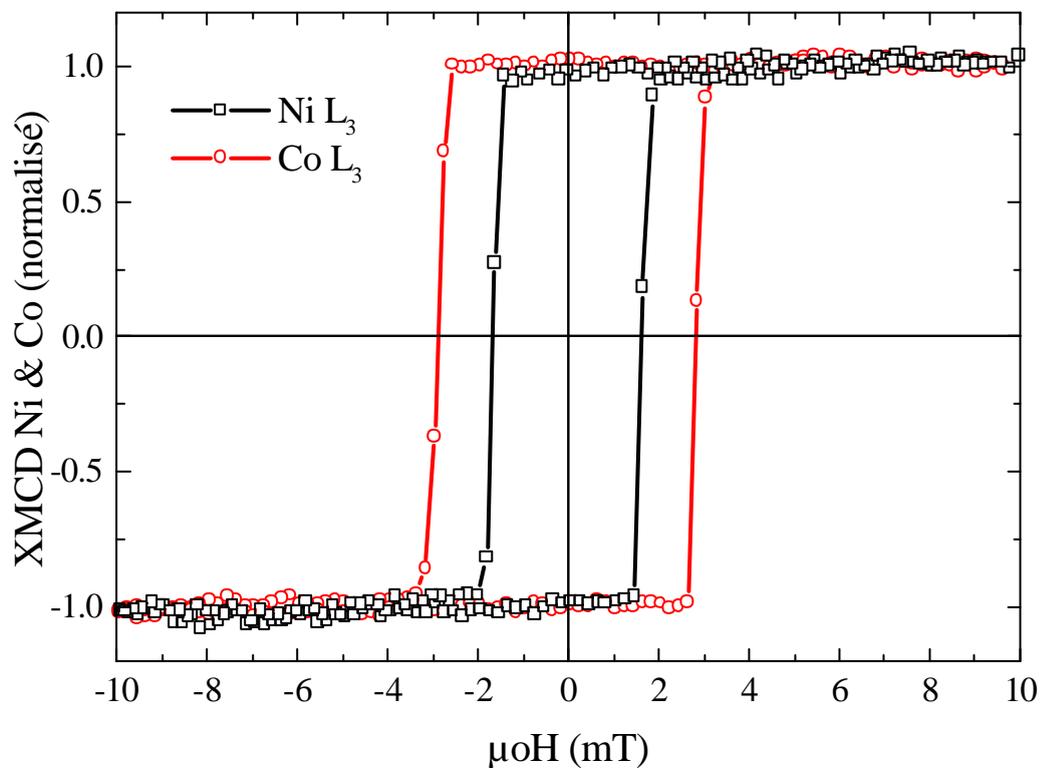


Figure 4.23: Cycles d'hystérésis sélectifs obtenus aux seuils L_3 du Ni et Co pour l'échantillon $Co_{(100\text{\AA})}/Al_2O_{3(20\text{\AA})}/FeNi_{(50\text{\AA})}$.

4.4.2.2 XMCD dynamique :

Les mesures dynamiques ont été effectuées de la même façon décrite auparavant pour les vannes de spins. La vitesse de retournement de la couche douce a été analysée en fonction de l'amplitude du champ pulsé, en gardant constants la largeur de l'impulsion (30 ns) et le champ de polarisation opposé (-5 mT). Dans toutes conditions, la couche dure reste saturée dans le sens du champ de polarisation. Ces mesures sont montrées dans la Figure 4.24 (a), où on peut observer que le temps de montée de l'aimantation est d'autant plus court que l'amplitude de champ est grande. Le temps de descente est essentiellement constant car le retour de l'aimantation à l'état initial est entraîné par le champ de polarisation fixe de -5 mT. Ces temps peuvent être mieux observés dans la Figure 4.1 (b) à travers la dérivée du signal de XMCD. La largeur apparente de l'impulsion change en fonction de l'amplitude à cause de son format plutôt trapézoïdal associé au fait d'avoir un champ de polarisation opposé.

À partir de ces mesures, les temps caractéristiques de renversement ont été obtenus et sont représentés dans la Figure 4.25. Un ajustement de la courbe a été obtenu en utilisant le modèle du champ coercitif dynamique (H_{CR}) proposé par Sharrock.³¹

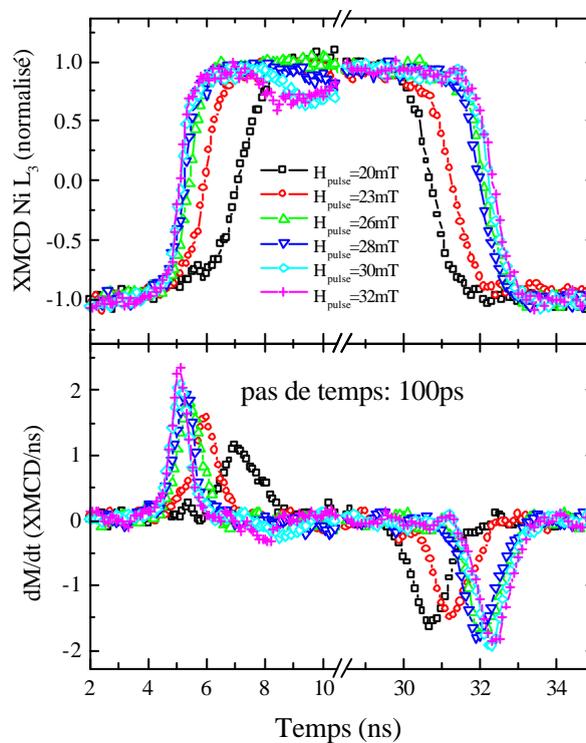


Figure 4.24 : Réponse dynamique de la couche libre obtenue au seuil L_3 du Ni pour l'échantillon $Co_{(100\text{\AA})}/Al_2O_{3(20\text{\AA})}/FeNi_{(50\text{\AA})}$.

$$H_{CR}(\mathbf{t}) = H_A \left(1 - C [\log(f_0 \mathbf{t})]^n \right) \quad [3]$$

où:

H_A : champ d'anisotropie

C : constante liée à la viscosité magnétique

$t_0 = 1/f_0$: temps moyen de relaxation dû aux fluctuations thermiques (de l'ordre de 1 ns)

τ : largeur de l'impulsion magnétique

Les paramètres du modèle ont été choisis en tenant compte la minimisation de l'erreur par rapport aux points expérimentaux. Les valeurs de f_0 et n utilisées sont en bon accord avec la littérature.^{32, 33} La constante C représente la viscosité magnétique et dépend fortement du matériau et conditions de croissance. Avec les paramètres obtenus le champ coercitif dynamique peut être extrapolé dans une grande gamme de temps supérieurs à t_0 .³⁴

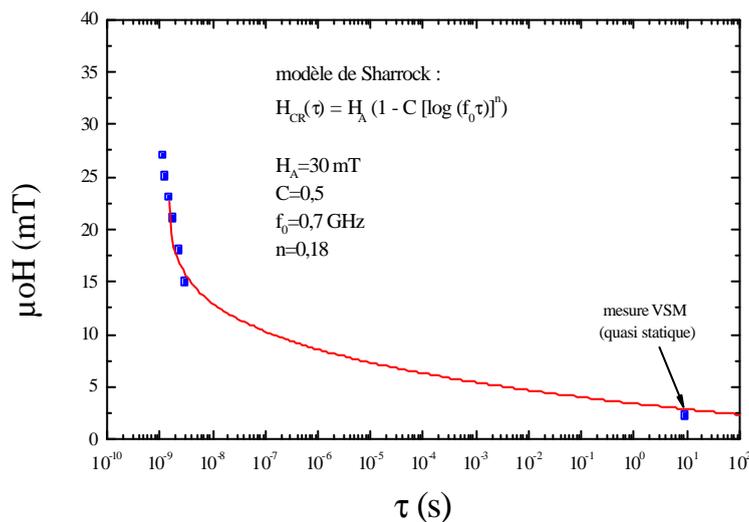


Figure 4.25: Ajustement des temps de renversement par le modèle de Sharrock

4.4.3 Système $\text{Co}_{(100\text{\AA})}/\text{Al}_2\text{O}_{3(20\text{\AA})}/\text{FeNi}_{(50\text{\AA})}$ sous la forme de plots :

L'intérêt d'étudier les jonctions tunnel sous la forme d'objets micrométriques vient des possibilités d'application aux mémoires magnétiques du type MRAM (Magnetic Random Access Memory).³⁵ Ce type de mémoire statique et non volatile est un candidat sérieux au remplacement des mémoires à semi-conducteur, puisqu'il garantit la permanence des données, ne nécessitant pas une source d'énergie externe pour un rafraîchissement. De plus, grâce à l'absence de parties mécaniques mobiles (ce que les rend très fiables), il est envisageable, à

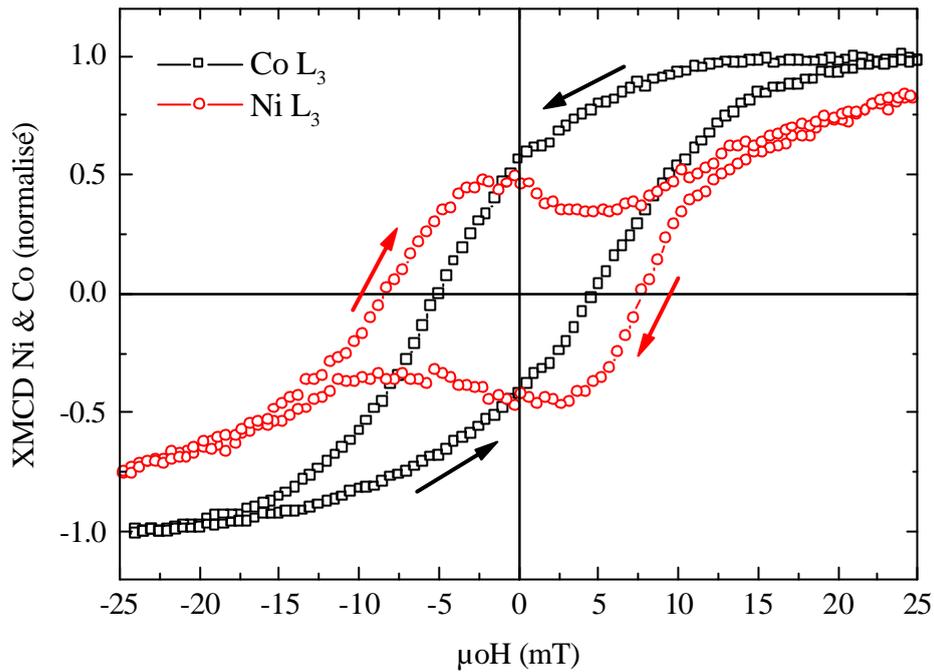


Figure 4.26 : Cycles d'hystérésis sélectifs obtenus aux seuils L_3 du Ni et Co pour les plots de $1,3\mu\text{m}$ de $\text{Co}_{(100\text{\AA})}/\text{Al}_2\text{O}_3(20\text{\AA})/\text{FeNi}_{(50\text{\AA})}$. A $H=0$ le couplage est antiparallèle, ce qui permet de "fermer" le circuit magnétique de chaque plot.

long terme, qu'elles puissent se substituer aux disques durs qui présentent encore des problèmes de fiabilité d'origine mécanique.

4.4.3.1 XMCD statique

À partir d'une couche continue obtenue comme décrit antérieurement, des objets sous la forme de plots carrés de $1,3\mu\text{m}$ de côté espacés de $1,7\mu\text{m}$ ont été définis par lithographie suivie d'une attaque chimique. Grâce à leur taille, l'interaction dipolaire magnétique joue un rôle important et définit un couplage antiparallèle (en absence de champ externe) entre les couches dure et libre, contrairement à ce qui se passe pour la couche continue. La Figure 4.26 montre un cycle d'hystérésis quasi statique des deux couches obtenu par XMCD. La couche dure possède un comportement standard dû à sa plus grande coercitivité. La couche libre présente un cycle inversé à celui de la couche dure pour les champs appliqués faibles (couplage dipolaire), tendent à s'aligner avec le champ au fur et à mesure que celui-ci augmente. La couche douce nécessite plus de 25 mT pour être saturée parallèlement à la couche de Co.

4.4.3.2 XMCD dynamique :

Les mesures de XMCD dynamiques ont été faites avec plusieurs conditions du champ de polarisation. Nous avons sélectionné celle où le champ de polarisation compense le champ dipolaire induit sur la couche libre (-8 mT), c'est à dire, son aimantation globale est nulle (Figure 4.27). Une fois que l'impulsion de champ est appliquée, la couche libre a une réponse quasi instantanée, tandis que la couche dure nécessite d'un temps de quelques nanosecondes pour arriver à son état final. Cette différence de vitesse induit un renversement en deux étapes de la couche libre: i) le FeNi suit l'impulsion jusque ce que le Co réagisse dynamiquement (0 – 5 ns); ii) une fois que l'aimantation du Co s'inverse, son champ dipolaire agit sur le FeNi dans le sens opposé à celui de l'impulsion, ce qui ramène le FeNi à un état d'équilibre défini par l'ensemble des champs présents. L'effet équivalent peut être aussi observé à la descente du champ pulsé. Ceci étant, la couche libre se comporte comme un senseur des variations temporelles du champ.

Nous avons comparé la vitesse de retournement de la couche libre dans des plots et dans un film continu (Figure 4.28). La vitesse de retournement des plots est plus importante

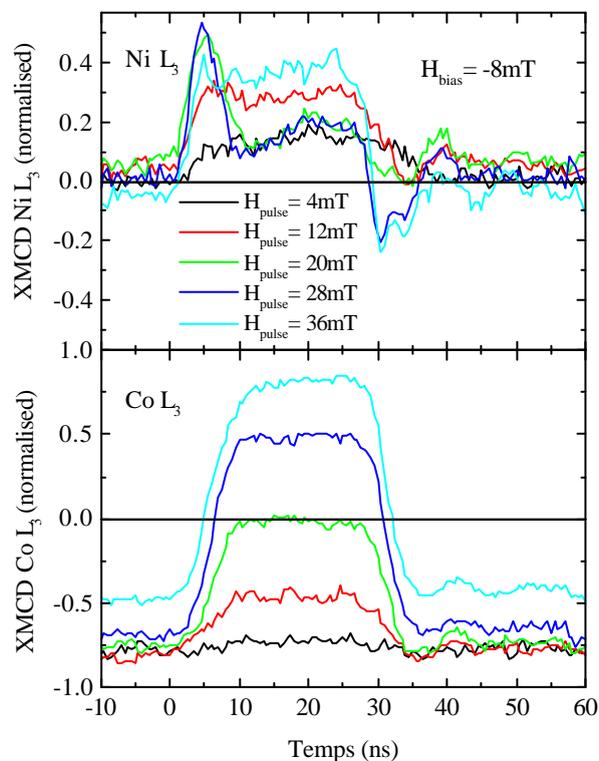


Figure 4.27 : Réponse dynamique des couches libre (Ni) et dure (Co) pour les plots de 1,3 µm en fonction de l'amplitude de l'impulsion (4, 12, 20, 28 et 36 mT), avec largeur fixe de 30 ns et champ de polarisation opposé de 8 mT.

que celle du film continu. Ceci peut s'expliquer par une propagation des parois de domaines limitée aux bords des plots tandis que pour le film continu la propagation peut s'étendre jusqu'au bord de l'échantillon. La vitesse de propagation de paroi étant définie par le matériau et le champ appliqué ³⁶, le renversement se fera d'autant plus vite que la distance parcourue est petite.

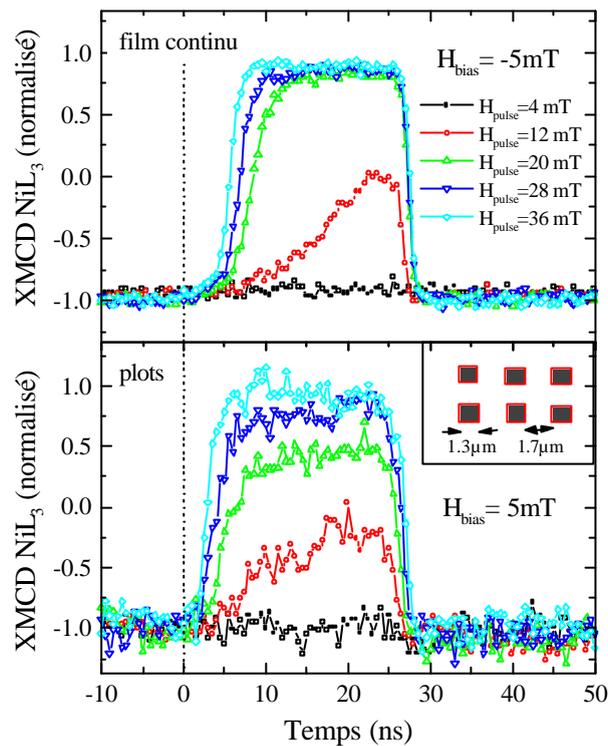


Figure 4.28 : Réponse dynamique de la couche libre dans: (a) film continu; (b) plots carrés de 1,3 μm espacés entre eux de 1,7 μm .

En outre dans les plots la quantité d'aimantation renversée (extraite de l'amplitude du signal de XMCD) est proportionnelle à l'amplitude du champ pulsé. Ceci est cohérent avec une distribution du champ coercitif de plots découplés entre eux, qui rend le renversement progressif en fonction de l'amplitude du champ.

4.5 Conclusions ^{37, 38, 39}

Les mesures de XMCD résolu en temps à l'échelle de la nanoseconde se sont montrées d'un grand intérêt pour l'étude de phénomènes de renversement de l'aimantation. Grâce à la sélectivité en espèce chimique liée à la résolution temporelle ultime de 100 ps, la technique reste unique pour l'étude de systèmes magnétiques hétérogènes du type vanne de spin et jonction tunnel.

Les mesures ici présentées restent une moyenne de l'aimantation sur des dimensions millimétriques (taille du faisceau x). Les simulations de micro magnétisme nous apprennent que le renversement de l'aimantation de petites structures peut assumer un comportement spatial assez complexe. Dans le but de mieux comprendre les processus de renversement de l'aimantation des couches magnétiques en temps et en espace, on envisage d'adapter les micro bobines et la technique de mesure dynamique à un microscope du type PEEM. Un tel système permettrait la visualisation des domaines magnétiques avec une résolution spatiale sous-micrométrique et une résolution temporelle mieux que la nanoseconde.

4.6 Références

-
- ¹ J. Stohr, R. Jaeger, Phys. Rev. B, **27**, 5146 (1983).
 - ² B.T. Thole, P. Carra, F. Sette, and G. van-der-Laan, Phys. Rev. Lett., **68**, 1943 (1992).
 - ³ P. Carra, M. Altarelli, W. Xindong, Phys. Rev. Lett., **70**, 694 (1993).
 - ⁴ P. Carra, H. König, B.T. Thole, and M. Altarelli, Physica-B, **192**, 182 (1993).
 - ⁵ A.D. Smith *et al.*, J. Synchrotron Rad., **5**, 1108 (1998).
 - ⁶ http://www.esrf.fr/exp_facilities/ID24/handbook/handbook.html
 - ⁷ L. Varga *et al.*, J. Synchrotron Rad., **6**, 1125 (1999).
 - ⁸ C. Giles *et al.*, Rev. Of Sci. Inst., **66**, (1995).
 - ⁹ S. Pizzini *et al.*, J. Synchrotron Rad., **5**, 1298 (1998).
 - ¹⁰ R Tucoulou *et al.*, J. Synchrotron Rad., **5**, 1357 (1998).
 - ¹¹ S. Rafai, rapport de stage de Maîtrise en Physique, Université D. Diderot-Paris7 (2000).
 - ¹² L. Landau and E. Lifshitz, Physik Z. Sowjetunion, **8**, 153 (1953).
 - ¹³ D. Weller and A. Moser, IEEE Trans. on Magnetics, **35**, 4423 (1999).
 - ¹⁴ D. N. Lambeth *et al.*, J. Appl. Phys., **79**, 4496 (1996).
 - ¹⁵ S. David and D. Givord, Journal of Alloys and Compounds, **281**, 6 (1998).
 - ¹⁶ J. Stöhr and Y. Wu, in "New Directions in Research with Third-Generation Soft X-Ray Synchrotron Radiation Sources", NATO ASI Series, Series E: Applied Sciences - Vol. 254, Eds. A.S.Schlachter and F.J.Wuilleumier, pag. 221 (1994).
 - ¹⁷ B. D. Cullity, *Introduction to Magnetic Materials* (Addison-Wesley, Reading, 1972).
 - ¹⁸ D. Raoux, Neutron and Synchrotron radiation for Condensed Matter Studies I, chapter 2, editors J. Baruchel *et al.* (1994)
 - ¹⁹ http://www.esrf.fr/exp_facilities/ID12B/handbook/handbook.html

-
- ²⁰ S. Eisebitt, T. Böske, J.–E. Rubensson, and W. Eberhardt, Phys. Rev. B, **47**, 14103 (1993).
- ²¹ M.N. Baibich et al, Phys. Rev. Lett. **61**, 2472 (1988).
- ²² G. Prinz, Physics Today **48**, 58 (1995).
- ²³ J.S. Moodera et al, Phys. Rev. Lett. **74**, 3273 (1995).
- ²⁴ R. H. Koch *et al.*, Phys. Rev. Lett., **81**, 4512 (1998).
- ²⁵ M. Sussiau *et al.*, App. Phys. Lett., **69**, 857 (1996).
- ²⁶ M.Sussiau *et al.*, J. Mag. Mag. Mat. **165**, 1 (1997).
- ²⁷ L. Néel, C. R. Hebd. Seances Acad. Sci **255**, 1545 (1962); L. Néel, C. R. Hebd. Seances Acad. Sci **255**, 1676 (1962)
- ²⁸ H. D. Chopra *et al.*, Phys. Rev. B., **61**, 9642 (2000).
- ²⁹ M. A. Ruderman and C. Kittel, Phys. Rev. **96**, 99 (1954); P. Bruno, Europhys. Lett. **23**, 615 (1993).
- ³⁰ F. Montaigne *et al.*, App. Phys. Lett., **76**, 3286 (2000).
- ³¹ M.P. Sharrock and J.T. McKinney, IEEE Trans. On Magn., **MAG-17**, 3020 (1981).
- ³² D.P.E. Dickson et al, J. Mag. Mag. Mat. **125**, 345 (1993).
- ³³ R.H. Victora, Phys. Rev. Lett., **63**, 457 (1989).
- ³⁴ N.D. Rizzo, T.J. Silva and A.B. Kos, Phys. Rev. Lett., **83**, 4876 (1990).
- ³⁵ J.M. Daughton, Thin Solid Films, **216**, 162 (1992).
- ³⁶ D. Jiles, "Magnetism and Magnetic Materials" (Chapman & Hall, 1991).
- ³⁷ M. Bonfim *et al.*, J. Synchrotron Rad., **5**, 750 (1998).
- ³⁸ M. Bonfim *et al.*, J. Appl. Phys., **87**, 5974 (2000).
- ³⁹ M. Bonfim *et al.*, *Element-selective sub-nanosecond magnetization dynamics in spin-valve systems*, accepté pour publication à Phys. Rev. Lett. le 17/02/2001.

5. Effet Kerr/Faraday résolu en temps

5.1 Introduction

Quand un faisceau de lumière polarisé linéairement se propage dans un matériau ferromagnétique, le faisceau sortant (réfléchi ou transmis) devient elliptiquement polarisé, avec son plan de polarisation tourné par rapport au plan de polarisation du faisceau incident.¹ Ce phénomène, connu depuis le 19^{ème} siècle, reçoit le nom d'effet Faraday pour le faisceau qui traverse le matériau et d'effet Kerr pour la partie du faisceau réfléchi par le matériau. D'une manière générale, ces effets sont de la forme $aH+bM$, où H et M sont les composantes du champ magnétique appliqué et de l'aimantation parallèles à la direction de propagation du faisceau. Le premier terme est d'origine paramagnétique ou diamagnétique, le deuxième d'origine ferromagnétique. Les effets magnéto-optiques sont liés à la biréfringence circulaire du matériau qui interagit avec la lumière, c'est-à-dire aux différents indices de réfraction de la lumière circulaire droite et gauche dans lesquelles on peut décomposer le faisceau incident. L'amplitude de l'effet magnéto-optique dépend de l'interaction spin-orbite sur les états impliqués dans la transition électronique.

Pour une source de lumière visible (1,24 eV - 3,1 eV) les effets peuvent être très importants pour les composés de terre-rares (grande interaction spin-orbite) mais ils sont assez faibles pour les métaux de transition magnétiques (contrastes de l'ordre du 1% voire inférieurs).

Les mesures d'aimantation de couches minces magnétiques basées sur les effets magnéto-optiques (en particulier l'effet Kerr) sont devenues assez courantes grâce à leur simplicité, bas coût et haute sensibilité.^{2,3} La profondeur de pénétration du faisceau visible dans des matériaux métalliques étant de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres, la mesure sonde des profondeurs proches de la surface.

La faiblesse du signal implique l'utilisation de techniques de détection capables d'améliorer le rapport signal/bruit comme les détections synchrones (amplificateur "lock-in") ou les techniques de moyenne numérique. Dans les montages traditionnels, une source de lumière polarisée linéairement (en général un laser de quelques mW de puissance) est focalisée sur l'échantillon à l'aide de lentilles, la taille du spot définissant la région sondée. Le faisceau réfléchi ou transmis est analysé par un polariseur et détecté ensuite par un senseur

photoélectrique (photodiode). A partir de l'intensité sur la photodiode on peut remonter à la valeur de l'angle de rotation, qui est proportionnelle à l'aimantation.

Les systèmes conçus pour les mesures quasi statiques possèdent une bande passante en fréquence qui va du continu à quelques centaines de Hz, la limitation supérieure étant due à la fois au système de détection et aussi à la vitesse maximale de balayage du champ magnétique (normalement crée par un électroaimant de dimensions largement supérieures à celles des échantillons).

Pour l'extension des mesures Kerr à l'étude de la dynamique rapide du retournement de l'aimantation, l'approche pompe-sonde est la plus courante. Le groupe de Freeman⁴, utilise des impulsions de champs de l'ordre de la nanoseconde pour renverser l'aimantation du système, et sonde la dynamique du retournement avec des impulsions d'un laser femtoseconde, synchronisés avec les impulsions du champ. Une approche différente est utilisée par le Rizzo *et al.*⁵ pour l'étude de la dynamique de l'aimantation de couches dures. L'état rémanent du système après l'application d'une impulsion de champ rapide est étudié en fonction de la longueur ou l'amplitude de l'impulsion.

5.2 Technique de mesure dynamique en temps réel

Alternativement à ces dernières méthodes, nous avons développé un montage basé sur l'application d'une impulsion de champ magnétique avec une micro bobine, suivie d'une mesure en temps réel de la dynamique de l'aimantation de l'échantillon à travers les effets magnéto-optiques. Ce montage permet l'étude de couches ferromagnétiques, à des échelles de temps allant de la microseconde à la nanoseconde.

Contrairement à la technique pompe-sonde, la mesure en temps réel utilise une source de lumière continue et un système de détection rapide capable de suivre les variations temporelles de l'intensité de lumière dans la gamme de temps voulue. Un de ses avantages est de pouvoir mesurer des phénomènes de retournement de l'aimantation non reproductibles, à partir d'une excitation avec une seule impulsion de champ. Bien sûr ceci est faisable seulement si le bruit associé à la mesure est négligeable par rapport au signal. Cependant, pour la plupart des échantillons ferromagnétiques sous la forme de couches minces, ceci n'est pas valable et une moyenne de plusieurs mesures est nécessaire pour arriver à un rapport signal/bruit acceptable.

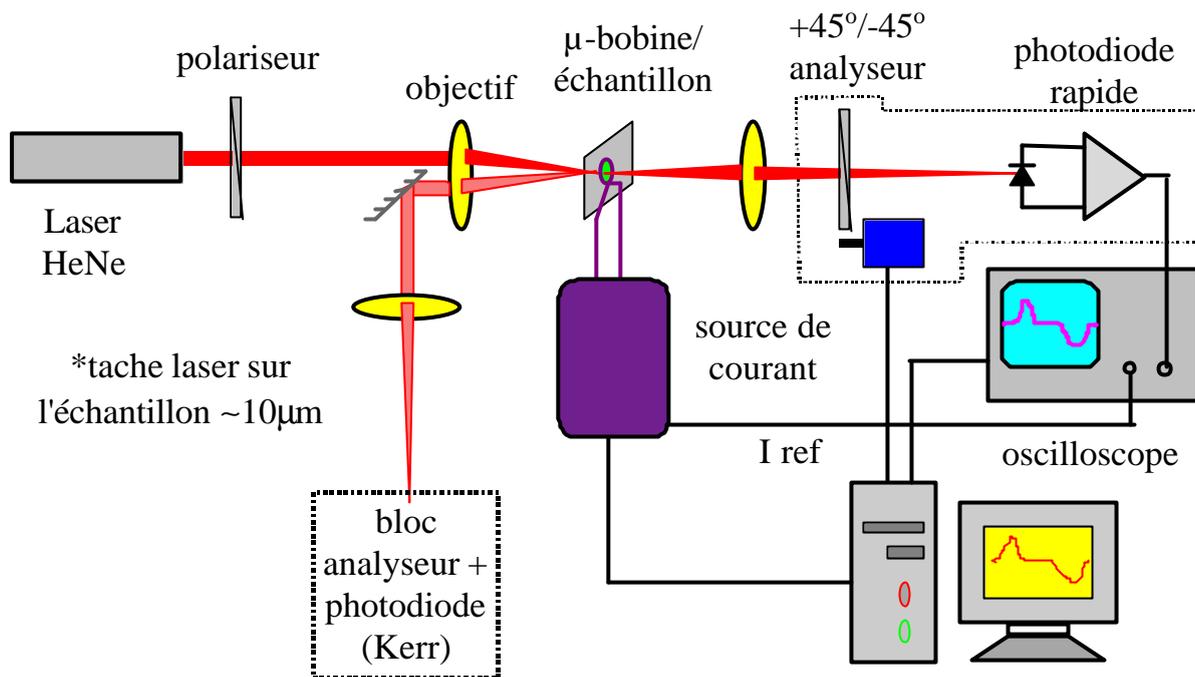


Figure 5.1 : Schéma du montage Kerr/Faraday dynamique. Le faisceau laser est polarisé linéairement et ensuite focalisé sur l'échantillon. Le faisceau transmis (Faraday) ou réfléchi (Kerr) est analysé (analyseur + photodiode) et son amplitude mesurée par l'oscilloscope en fonction du temps.

5.2.1 Optique et analyse de polarisation

Le schéma optique utilisé dans notre système de mesure comprend un laser HeNe (635nm, 5mW) suivi d'un polariseur linéaire avec un indice d'extinction de 1:10000 pour la longueur d'onde du laser utilisé. Le faisceau polarisé linéairement est ensuite focalisé sur l'échantillon à l'aide d'un objectif de microscope ($f=16\text{mm}$). Ainsi on obtient une tâche laser sur l'échantillon d'environ $10\mu\text{m}$ FWHM. Le faisceau réfléchi ou transmis par l'échantillon est analysé par un deuxième polariseur qui fait un angle de 45° par rapport au premier, appelé dorénavant analyseur. De ce fait, une rotation du plan de polarisation du faisceau est convertie en une variation de son intensité, qui va être mesurée par la photodiode rapide. Le signal en fonction du temps est ensuite numérisé à l'aide d'un oscilloscope numérique rapide et transféré vers l'ordinateur de contrôle. Le schéma simplifié de ce montage est montré dans la Figure 5.1.

La partie originale de ce montage par rapport aux montages magnéto-optiques traditionnels est l'analyseur de polarisation du faisceau. Premièrement, nous avons choisi d'avoir l'analyseur à 45° par rapport au polariseur, contrairement à la condition analyseur

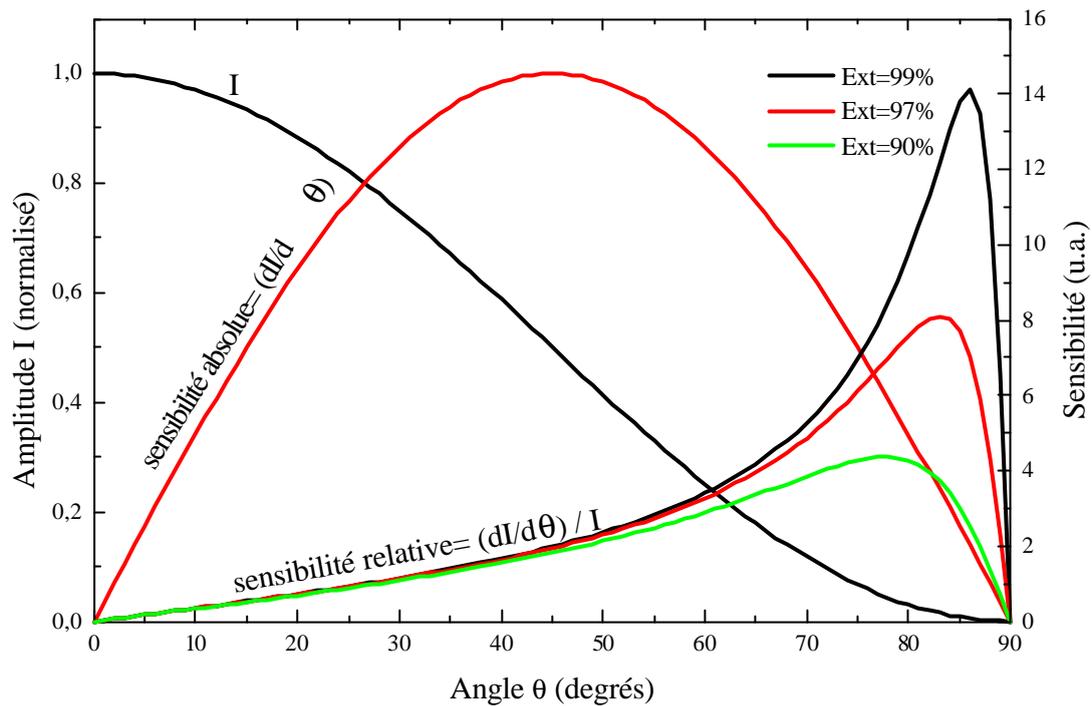


Figure 5.2 : Courbes d'amplitude et sensibilité du signal en fonction de l'angle θ entre polariseur et analyseur. À 45° la sensibilité absolue est maximale ainsi que la linéarité de l'angle θ en fonction de l'intensité I. La sensibilité relative est plus importante à faibles angles, en détriment de l'intensité totale I et de la linéarité. Dans ce cas le coefficient d'extinction de l'ensemble polariseur/analyseur est assez critique, contrairement à ce que se passe à 45° .

polariseur presque croisés utilisée couramment. On obtient une plus grande linéarité de l'intensité par rapport à l'angle de rotation ainsi qu'une plus grande sensibilité absolue (Figure 5.2). En outre, l'intensité totale du signal n'est réduite qu'à moitié, situation plus confortable puisqu'un laser de faible puissance et bas coût est suffisant.

Dû à la caractéristique transitoire des impulsions de champ associé aux forts courants, une grande intensité de bruit électromagnétique est rayonnée dans la même gamme de fréquences que celle du signal mesuré. Ce bruit est inévitablement capté par la photodiode de mesure et transmis à l'oscilloscope. Une façon de l'éliminer est de faire une mesure différentielle du signal en opposition de phase. Ceci est normalement fait à l'aide d'un prisme séparateur de "Walleston" associé à deux photodiodes identiques. Ce prisme fournit, à partir d'un faisceau polarisé linéairement, deux composantes déphasées de 90° . Si positionné à 45° par rapport à la polarisation incidente, deux composantes à $+45^\circ$ et -45° sont disponibles à la sortie. À partir de la Figure 5.2 on peut extrapoler que la sensibilité à -45° est opposée à celle

à $+45^\circ$. De cette façon la différence entre les deux composantes fournit le double du signal, tout en éliminant à priori le bruit synchrone provenant des impulsions. Nous avons essayé cette méthode mais les résultats n'ont pas été satisfaisants parce que les photodiodes n'avaient pas une réponse identique au bruit provenant des impulsions de champ, ce qui ne permettait pas l'annulation du bruit par la simple différence.

La solution trouvée a été l'utilisation d'une seule photodiode associée à un polariseur tournant pour obtenir les conditions de $+45^\circ$ et -45° . Le signal dans la condition $+45^\circ$ est donc acquis et enregistré, ensuite l'analyseur est tourné de 90° (à l'aide d'un moteur contrôlé par l'ordinateur) et la même procédure effectuée pour la condition -45° . La différence est faite numériquement à partir des deux signaux enregistrés. Malgré l'acquisition des deux signaux faite en temps différents, l'élimination du bruit par cette méthode est très efficace grâce à la

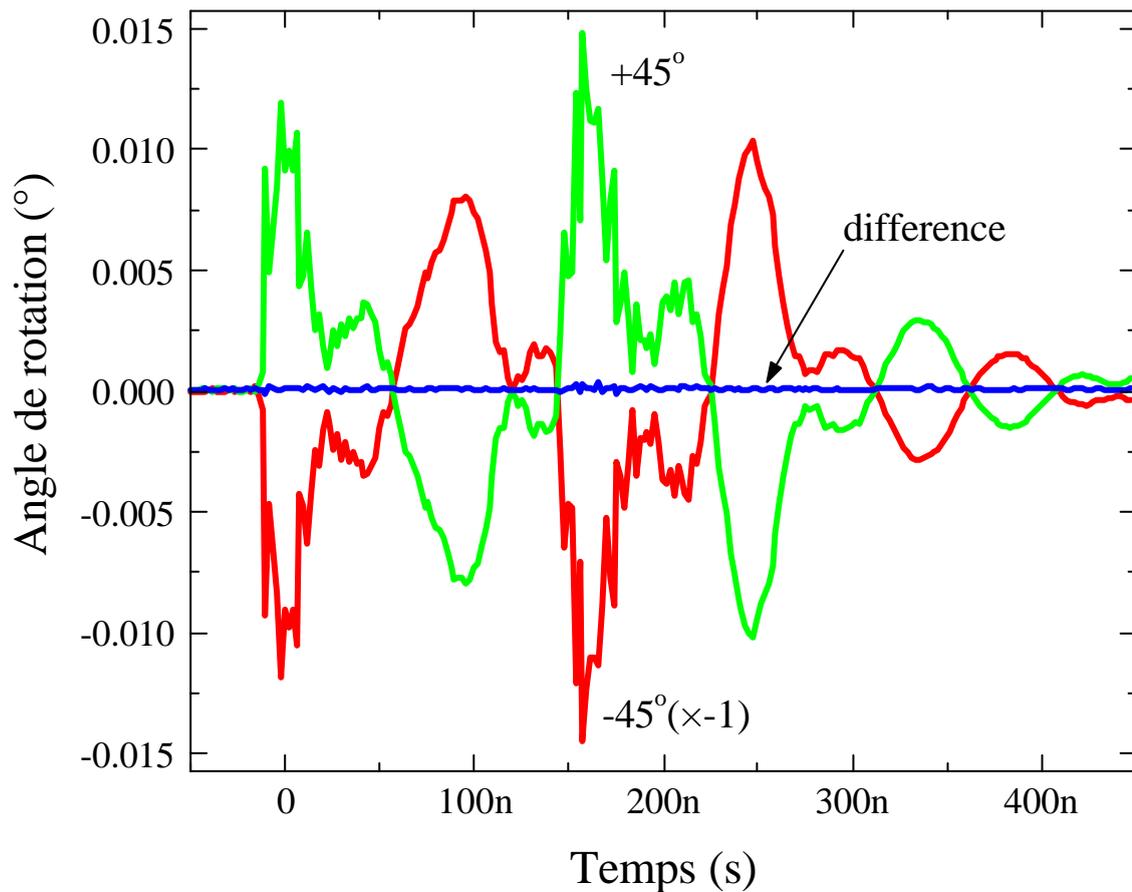


Figure 5.3 : Signaux provenant de la photodiode pour l'analyseur à $+45^\circ$ et -45° montrant le bruit électromagnétique dû à l'impulsion de courant (150 A, 70 ns, bipolaire) ainsi que la différence entre eux, qui présente un bruit environ 50 fois inférieur (chaque signal représente la moyenne de 1000 impulsions).

reproductibilité des impulsions et au court intervalle entre les mesures (quelques secondes). La Figure 5.3 montre les deux signaux obtenus à + et - 45° (sans échantillon magnétique) et le résultat de la différence. Avec cette technique le bruit électromagnétique peut être atténué d'un facteur 50 environ.

À partir de cette condition, le rapport entre l'angle de rotation et l'amplitude du signal peut être facilement obtenu par l'expression (en radians):

$$\theta_{rot} = \frac{(I^{+45^\circ} - I^{-45^\circ})}{2} \left[\frac{dI}{d\theta} \right]^{-1} \quad (1)$$

où I^{+45° et I^{-45° sont les intensités normalisées du signal à + et - 45° respectivement, θ est l'angle entre polariseur/analyseur. L'intensité normalisée du signal en fonction de cet angle peut être écrite sous la forme: $I = (1/2 + 1/2 \cos 2\theta)$. Ceci peut aussi être vérifié sur la Figure 5.2, où l'intensité est maximum pour $\theta = 0^\circ$ et 180° , et minimum pour $\theta = 90^\circ$ et 270° . Le terme $dI/d\theta$ devient donc: $dI/d\theta = -\sin 2\theta$. Tenant en compte que les angles de rotation dus à l'effet magnéto-optique sont faibles par rapport à 45°, c'est raisonnable de considérer le terme $dI/d\theta = -1$. L'angle de rotation en fonction de l'amplitude peut être donc réécrit sous la forme:

$$\theta_{rot} = -\frac{(I^{+45^\circ} - I^{-45^\circ})}{2} \quad (2)$$

5.2.2 Détection et traitement du signal

L'intensité de photons est convertie en signal électrique à l'aide d'une photodiode dotée d'un amplificateur rapide. Plusieurs modèles ont été testés, dont le EG&G C30997-090 qui a présenté le meilleur rapport signal/bruit. Sa bande passante de 100 MHz limite la détection en mode impulsion à de temps de montée/descente de l'ordre de 3 ns. Une autre photodiode avec une bande passante de 1 GHz (temps de montée/descente de 300 ps) a aussi présenté de résultats satisfaisants, mais avec un rapport signal/bruit trois fois inférieur à la précédente. Ces photodiodes ont une surface active de 0,2 mm². Il est important que le faisceau laser soit focalisé au centre de la photodiode avec une tache inférieure à la surface active, pour garantir une bonne élimination du bruit par la différence, vu que la rotation de l'analyseur entraîne aussi une petite déviation latérale du faisceau.

La tension de sortie de la photodiode est ensuite numérisée par l'oscilloscope Lecroy LC374A, qui possède une bande passante de 500 MHz avec un taux d'échantillonnage de 1 GS/s et une résolution verticale en mono coup de 256 points. Étant donné que le signal représentatif de la rotation Kerr/Faraday est très faible par rapport à l'intensité totale mesurée (inférieur à 1%) et que la résolution verticale de l'oscilloscope est limitée, une technique simple d'expansion de la région d'intérêt a été mise en place. En profitant du fait que l'information magnéto-optique qui nous intéresse est essentiellement dynamique, un simple filtre passe haut est utilisé pour la mesure de la photodiode, avec une constante de temps bien supérieure à celle des mesures (1 ms). De ce fait, la partie continue de l'intensité est bloquée et il ne reste que la composante dynamique qui peut ainsi être amplifiée indépendamment à une échelle adéquate de tension pour couvrir toute la gamme de résolution verticale de l'oscilloscope.

La composante continue est tout de même nécessaire pour la normalisation du signal

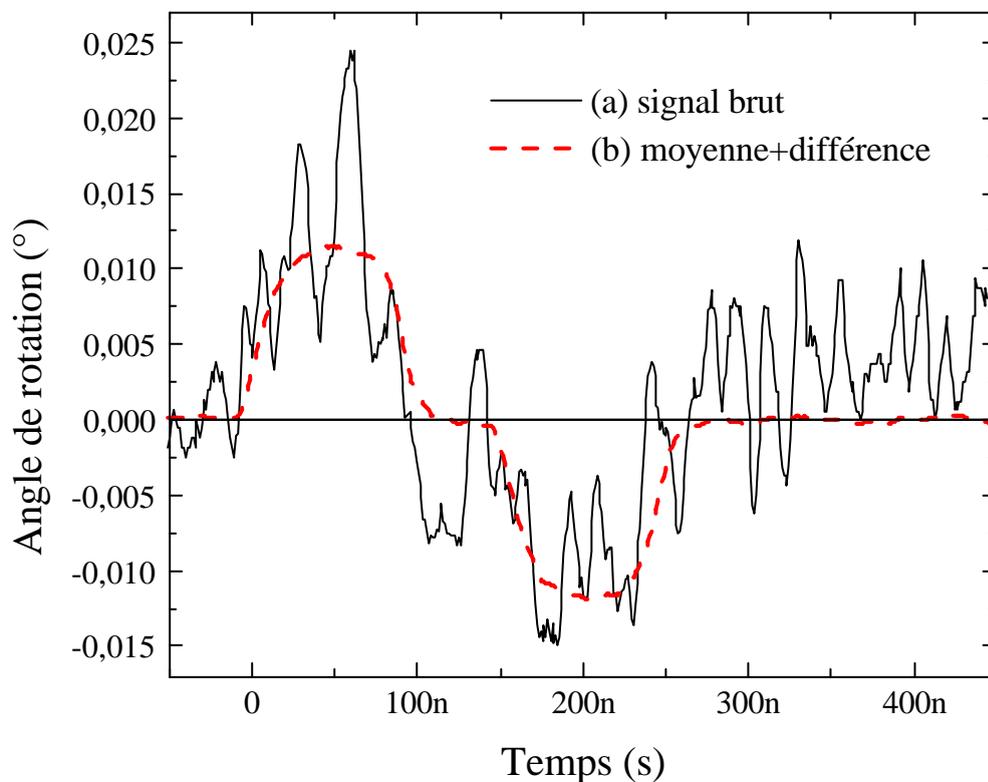


Figure 5.4 : Bruit présent dans la mesure magnéto-optique: (a) signal direct du détecteur avant traitement; (b) signal après moyenne (500+500) plus différence pour éliminer le bruit synchrone.

dynamique. Une autre voie de l'oscilloscope avec l'échelle de tension adéquate est utilisée dans ce but. Comme conséquence négative de cet arrangement, la valeur absolue de la rotation est perdue car la composante continue du signal est bloquée par le filtre passe haut. Pour pouvoir retrouver cette composante il est nécessaire de saturer en dynamique l'échantillon de façon à définir les limites supérieure et inférieure du signal, le zéro de l'aimantation étant la moyenne entre ces limites.

La faible intensité des signaux ainsi que le haut niveau de bruit présent dans la mesure impliquent la nécessité d'avoir un traitement du signal de façon à lui rendre exploitable. En effet, dans la plupart des cas, le signal est inférieur au bruit présent dans la mesure. L'utilisation d'une détection synchrone conventionnelle (amplificateur "lock-in") dans ces échelles de temps n'est pas possible car la bande passante des instruments disponibles dépasse rarement la centaine de kHz. La méthode choisie par nous a été la moyenne numérique en utilisant d'une part les possibilités de l'oscilloscope et de l'autre l'ordinateur de contrôle. Le déclenchement horizontal de l'oscilloscope est fait à partir du flanc de montée de l'impulsion de champ, ce qui revient à une méthode synchrone de détection. En faisant la moyenne de ce signal, les bruits en dehors de la fréquence de détection (définie par le taux de répétition des impulsions) sont atténués par un facteur $1/\sqrt{n}$, où n est le nombre de mesures effectuées. La Figure 5.4 montre une mesure du signal sans traitement comparé à celui obtenu par une moyenne de 500+500 suivie d'une différence (analyseur à + et - 45°). L'amélioration attendue au niveau du bruit est de $\sqrt{1000}$. Dans cette mesure une amélioration de 35 est obtenue dans la valeur du bruit RMS.

Selon l'amplitude du signal magnéto-optique il est nécessaire de moyennner sur un nombre plus ou moins important de mesures. D'autres sources de bruit à long terme (thermiques, mécaniques, lumière ambiante) limitent l'efficacité de la technique si la différence (analyseur à + et - 45°) est faite après deux longues mesures (de l'ordre de minutes). Dans ce cas, il est plus efficace d'acquérir en alternance plusieurs mesures rapides à + et - 45°, effectuant ensuite la différence et moyenne globale sur l'ordinateur de contrôle.

5.2.3 Contrôle général de l'expérience

Les instruments principaux qui font partie de l'expérience (oscilloscope, générateur d'impulsions) sont reliés par une interface GPIB et contrôlés par un ordinateur du type PC. Les paramètres de l'expérience sont définis par l'utilisateur à l'aide d'une interface logiciel,

initialement développée en langage Quick Basic et plus récemment transposée à un langage plus convivial, LabView. A la fin de chaque mesure un fichier de données type texte (ASCII) sous un format de tableau standard est enregistré afin de pouvoir être lu par un logiciel de traitement graphique.

5.2.4 Possibilités et limitations de la technique

5.2.4.1 Mesures en mono coup

Certains systèmes magnétiques avec un très haut degré de pureté présentent des états métastables de l'aimantation qui conduisent à des configurations des domaines magnétiques aléatoire après retour à champ nul, depuis une aimantation à saturation. A l'échelle spatiale de la taille des domaines, le renversement de l'aimantation n'a pas lieu de manière reproductible à

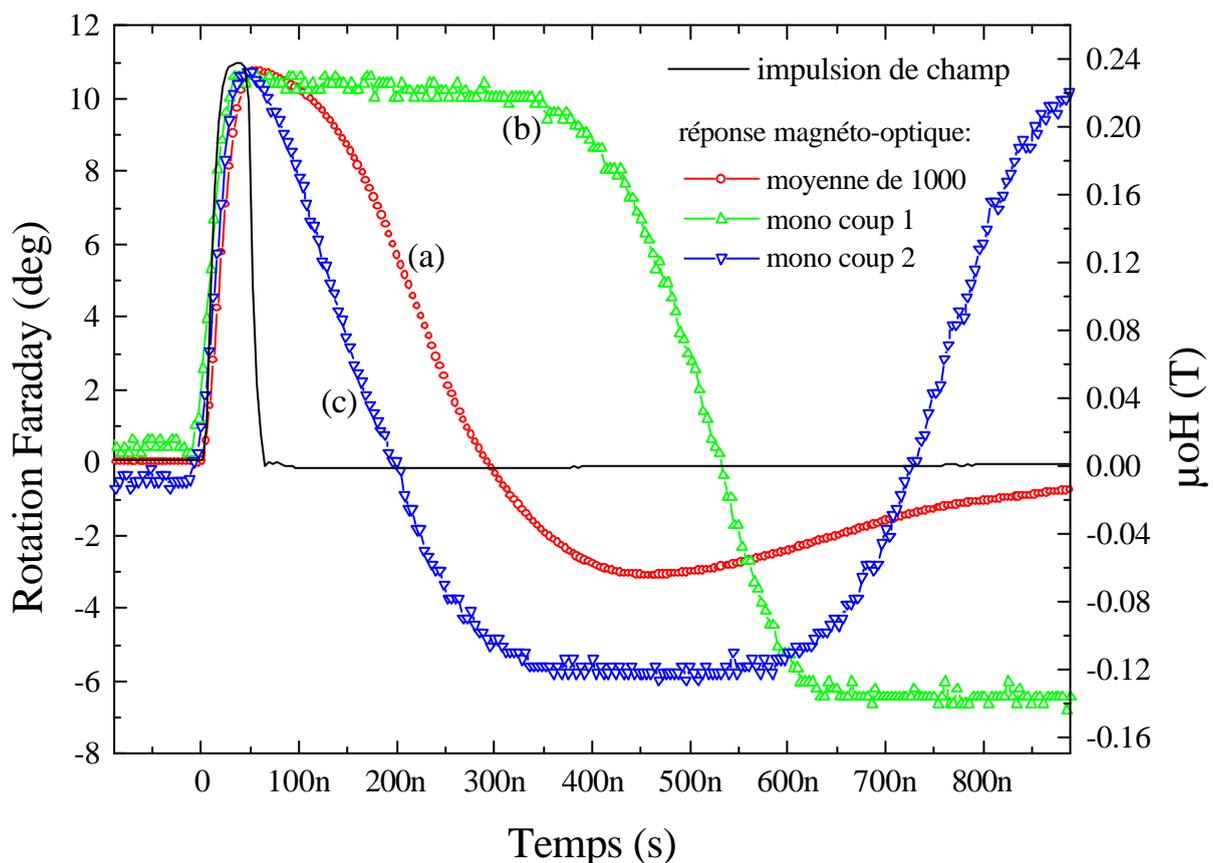


Figure 5.5 : Mesure par effet Faraday d'un grenat magnétique $((Y\ Gd\ Tm\ Bi)_3(Fe\ Ga)_5O_{12})$ à partir d'un champ pulsé de 0,24 T/50 ns appliqué perpendiculairement à la couche (axe facile). (a) signal moyenné sur 1000 impulsions de champ; (b) et (c) mesures mono coup faites au même endroit de l'échantillon en temps différents. La réponse montre la non reproductibilité du renversement, traduite par une configuration métastable des domaines.

chaque fois que la saturation est atteinte. Dans ces cas il peut être intéressant d'avoir une mesure non moyennée pour garder le caractère unique de chaque renversement. La technique en temps réel permet ce type de mesure en mono coup, dès que l'amplitude du signal mesuré est acceptable par rapport au bruit. Les grenats magnétiques sont des cas typiques de ce type de comportement. A titre d'exemple, nous montrons dans la Figure 5.5 deux mesures mono coup faites dans la même position d'un échantillon de $((Y\ Gd\ Tm\ Bi)_3(Fe\ Ga)_5O_{12})$ en temps différents. Dans ce cas la taille des domaines à température ambiante est de l'ordre de $7\ \mu\text{m}$ tandis que la tâche laser de mesure fait environ $10\ \mu\text{m}$. La différence entre les deux réponses dynamiques montre le caractère métastable de l'aimantation locale, dû à la configuration aléatoire des domaines dans ce matériau. Le signal moyenné aussi montré dans la Figure 5.5(a), représente l'état global de l'aimantation. Plus de détails sur ces mesures seront donnés lors de l'analyse par l'imagerie dynamique à la fin de ce chapitre. Ces mesures en mono coup sont viables dans ce matériau car la rotation Faraday est très importante (quelques degrés) par rapport au bruit de la mesure.

5.2.4.2 Cycles d'hystérésis dynamiques

L'utilisation des impulsions de champ bipolaires (décrites dans le chapitre II) ouvre la voie aux mesures de cycles d'hystérésis dynamiques à des vitesses de balayage aussi importantes que $1,4\ 10^8\ \text{T/s}$, avec un champ maximum qui peut aller jusqu'à $10\ \text{T}$ (champ perpendiculaire à la couche). Cette mesure donne accès aux champs coercitifs dynamiques dans la gamme de temps de la nanoseconde. La vitesse de balayage du champ peut être variée d'un ordre de grandeur, selon la source de courant pulsé utilisée.

Comme exemple de ces possibilités, des mesures d'un cycle d'hystérésis dynamique en effet Kerr polaire sur un monocristal de SmCo_5 selon l'axe difficile sont montrées dans la Figure 5.6. L'encart (a) montre le cycle d'hystérésis quasi statique (obtenu par VSM à des vitesses de balayage de quelques minutes) et le (b) montre la mesure originale du champ magnétique et rotation Kerr en fonction du temps. Le champ d'anisotropie (d'origine cristalline) pour ce matériau est de l'ordre de $45\ \text{T}$ à température ambiante.⁶ Même étant fait selon un axe difficile, le cycle d'hystérésis dynamique montre un champ rémanent qui décroît exponentiellement avec une constante de temps de l'ordre de $700\ \text{ns}$. L'explication de ce phénomène n'a pas pu être trouvée jusqu'à la conclusion de ce travail.

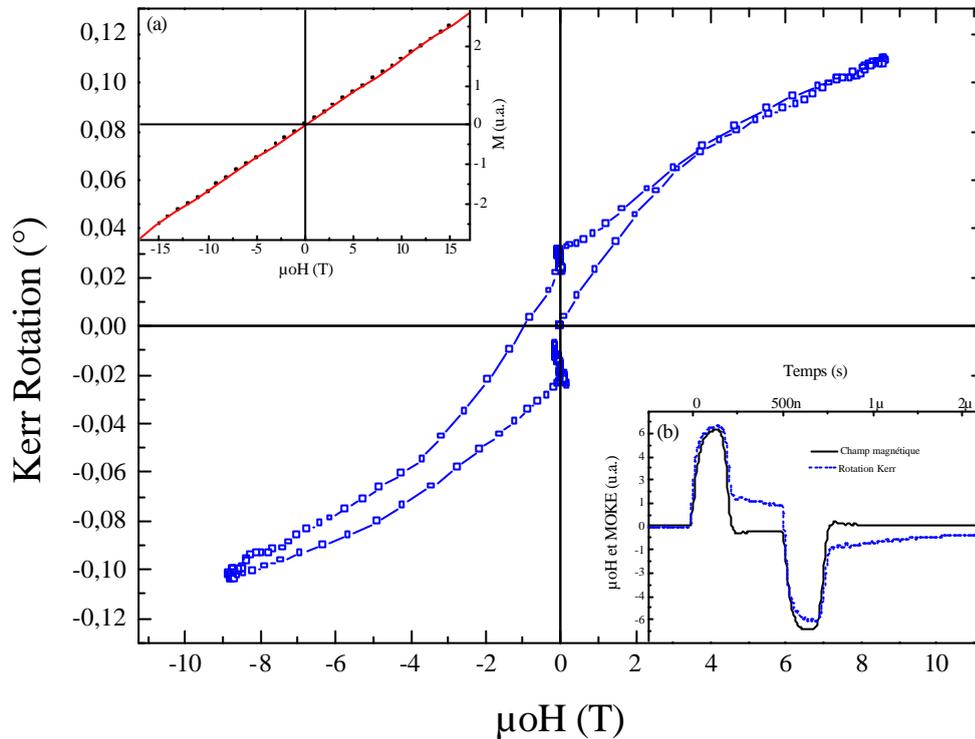


Figure 5.6 : Cycle d'hystérésis dynamique d'un monocristal de SmCo_5 mesuré en effet Kerr polaire selon l'axe difficile. L'encart (a) montre le cycle d'hystérésis quasi statique et le (b) montre la mesure originale du champ magnétique et rotation Kerr en fonction du temps.

5.2.4.3 Sensibilité

Les techniques d'amélioration du rapport signal/bruit se sont montrées assez efficaces pour éliminer aussi bien les bruits provenant de l'impulsion de courant que ceux d'origine statistique (laser, photodiode, électronique d'amplification, etc.). Pour optimiser ce rapport la mesure en transmission (Faraday) est préférable, car toute la lumière transmise interagit avec le matériau, ce qui augmente le signal même si l'intensité totale est réduite.

Les couches minces métalliques sur substrats transparents peuvent être mesurées en transmission jusqu'à des épaisseurs de l'ordre de 500 Å, tenant en compte les couches protectrices et tampon. Comme exemple, la Figure 5.7 montre le premier quadrant du cycle d'hystérésis d'une couche de fer de 7,5 Å d'épaisseur, déposée sur un substrat de saphir, avec des couches tampon (95 Å) et protectrice (65 Å) en molybdène.⁷ Le champ magnétique a été appliqué perpendiculairement au plan de la couche. Dans ce cas, dû à la forte anisotropie de forme (surface de 2mm² par rapport à une épaisseur de 7,5 Å), la saturation observée

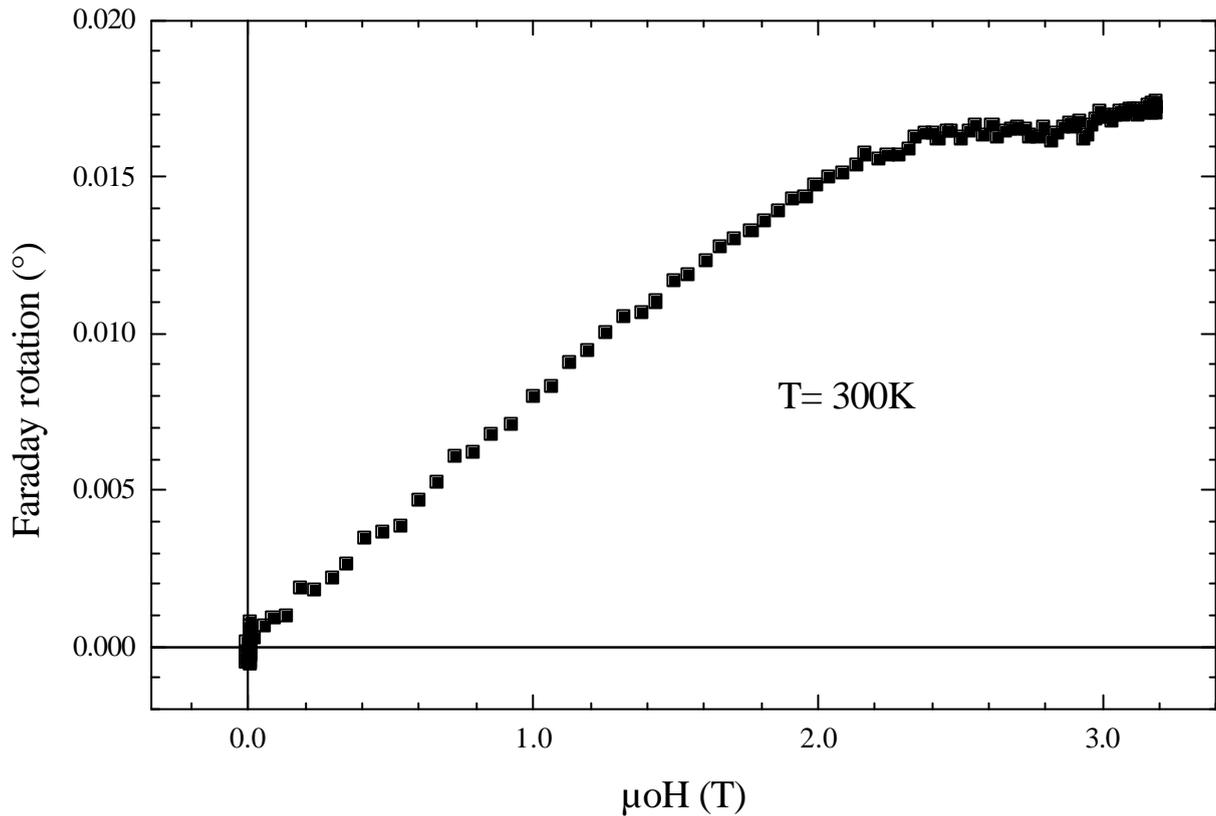


Figure 5.7 : Cycle d'hystérésis dynamique obtenu par effet Faraday d'une couche mince de fer (7,5 Å) déposée sur substrat transparent de saphir. Le champ a été appliqué perpendiculairement au plan de la couche.

correspond approximativement au champ de saturation du fer. Comme le champ magnétique est appliqué perpendiculairement à la couche (axe difficile), le renversement de l'aimantation se fait essentiellement par rotation cohérente ce qui implique une dynamique rapide (picosecondes) par rapport à celle de la mesure. Ceci étant, les phénomènes dynamiques à l'échelle de la nanoseconde peuvent être négligés et le cycle d'hystérésis dynamique peut être considéré comme équivalent à celui quasi statique (aucune anomalie n'a été observée dans la courbe dynamique comme dans l'exemple précédant du SmCo_5). Le cycle d'hystérésis quasi statique (selon l'axe difficile) n'a pas pu être mesuré avec d'autres magnétomètres disponibles au laboratoire.

Vue l'assez bonne qualité du signal pour approximativement trois plans atomiques de fer, il est envisageable de faire des mesures sur une seule monocouche. En considérant le diamètre de la tâche du faisceau sur l'échantillon égal à $10 \mu\text{m}$, approximativement 2.10^9 atomes de fer ont été mesurés, dont chacun porte un moment magnétique de $\sim 2,18 \mu_B$. À partir du bruit sur la courbe dans la Figure 5.7 (approximativement 5%), on peut déduire que

la sensibilité de la mesure est de l'ordre de $2 \cdot 10^8 \mu_B$, pouvant être encore amélioré d'un facteur 10 si la tâche du faisceau est réduite à $1 \mu m$ de diamètre.

A titre comparatif nous montrons sur le Tableau 5.I la sensibilité (en μ_B) de plusieurs magnétomètres disponibles dans notre laboratoire. La sensibilité de notre système se situe donc entre celle des SQUIDS classiques et celle des micro-SQUIDS, en sachant que les derniers développés dans notre laboratoire par W.Wernsdorfer *et al.*⁸ sont parmi les magnétomètres les plus sensibles au monde.

Tableau 5.I : Comparaison des sensibilités de divers magnétomètres

Type	Sensibilité (μ_B)	Champ Maximum
Magnétomètre par extraction	$2 \cdot 10^{16}$	± 16 T
Magnétomètre à échantillon vibrant	10^{14}	± 8 T
Magnétomètre à SQUID	$2 \cdot 10^{13}$	± 7 T
Magnétomètre à micro SQUID	$2 \cdot 10^5$	± 1 T
Effet Faraday dynamique (notre montage)	$2 \cdot 10^8$	± 10 T

5.3 Imagerie Kerr/Faraday résolue en temps

La visualisation des processus de nucléation et propagation de domaines peut nous renseigner beaucoup sur le renversement de l'aimantation. Parmi les différentes méthodes de visualisation de domaines magnétique, la magnéto-optique est considérée comme une des plus simples et efficaces, quand la résolution spatiale requise est de l'ordre du μm . Basé sur l'effet Kerr ou Faraday, la technique d'imagerie de domaines peut être aussi associée à une des techniques dynamiques décrites précédemment pour obtenir en plus la résolution temporelle. Plusieurs groupes ont développé l'imagerie dynamique à des échelles de temps allant de la seconde⁹ à la picoseconde.¹⁰ Le premier utilise une caméra rapide avec une illumination continue de l'échantillon tandis que le deuxième utilise la méthode stroboscopique (pompe-sonde) associée à un laser pulsé femtoseconde focalisé sur l'échantillon. Dans ce cas l'image est obtenue par un balayage de l'échantillon par rapport à la tâche laser. La résolution spatiale obtenue est de l'ordre de $1 \mu m$ avec une résolution temporelle de quelques dizaines de picosecondes.

5.3.1 Technique d'imagerie dynamique à la nanoseconde

La technique d'imagerie dynamique choisie a été la stroboscopie à partir d'une diode laser pulsé en utilisant comme capteur une caméra CCD standard (Hamamatsu C5405) avec une résolution de 560x710 pixels. L'utilisation d'une diode laser comme source de lumière pulsée a rendu le système assez simple et de faible coût, si comparé aux lasers pulsés femto et picoseconde de puissance. La diode laser utilisée (EG&G C86083E) a une longueur d'onde de 850 nm avec une puissance crête maximum de 10 W et un temps de montée de 1 ns.

La méthode pompe-sonde utilisée est équivalente à celle déjà décrite pour les mesures dynamiques en XMCD. La pompe est l'impulsion de champ fournie par une micro bobine et la sonde l'impulsion laser d'à peu près 5 ns de largeur. Le délai entre la pompe et la sonde est défini par un générateur de fonctions (Tabor) commandé par l'ordinateur. La caméra acquiert l'image en continu, mais du fait que l'échantillon n'est éclairé qu'au moment où il y a l'impulsion, l'image résultante reflète l'état de l'échantillon dans l'intervalle de temps correspondant à celui de l'impulsion laser.

5.3.2 Optique et analyse de polarisation

La caméra utilisée ayant une dynamique limitée, associée à la carte d'acquisition de 8

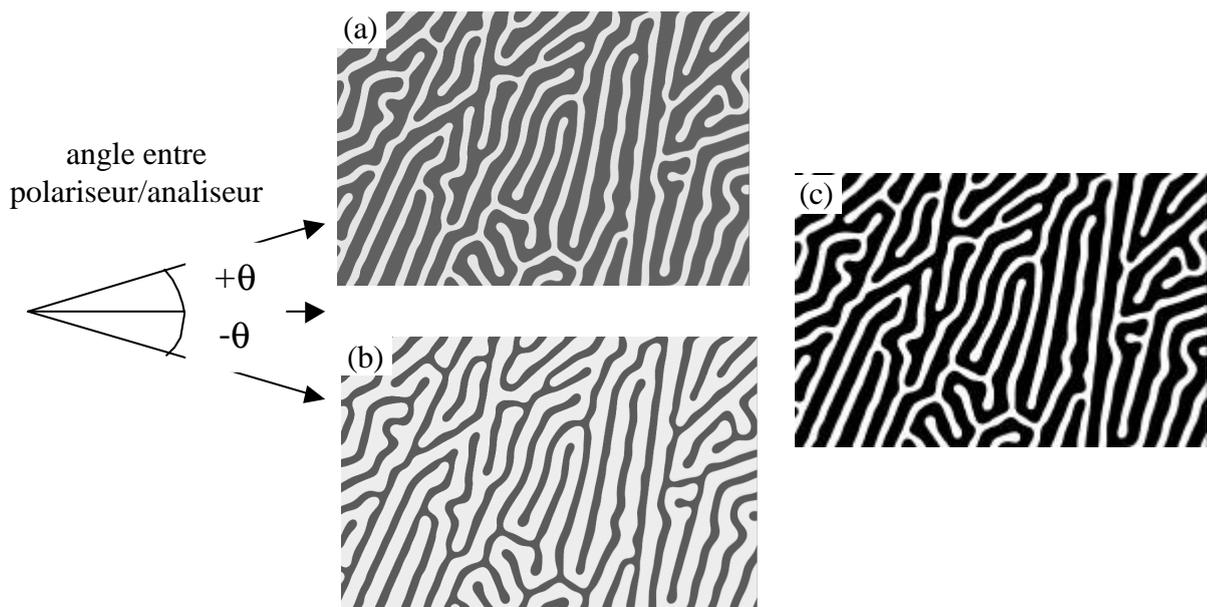


Figure 5.8 : Images statiques complémentaires (Faraday) d'un grenat magnétique obtenues avec le polariseur/analyseur croisés à $+83^\circ$ (a) et -83° (b). L'image (c) est le résultat de la différence des deux autres.

bits de résolution (Scion AG-5), le choix a été de travailler avec polariseur/ analyseur presque croisés, augmentant ainsi le contraste relatif de l'image. Par conséquent l'intensité de photons est beaucoup réduite et la linéarité est moins bonne par rapport à la condition à 45° . Ces deux contraintes sont acceptables car, d'une part le laser est assez puissant pour rattraper la perte d'intensité et d'autre part la non linéarité n'est pas très importante puisque l'analyse de l'image sera qualitative. Essentiellement le même montage optique déjà décrit pour l'effet Kerr/Faraday est utilisé ici. La résolution spatiale dépend de l'objectif utilisé pouvant aller à environ $1 \mu\text{m}$ avec un objectif de microscope de longueur focale 16mm, avec un champ de vision total de $260 \times 310 \mu\text{m}$.

Après l'analyse de polarisation, la différence d'aimantation est visualisée dans l'image sous la forme d'un contraste d'intensité (régions claires ou foncées). Ainsi que sur la technique Kerr/Faraday dynamique, la soustraction des deux images s'est montrée assez efficace pour augmenter le contraste magnétique tout en réduisant le bruit provenant des imperfections de la couche, particules sur le substrat, etc. (Figure 5.8). L'angle idéal entre polariseur/analyseur dépend de la rotation de l'échantillon, mais reste proche de $\pm 85^\circ$. Une moyenne de 32 images est aussi faite dans le but d'augmenter la résolution et améliorer le rapport signal/bruit. Les paramètres de gain et offset de la caméra sont réglés de façon à ne pas avoir de saturation du signal ni en blanc ni en noir. Chaque image est acquise en 20 ms et représente la moyenne d'environ 200 impulsions de champ. Il est clair que, pour que l'image soit nette la configuration des domaines magnétiques doit être parfaitement reproductible d'une impulsion à l'autre. Cela n'est pas toujours le cas spécialement pour de systèmes magnétiques cristallins avec haut degré de perfection.

5.3.3 Limitations de la technique:

La sensibilité de la technique est principalement liée à la dynamique en amplitude de la caméra. Dans notre cas, la caméra étant constamment ouverte et les photons utiles n'arrivant que pendant $5 \cdot 10^{-5}$ du temps total, l'efficacité de détection est considérablement réduite. Durant le temps mort, les bruits électroniques et des photons parasites sont comparables en amplitude au signal magnéto optique. La sensibilité de la technique en rotation du plan de polarisation est de l'ordre de 30 mdeg, ce qui est de l'ordre de 100 fois plus basse que celle de la mesure Kerr/Faraday décrite précédemment. La Figure 5.9 montre une image d'un échantillon de FeSi mesuré en Kerr longitudinal, dont la rotation magnéto optique est de l'ordre de 130 mdeg (de $+M_S$ à $-M_S$).



Figure 5.9 : Image Kerr longitudinale statique d'un échantillon de FeSi à la rémanence. Un joint de grain peut être clairement observé, qui sépare une région de grands domaines (à droite) d'une autre avec des petits domaines (gauche).

Dans la configuration longitudinale, l'angle fait entre le faisceau et la normale à l'échantillon (autour de 26 deg) limite la netteté de l'image à une région d'à peu près 1/3 du champ de vision total (défini par la profondeur de champ de l'objectif).

5.4 Mesures dynamiques de l'aimantation de couches minces par Effet Kerr/Faraday

Le banc optique pour les mesures Kerr/Faraday a été initialement développé avec le but d'évaluer et caractériser les micro bobines pour les applications de champ fort et de XMCD dynamique. Cependant la sensibilité obtenue et la facilité avec laquelle les mesures sont faites nous a permis de l'utiliser aussi pour la caractérisation de la dynamique de retournement de l'aimantation dans divers systèmes magnétiques sous la forme de couches minces.

Le banc optique est facilement configurable pour des mesures Kerr dans les géométries polaire, longitudinale et transverse, ce qui permet d'étudier des systèmes ayant une

anisotropie parallèle ou perpendiculaire au plan de la couche. L'imagerie dynamique ouvre aussi la voie de caractérisation des déplacements de domaines en fonction du champ pulsé appliqué, très utile pour une étude plus détaillée de la dynamique de renversement d'aimantation.¹¹

Les résultats présentés dans la suite ont comme but principal de montrer les possibilités d'application de notre système expérimental à divers systèmes magnétiques sous la forme de couches minces. Nous présentons ici des mesures effectués sur:

- Multicouches de TbFe à anisotropie perpendiculaire;
- Multicouches de CoPt sous la forme de plots et couche continue;
- Couche mince NdFeB;
- Grenat magnétique par imagerie Faraday dynamique

5.4.1 Multicouches de TbFe

Ce système a été développé par le groupe de J. Ferré au LPS – Orsay¹² dans le cadre d'un projet pour le développement de matériaux pour l'enregistrement magnéto-optique. Ce sont des multicouches de Tb et Fe déposées par pulvérisation cathodique sur un substrat de verre avec des couches tampon et protectrice de Si_3N_4 (Figure 5.10).

La forte anisotropie magnétique perpendiculaire au plan des couches est induite principalement par la présence d'un état mixte de Fe et Tb aux interfaces ainsi que par le fort effet magnéto cristallin des ions de Tb.^{13, 14} Elle est fonction de l'épaisseur des couches ainsi que du nombre total de couches. L'échantillon ici étudié a 20 couches de Fe à 11,5Å et 20 couches de Tb à 11,3Å. Les cycles d'hystérésis quasi statiques mesurés à la température ambiante selon l'axe facile (perpendiculaire au plan de la couche) sont très carrés, avec un champ coercitif de 0,17 T. La température de compensation est de l'ordre de 380 K, donc à la température ambiante l'aimantation est dominée par le Tb. La température de Curie est du même ordre.

La dynamique de retournement de l'aimantation de ces multicouches a déjà été étudiée par J. Pommier *et al.*¹² dans la gamme de temps de la seconde par des mesures en imagerie Kerr dynamique à champ magnétique constant. Dans ces conditions, le processus de renversement de l'aimantation est dominé par la propagation de parois de domaines, à partir de quelques centres de nucléation induits par des défauts dans l'échantillon.

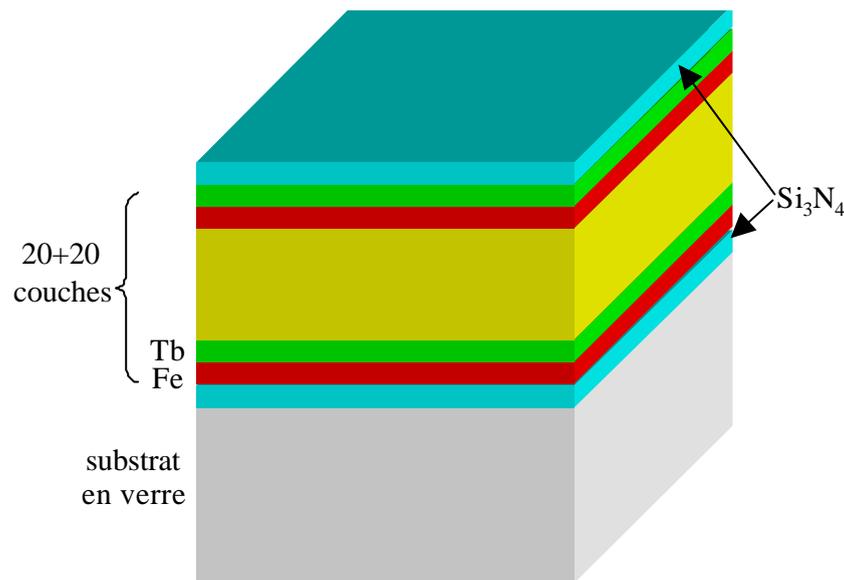


Figure 5.10 : Schéma des multicouches de TbFe déposées sur un substrat de verre.

Nos mesures couvrent la gamme de la dizaine à la centaine de nanosecondes où le processus dominant du renversement est très probablement la nucléation de domaines. Dans ces mesures une impulsion dipolaire de champ magnétique (positive et ensuite négative) est utilisée de façon à ce que le point de départ de la mesure (impulsion positive) soit la saturation négative.

La Figure 5.11 montre la réponse dynamique de l'aimantation de la couche soumise à un champ magnétique pulsé d'amplitude fixe (0,8 T) et largeur variable (30-150 ns). Cette amplitude de champ correspond à 5 fois le champ coercitif quasi statique. L'impulsion négative qui garanti le retour de l'aimantation à la condition de départ a une amplitude de 1,5 T et une largeur de 150 ns et par souci de clarté n'apparaît pas sur la courbe. Le champ pulsé a été appliqué avec une bobine de 50 μm de diamètre intérieur.

Pendant le renversement, deux pentes différentes peuvent être observées qui semblent être associées à deux mécanismes différents du retournement de l'aimantation : initialement nucléation et ensuite propagation de parois. L'énergie magnétique fournie par l'impulsion serait donc suffisante pour retourner l'aimantation dans quelques centres de nucléation moins coercitifs (processus plus rapide) et ensuite une propagation de parois a lieu à partir de ces centres (processus plus lent).

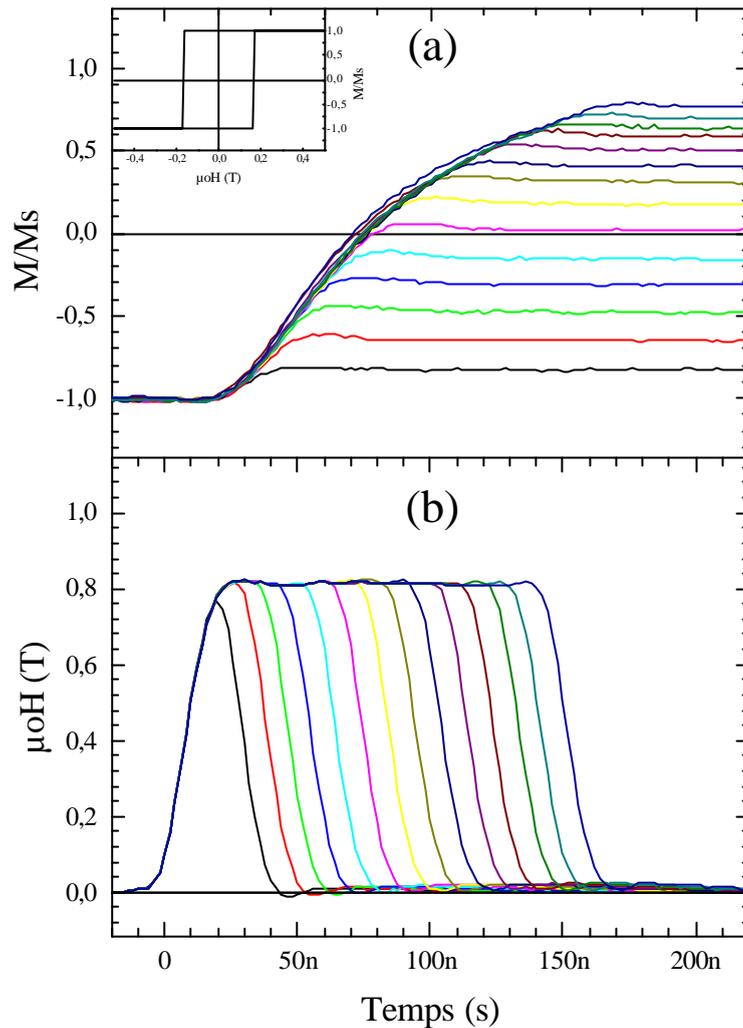


Figure 5.11 : Réponse magnéto-optique de la multicouche de TbFe (a) aux impulsions de champ (b) avec une amplitude constante (0,8 T) et une largeur variant de 30 ns à 150 ns. L'encart montre le cycle d'hystérésis quasi statique.

La Figure 5.12 montre la réponse dynamique de la couche à une impulsion de champ de largeur constante (30 ns) et d'amplitude variable (0,9-2,5 T). Contrairement à la mesure précédente, la pente de l'aimantation reste à peu près constante durant le renversement, ce qui nous mène à croire qu'un seul processus de retournement a lieu : l'énergie magnétique fournie serait déjà suffisante pour retourner les centres de nucléation plus coercitifs, le retournement global serait donc essentiellement dominé par le processus de nucléation.

À partir des champs coercitifs dynamiques (champs pour lesquels l'aimantation croise le zéro) et les temps respectifs il est possible de déduire le coefficient S_w qui représente la viscosité magnétique associée au matériau et aux propriétés magnétiques de la couche.¹⁵ Cette

viscosité magnétique en fonction du champ coercitif dynamique lors qu'on applique une impulsion de champ carrée est décrite par la loi empirique :

$$S_w = \tau (H_{(\tau)} - H_c) \quad (1)$$

où τ est le temps entre le début de l'impulsion magnétique et le temps où l'aimantation s'annule, $H_{(\tau)}$ est l'amplitude maximum du champ appliqué et H_c est le champ coercitif quasi statique. L'encart dans la Figure 5.12 montre graphiquement cette relation (cercles) ainsi que l'ajustement linéaire (droite) tenant en compte une valeur de $S_w = 3,91 \cdot 10^{-9}$ Ts. Cette valeur de S_w représente donc la viscosité magnétique de l'échantillon dans la gamme de champs magnétiques étudiés mais n'est plus valable pour des champs plus proches du champ coercitif

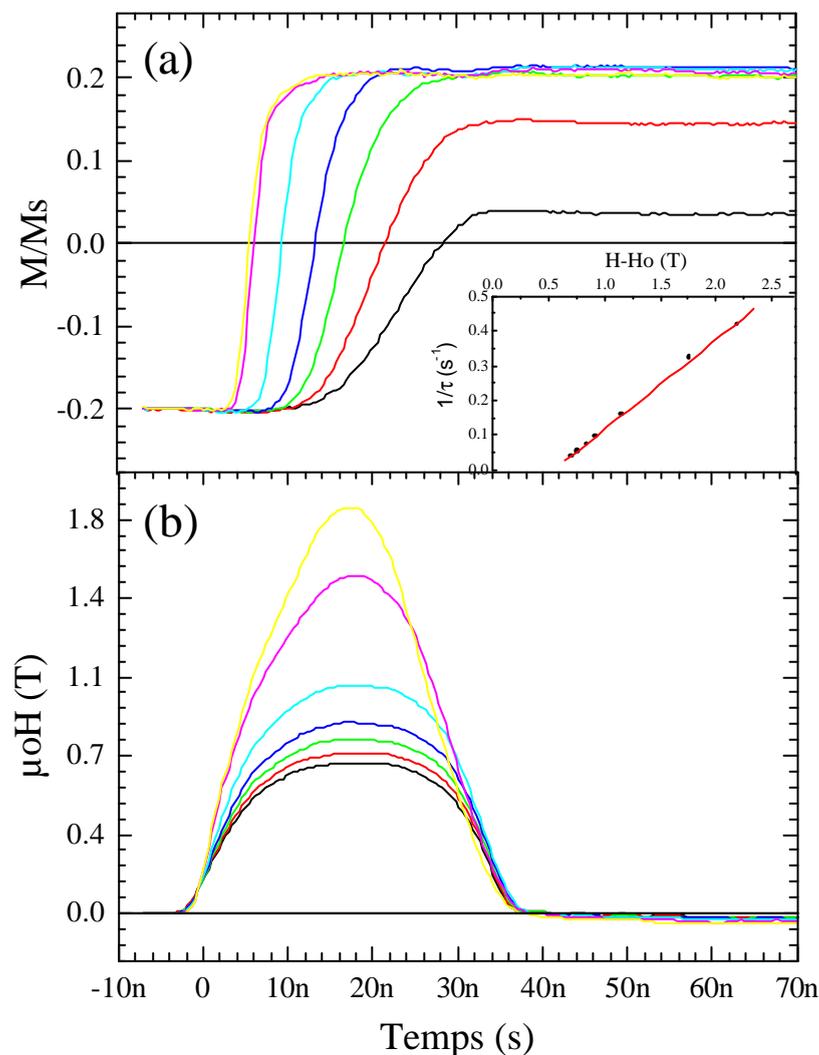


Figure 5.12 : Réponse magnéto-optique de la multicouche de TbFe (a) aux impulsions de champ (b) avec une largeur constante (30 ns) et une amplitude variant de 0,9 T à 2,5 T. L'encart montre l'ajustement du temps de renversement en fonction de l'amplitude du champ appliqué.

quasi statique (et par conséquent de temps de renversement plus longs) pour lesquels le mécanisme de renversement de l'aimantation est dominé plutôt par la propagation. C'est pourquoi l'extrapolation de la droite vers le $1/\tau=0$ ne donne pas la valeur du champ coercitif quasi statique. Cette loi suppose aussi que le champ appliqué est du type impulsionnel, c-à-d, le temps de montée est négligeable par rapport au temps de renversement, ce qui n'est pas tout à fait le cas ici surtout pour les champs plus forts. Pour prendre en compte cet effet nous avons pris le zéro temporel de l'impulsion un peu après le début de la montée du champ (3 ns) ce qui a été suffisant pour obtenir un bon ajustement linéaire de la courbe.

5.4.2 CoPt sous forme de plots et de couche continue

Ces échantillons ont été développés par B. Dieny et al¹⁶ au DRFMC-CEA-Grenoble dans le cadre d'un projet visant l'enregistrement magnétique perpendiculaire à très haute densité et font l'objet de la thèse de S. Landis. Les multicouches de Co/Pt sont connues pour présenter une forte anisotropie perpendiculaire au plan de la couche.^{17,18} En outre elles présentent une forte rotation Kerr pour le visible¹⁹ ce qui facilite l'étude du renversement de l'aimantation par la technique magnéto-optique.

Deux types d'échantillons ont été étudiés: les couches continues $\text{Pt}_{1,8\text{nm}}/(\text{Co}_{0,5\text{nm}}/\text{Pt}_{1,8\text{nm}})_4$ (Figure 5.13(a)) et les réseaux de plots de 400×400 nm avec un espacement entre eux de 200 nm et la même structure magnétique (Figure 5.13(b)). La particularité de ces réseaux de plots vient de leur fabrication : ils sont obtenus à partir d'une couche continue de matériau magnétique déposée sur le substrat de Si pré-gravé avec les

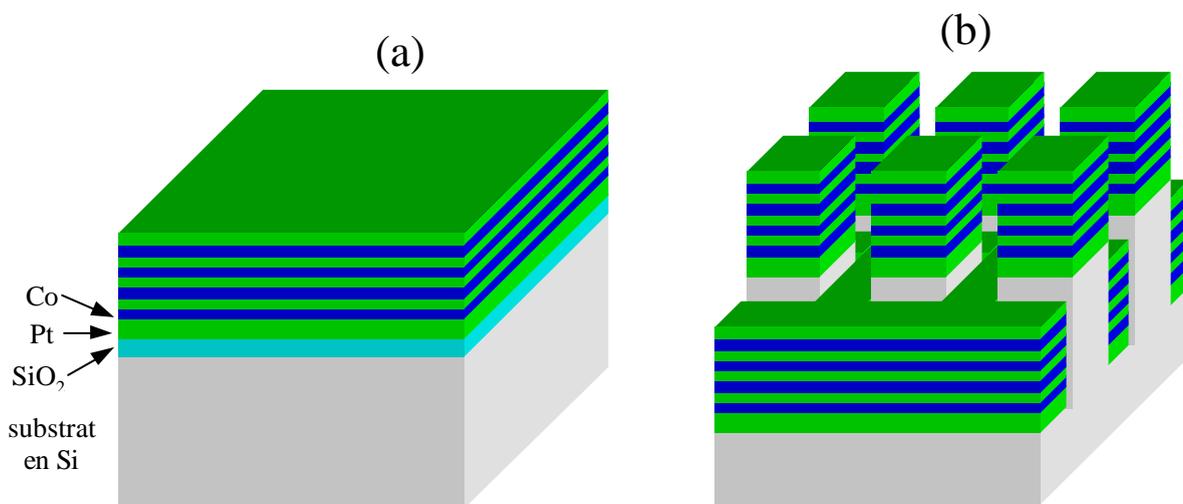


Figure 5.13 : Schéma des multicouches de CoPt étudiées: (a) couche continue; (b) plots de 400×400 nm espacés de 200 nm.

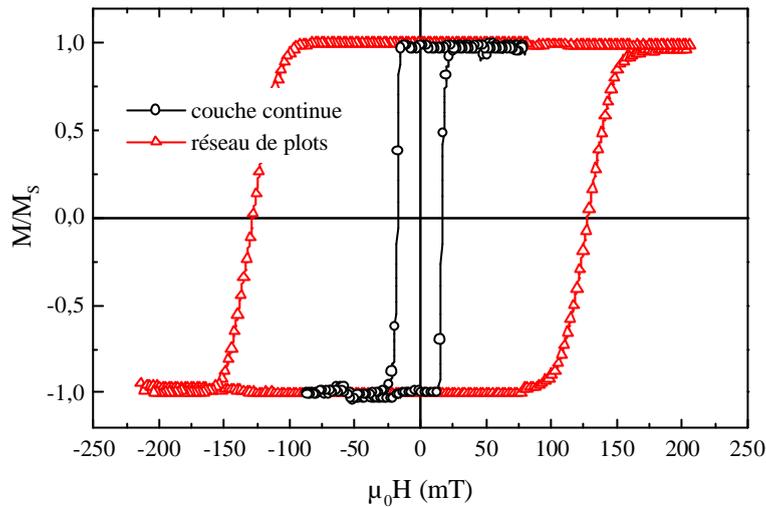


Figure 5.14 : Cycles d'hystérésis du Co/Pt sous forme de couche continue (cercles) et réseau de plots (triangles) obtenus par effet Kerr polaire. La région sondée est de l'ordre du millimètre carré.

plots. Cette technique a plusieurs avantages puisque la couche magnétique est la dernière étape de fabrication, évitant ainsi les étapes de photolithographie et corrosion et une possible détérioration de la couche durant les étapes précédentes. En outre la gravure du Si est une technologie très bien connue due à son application pour la microélectronique

Le champ coercitif quasi statique mesuré par effet Kerr polaire à la température ambiante est de 17 mT pour la couche continue et de 125 mT pour l'échantillon sous forme de plots (Figure 5.14). La région sondée par le faisceau est de l'ordre du millimètre carré, donc un grand nombre de plots est mesuré en même temps. La transition peu abrupte de l'aimantation pour le réseau de plots vient d'une distribution de champs coercitifs des plots de la région sondée. Les plots moins coercitifs se renversent à des champs de l'ordre 80 mT tandis que les plus coercitifs à 160 mT. Il a été montré aussi que le couplage magnétique entre les plots avec ses voisins et la couche magnétique qui reste au fond des tranchés est négligeable.¹⁶ Il a été aussi montré que le renversement quasi statique de l'aimantation de la couche continue est dominé par propagation de parois, après nucléation de quelques domaines sur certains endroits moins coercitifs. La coercitivité beaucoup plus importante des plots par rapport à la couche continue peut être expliquée par une probabilité largement plus faible d'avoir un centre de nucléation dans un plot. Etant donné l'absence de couplage magnétique entre les plots (par conséquent pas de propagation de parois d'un plot à autre) chaque plot doit se renverser indépendamment à partir d'un centre de nucléation propre.

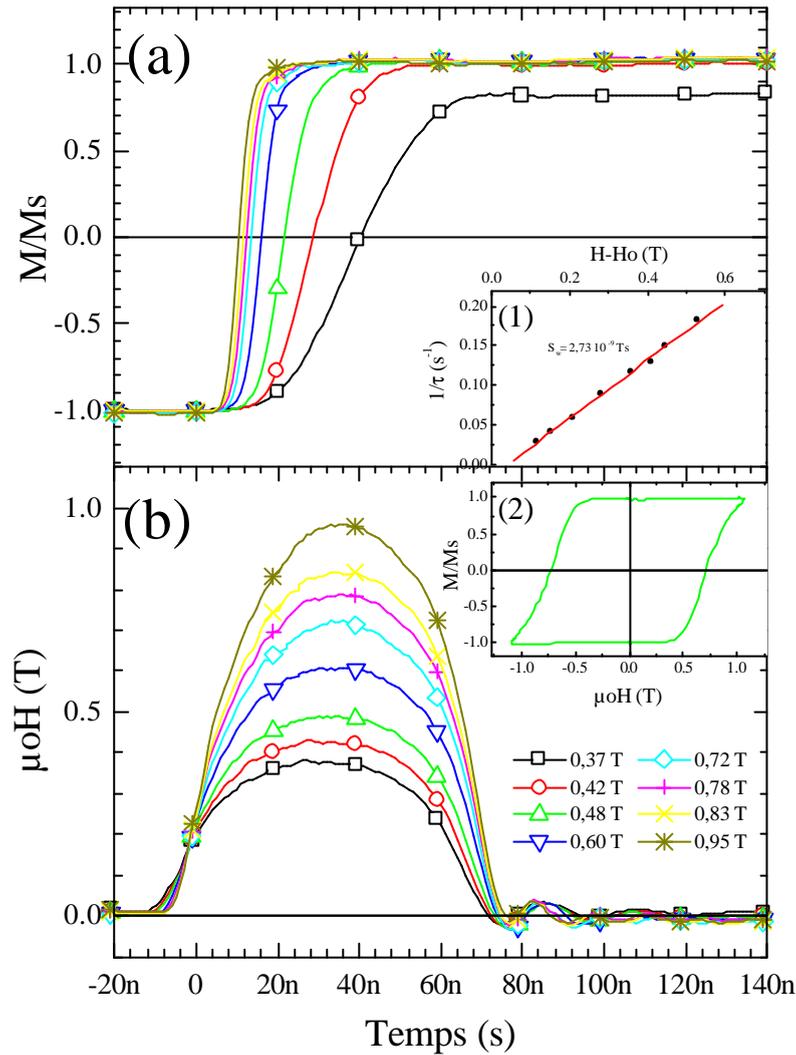


Figure 5.15 : Réponse magnéto-optique d'une multicouche continue de CoPt (a) aux impulsions de champ (b) avec une largeur constante (60 ns) et une amplitude variant de 0,37 T à 0,95 T. L'encart (1) montre l'ajustement du temps de renversement en fonction de l'amplitude du champ appliqué. L'encart (2) montre un cycle d'hystérésis dynamique avec une impulsion de largeur 60 ns et amplitude 1,2 T.

Les mesures dynamiques ont été faites avec les micro bobines de 50 μm de diamètre avec des champs pulsés de largeur fixe (60 ns) et amplitude variable appliqués perpendiculairement au plan de la couche. La Figure 5.15 montre la réponse dynamique de la couche avec une impulsion magnétique d'amplitude variable (0,37-0,95 T). L'encart (1) montre l'ajustement du temps de renversement en fonction de l'amplitude du champ appliqué à partir duquel on peut déterminer la viscosité magnétique qui vaut $S_w = 2,73 \cdot 10^{-9} \text{ Ts}$. L'encart (2) montre un cycle d'hystérésis dynamique obtenu avec une impulsion de largeur 60 ns et amplitude maximum 1,2 T. Pour ces conditions, le champ coercitif dynamique vaut 0,7 T, valeur 40 fois supérieure à champ coercitif quasi statique.

La Figure 5.16 compare la dynamique de renversement du réseau de plots avec celle de la couche continue à plusieurs valeurs de champ pulsé (de 0,45 à 0,73 T) avec une largeur fixe de 60 ns. La dynamique de renversement des plots est assez différente de celle de la couche continue. Dû à la distribution du champ coercitif des plots sur la région de mesure (quelques $80 \mu\text{m}^2$, c-à-d environ 230 plots), le renversement est partiel dans la gamme de champ étudiée. Seuls les plots qui ont un champ coercitif dynamique inférieur à l'amplitude du champ pulsé appliqué se renversent puisqu'il n'y a pas de propagation de parois entre les plots. On observe aussi que le temps de renversement des plots reste assez constant en fonction de l'amplitude de l'impulsion de champ, tandis que pour la couche continue la dépendance avec le champ appliqué est plus importante (situation aussi observée pour la

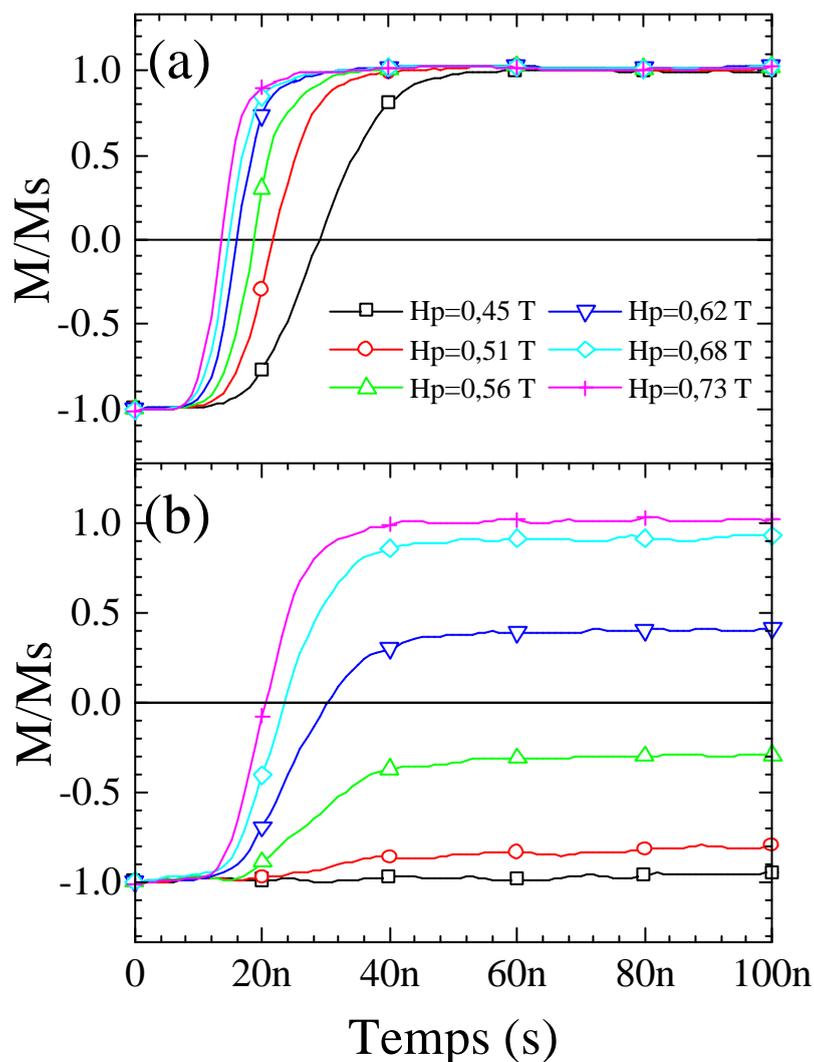


Figure 5.16 : Dynamique de renversement de l'aimantation de la couche continue (a) et du réseau de plots (b) en fonction de l'amplitude de l'impulsion de champ pulsé (de 0,45 à 0,73 T) avec une largeur fixe de 60 ns.

jonction tunnel, chapitre IV, Figure 4.28). Ceci est résumé dans le Tableau 5.II (les temps de renversement sont considérés à partir de $-0,9$ Ms jusqu'à $+0,9$ Ms).

Tableau 5.II Comparaison des temps de renversement pour la couche continue et le réseau de plots

champ maximum appliqué (mT)	Temps de renversement en ns (de -0,9 Ms à 0,9 Ms)	
	couche continue	réseau de plots
0,45	26	-
0,51	17	20
0,57	16	20
0,63	12	18,5
0,68	11	18
0,73	10,5	15

5.4.3 Couche mince de NdFeB

L'augmentation de la densité d'enregistrement dans les médias magnétiques implique l'utilisation de matériaux plus coercitifs. Les aimants composés du type terres rares - métaux de transition sont des forts candidats dû à leur grande coercitivité à température ambiante sous la forme de couches minces. L'étude ici présentée fait partie du travail de N. Dempsey²⁰ au LLN dont le but est de développer et caractériser couches minces de NdFeB visant l'enregistrement magnétique à haute densité.

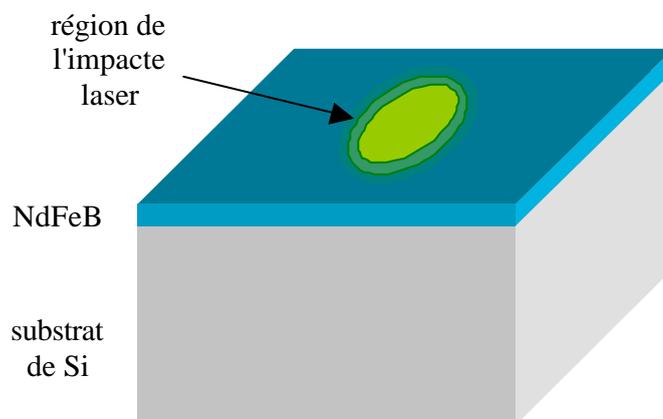


Figure 5.17 : Schéma de la couche de NdFeB déposée sur un substrat de silicium avec la région de l'impact laser au centre.

La structuration des médias magnétiques semble aussi être une voie essentielle pour la forte augmentation de la densité d'information.²¹ L'association d'une couche amorphe de NdFeB à un traitement thermique localisé par échauffement laser focalisé permet l'obtention d'un média structuré à partir d'une couche continue d'une façon bien contrôlée.²² Ce procédé est assez connu étant essentiellement le même utilisé pour l'enregistrement des médias optique du type CD-R (disque compact enregistrable). Dans tel procédé, la vérification de la réussite passe par une étape de mesure localisée de l'aimantation uniquement dans la région où le laser a chauffé la couche. Ceci n'est pas possible avec des systèmes de mesure macroscopiques qui prennent en compte toute la surface de l'échantillon. En outre, le but de cette étude étant l'enregistrement magnétique à haute densité, la dynamique de renversement rapide de l'aimantation est de fondamentale importance pour connaître les possibilités et limitations de ce système pour l'enregistrement magnétique.

La préparation de cet échantillon passe initialement par l'étape de déposition de la couche par pulvérisation cathodique sur un substrat de silicium à partir d'une cible de

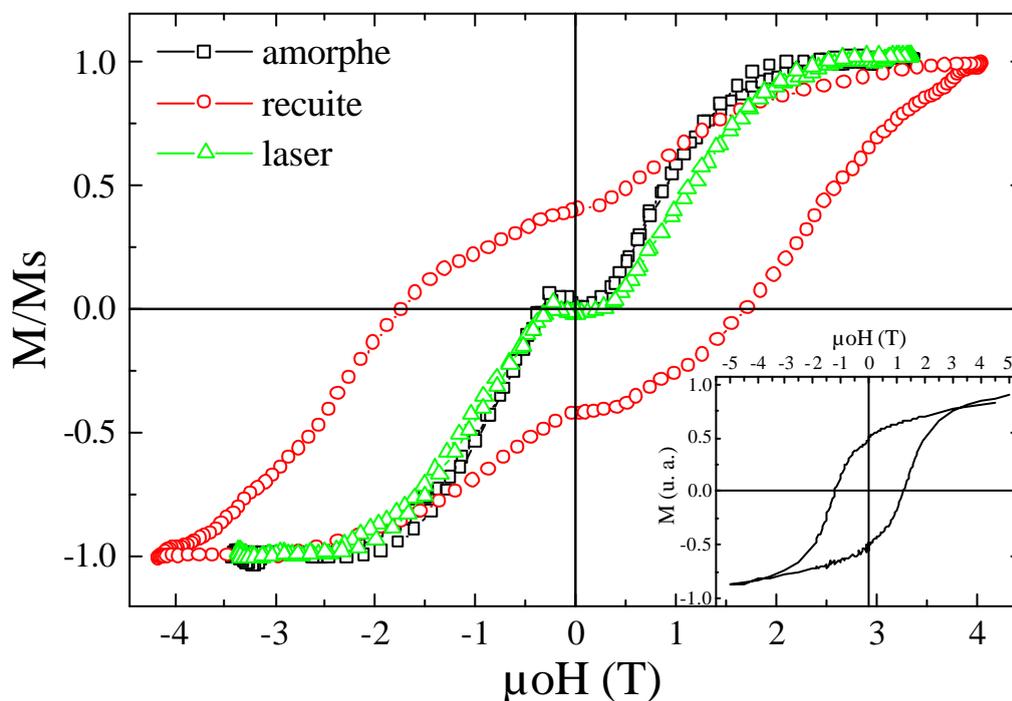


Figure 5.18 : Cycle d'hystérésis dynamique de trois couches minces de NdFeB mesurés en effet Kerr polaire : couche amorphe (carrés), couche recuite (cercles) et couche avec impact laser (triangles). L'encart montre le cycle d'hystérésis quasi statique pour la couche recuite. Le champ coercitif dynamique trouvé est 1,5 fois supérieur à celui quasi statique.

Nd₁₅Fe₇₇B₈. La composition de la couche diffère un peu de celle de la cible mais les propriétés magnétiques envisagées sont correctes. Ensuite un recuit localisé avec un laser pulsé focalisé sur un spot de 100µm définit la région de cristallisation qui aura une plus forte coercitivité. La taille, la puissance, et la durée de l'impulsion laser doivent être choisis de façon à augmenter la température de la couche jusque ce qu'elle atteigne la température de cristallisation. Cependant cette température doit être suffisamment basse pour ne pas provoquer l'évaporation du matériau. L'échantillon ici mesuré fait partie des tests préliminaires et plusieurs impulsions d'un laser Nd:YAG doublé en fréquence ($\lambda=583$ nm) ont été appliquées sur l'échantillon, paraisant une énergie totale de 15 mJ/cm².

Le but de cette mesure a été de déterminer l'efficacité de l'impact laser pour rendre cristalline la couche amorphe et par conséquent plus coercitive. Comme référence d'une couche cristalline nous avons utilisé un échantillon recuit à 700°C pendant 1 heure. Cet échantillon a une anisotropie perpendiculaire au plan de la couche et un champ coercitif quasi statique de 0,45 T. Pour appliquer localement un champ magnétique, une micro bobine avec un diamètre de 50 µm a été utilisée. L'alignement du centre de la bobine avec la région de l'impact laser à été fait avec l'aide d'un microscope optique. Le champ magnétique est donc appliqué perpendiculairement au plan de la couche.

La Figure 5.18 montre les cycle d'hystérésis obtenus en Kerr polaire pour trois couches minces de NdFeB : couche amorphe (carrés), couche recuite (cercles) et couche avec impact laser (triangles). L'encart montre le cycle d'hystérésis quasi statique pour la couche recuite. La couche amorphe n'est pas coercitive tandis que la couche recuite (cristalline) présente un champ coercitif à cette échelle de temps 1,5 fois plus important que celui mesuré en quasi statique (VSM). La couche avec l'impact laser a un comportement magnétique similaire à celui de la couche amorphe. On peut donc conclure que l'impact laser n'a pas été suffisant pour rendre la couche cristalline. Des impulsions laser plus fortes seront alors utilisées dans la suite de ce travail.

5.5 Grenat magnétique par imagerie Faraday dynamique

Les Grenats magnétiques sont des composés ferromagnétiques cristallins à base d'oxyde de fer et terres rares qui présentent une forte rotation Faraday à des champs magnétiques relativement faibles. Ils ont été beaucoup étudiés dans les années 70-80 dans le but des applications comme mémoire magnétique à bulles.²³ L'échantillon ici étudié a été

fabriqué au LETI-CEA-Grenoble. Il s'agit d'une couche de $(Y\ Gd\ Tm\ Bi)_3(Fe\ Ga)_5O_{12}$ avec $7\mu m$ d'épaisseur obtenue par LPVD sur un substrat transparent de $300\ \mu m$ de $Gd_3Ga_5O_{12}$ (GGG).

Ce matériau a une configuration des domaines magnétiques assez particulière, pouvant avoir à l'état rémanent la forme de labyrinthes ou de bulles, selon son "histoire" magnétique et thermique. La Figure 5.19 montre une série d'images de ce grenat acquises par effet Faraday sous un champ magnétique statique appliqué perpendiculairement au plan de la couche (chaque cadre fait $310\ \mu m \times 260\ \mu m$). A partir de ces images on peut construire le cycle d'hystérésis quasi statique en prenant la valeur moyenne de l'intensité magnéto-optique intégrée sur toute la région (Figure 5.20).

Les mesures dynamiques ont été faites avec micro bobines linéaires de $50\ \mu m$ de largeur par $1mm$ de longueur. Un champ magnétique pulsé de $50\ ns$ de largeur et $150\ mT$ d'amplitude a été appliqué perpendiculairement au plan de la couche. Dans ces conditions l'aimantation n'est pas saturée dans la région sondée. La Figure 5.21 montre une séquence d'images obtenues suite à l'impulsion de champ (chaque image mesure $100\ \mu m \times 50\ \mu m$). La

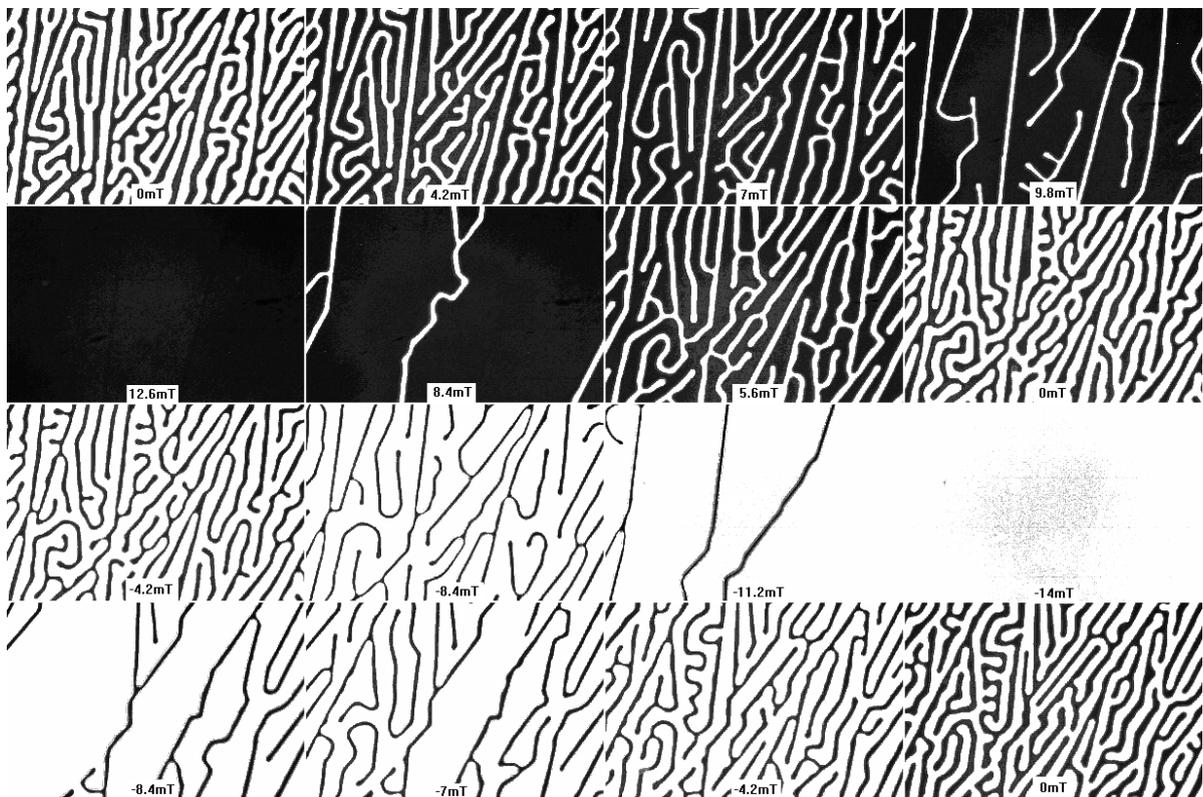


Figure 5.19 : Séquence d'images du grenat magnétique $(Y\ Gd\ Tm\ Bi)_3(Fe\ Ga)_5O_{12}$ obtenues par effet Faraday. Chaque image mesure $310\ \mu m \times 260\ \mu m$ et correspond à la configuration des domaines pour le champ indiqué perpendiculairement au plan de la couche.

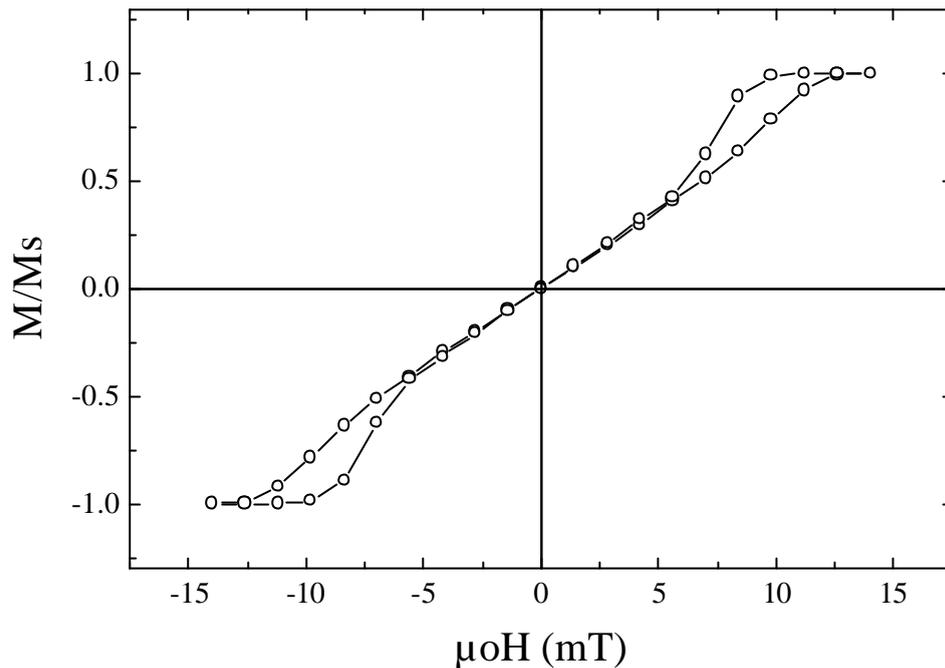


Figure 5.20 : Cycle d'hystérésis pour le grenat à température ambiante obtenu à partir des images à champ magnétique constant.

deuxième image (à 76 ns) a été prise à la fin de l'impulsion et représente le maximum de l'aimantation : la saturation n'a pas été atteinte pour garantir la reproductibilité de la configuration des domaines à chaque nouvelle impulsion de champ dans la mesure "pompe-sonde". Tout de même, les régions plus proches du bord de la bobine sont localement saturées, car le champ magnétique y est plus important.

Les domaines prennent deux formes distinctes dans la région imagée : des bulles dans la région centrale; des bandes vers les bords de la bobine (parties inférieure et supérieure de chaque image). Cela est probablement lié à la composante du champ parallèle au plan de la couche qui est non négligeable près des bords de la bobine. Le champ magnétique dans cette région est aussi plus important que dans la région centrale (voir chapitre II).

A partir de ces images on voit que le processus de renversement de l'aimantation est la propagation de paroi, d'autant plus que la condition de "mono domaine" n'a pas été atteinte. La vitesse de propagation des parois de domaines peut ainsi être facilement obtenue en prenant deux images consécutives pour une même condition de champ. Autour de la valeur maximale de l'impulsion la vitesse de paroi est de $V = 48$ m/s et après l'impulsion $V = 35$ m/s (pour améliorer la précision de ces calculs des images supplémentaires ont été acquises

pendant l'impulsion de champ). Dans un grenat magnétique la vitesse d'une paroi pour un champ appliqué (H) peut être décrite sous la forme $V = \mu_w (H - H_c)$, où μ_w est la mobilité de la paroi et H_c le champ coercitif quasi statique.²³ La mobilité est constante pour les faibles champs et diminue à partir d'un certain champ seuil H_0 . Pour les champs faibles, la mobilité du grenat étudié est $\mu_w = 1160$ m/T.s (mesures faites au LETI) tandis que le champ coercitif quasi statique est $H_c \approx 0,3$ mT. En considérant l'amplitude du champ pulsé appliqué (150 mT), la vitesse de propagation de la paroi devrait être de l'ordre de 174 m/s. La vitesse mesurée correspond à une mobilité de $\mu_w = 320$ m/T.s. Ceci montre que le champ de 150mT est bien au-dessus du champ seuil H_0 .

La Figure 5.22 montre la courbe de renversement de l'aimantation obtenue à partir des images dynamiques en moyennant l'intensité de l'image sur la surface mesurée. Cette réponse est d'ailleurs assez proche de celle déjà montrée précédemment dans la Figure 5.5(c) avec la mesure d'effet Faraday dynamique. Pendant le retour à zéro de l'aimantation après la fin de

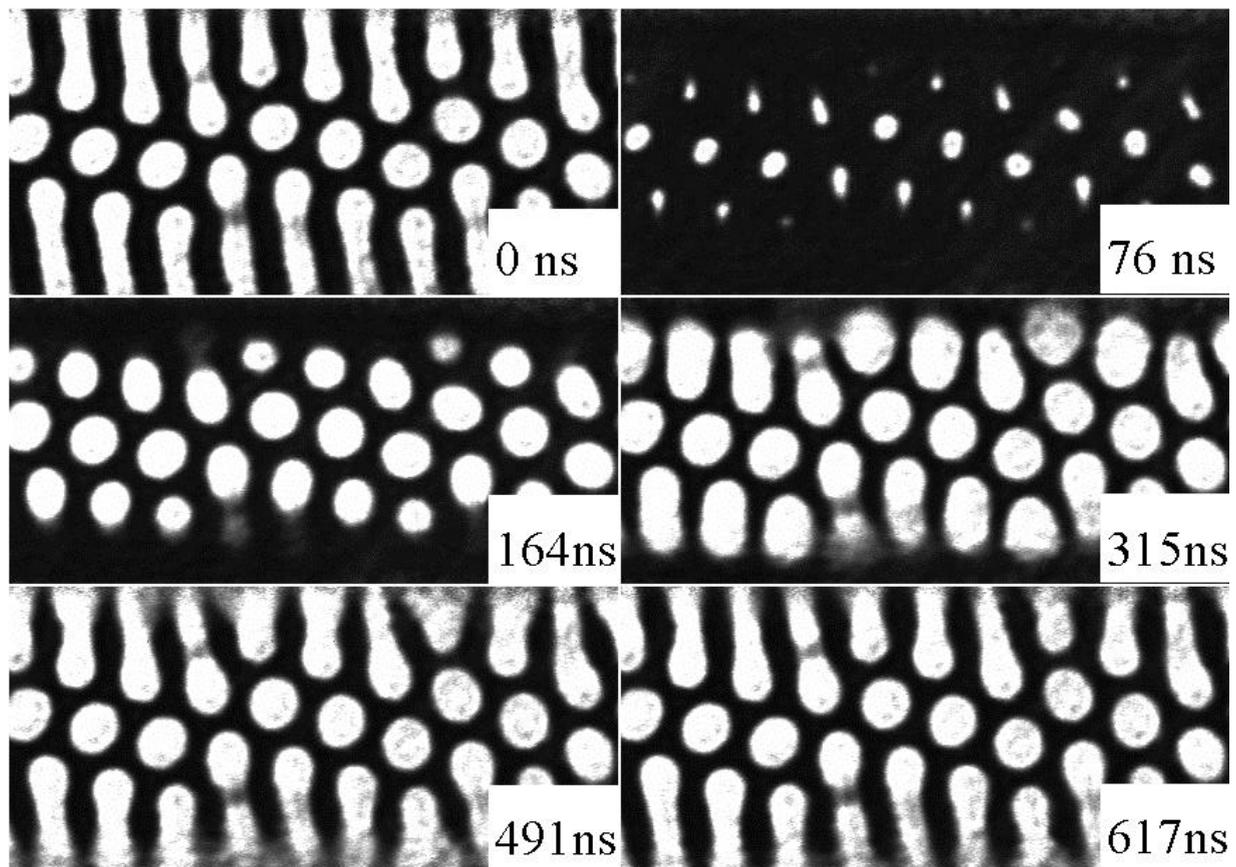


Figure 5.21 : Séquence d'images magnéto-optiques suite à l'application d'un champ pulsé (50 ns de largeur, 150 mT d'amplitude). Le temps indiqué sur chaque cadre correspond au délai entre le début de l'impulsion de champ et l'instant de l'acquisition de chaque image. Chaque cadre mesure $100 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$.

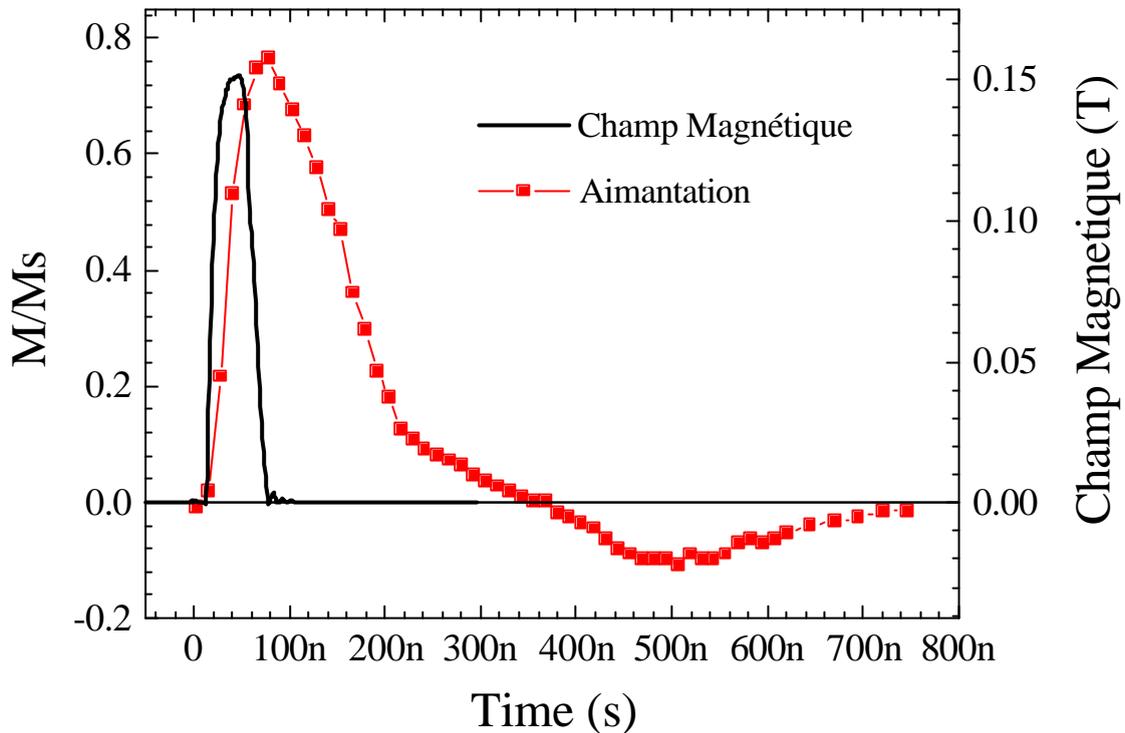


Figure 5.22 : Réponse magnétique du grenat à température ambiante suite à une impulsion de champ (150 mT / 50 ns) obtenue à partir des images à champ magnétique constant.

l'impulsion de champ ($t > 76$ ns), deux pentes différentes peuvent être observées. A travers les images, il est clair qu'un seul processus de retournement a lieu : la propagation de parois. Notre explication de ce fait est basée sur des arguments géométriques à partir d'une observation plus détaillée des images. Au début du renversement ($76 \text{ ns} < t < 164 \text{ ns}$) les parois des domaines se déplacent à une vitesse constante dans toutes les directions (les domaines circulaires s'agrandissent). De ce fait, la surface "blanche" augmente proportionnellement avec le carré du temps écoulé conduisant donc à un comportement parabolique de l'aimantation dans la région sondée.

Une fois que les domaines circulaires atteignent leur taille d'équilibre la propagation devait cesser. Ceci est vrai dans la direction horizontale, mais près des bords de la bobine l'équilibre n'a pas encore été atteint (régions noires, $t = 164$ ns dans la Figure 5.21). Les parois de domaine se déplacent alors dans une seule direction (verticale) avec une vitesse constante, prenant la forme de bandes verticales au lieu de boules (à partir de $t = 315$ ns dans la Figure

5.21). Ceci fait que l'aimantation décroît linéairement et à une vitesse inférieure à la précédente.

Un autre comportement particulier observé est le fait que l'aimantation, même en absence de champ externe après finie l'impulsion, dépasse le zéro ("overshoot") et atteint valeurs négatives (Figure 5.22, $t=500$ ns). Ce phénomène est assez connu pour ce type de matériau ("bubble overshoot") et est lié aux caractéristiques dynamiques de la paroi de ces domaines sous la forme de boules, qui est du type paroi de Bloch.²³

5.6 Conclusions

La technique de mesure magnéto-optique en temps réel utilisant les micro bobines et sources de courant pulsé développés dans notre laboratoire permet d'effectuer des mesures dynamiques d'aimantation à l'échelle de la nanoseconde. Le bruit électromagnétique provenant des impulsions de courant a été efficacement réduit par les techniques de moyenne numérique et de mesure différentielle. La haute sensibilité obtenue rend possible la mesure de couches ferromagnétiques très minces. La résolution temporelle reste limitée à quelques nanosecondes, définie par l'ensemble oscilloscope et photodiode.

La technique d'imagerie magnéto-optique basée sur la stroboscopie s'est montrée efficace pour la visualisation dynamique des domaines à l'échelle de la nanoseconde pour des matériaux qui ont une forte rotation Kerr/Faraday. Néanmoins, à cause de la faible sensibilité (définie essentiellement par la caméra utilisée) comparée à la technique en temps réel, plusieurs matériaux comme le NiFe ou les couches très minces restent inaccessibles à la visualisation de domaines. Il est envisagé une amélioration de la sensibilité par l'utilisation d'une caméra plus performante (meilleur rapport S/N). L'utilisation d'une diode laser picoseconde avec une longueur d'onde de 400 nm est aussi envisagée dans le but d'augmenter les résolutions spatiale et temporelle.

Des mesures à basse température sont envisageables à l'aide d'un cryostat à flux continu d'hélium. Quelques adaptations dans le montage sont en train d'être faites pour permettre le montage des micro bobines à l'intérieur du cryostat. Le câble d'amené de courant doit avoir une faible impédance ($< 1 \Omega$) tout en ayant une faible conductivité thermique. Un câble plat en cuivre très mince est prévu pour cette fonction.

L'analyse complète du comportement dynamique de l'aimantation requiert parfois une modélisation dans une gamme de temps qui va de quelques minutes à la nanoseconde. Une

expansion du système aux mesures quasi statique et dynamiques à basses fréquences (0,1Hz – 10KHz) a été récemment mise en place au LLN par Y. Pennec et J. Camarero ²⁴.

5.7 Références

-
- ¹ P.N. Argyres, Phys. Rev., **97**, 334 (1955).
 - ² Z.Q. Qiu et S.D. Bader, Rev. of Sci. Inst., **71**, 1243 (2000).
 - ³ J.W. Lee *et al*, Rev. of Sci. Inst., **71**, 3801 (2000).
 - ⁴ M.R. Freeman, J. Appl. Phys. **75**, 6194 (1994).
 - ⁵ N. D. Rizzo, T. J. Silva, A. B. Kos, Phys. Rev. Lett., **83**, 4876 (1999).
 - ⁶ J. Laforest, Thèse de doctorat, INPG, Grenoble (1981).
 - ⁷ O. Fruchart, J.P. Nozières and D. Givord, J. Magn. Magn. Mater., **207**, 158 (1999).
 - ⁸ W. Wernsdorfer; D. Maily; A. Benoit, J. Appl. Phys. **87**, 5094 (2000).
 - ⁹ R. P. Cowburn; J. Ferre; S. J. Gray; J. A. C. Bland, Phys. Rev. B., **58**, 11507 (1998).
 - ¹⁰ M.R. Freeman, J. Appl. Phys. **75**, 6194 (1994).
 - ¹¹ Shi-shen Yan *et al*, J. Magn. Magn. Mater., **210**, 309 (2000).
 - ¹² J. Pommier *et al*, J. Magn. Magn. Mater., **136**, 251 (1994).
 - ¹³ N. Sato, K. Habu and T Oyama, IEEE Trans. Magn., **MAG-23**, 2614 (1987).
 - ¹⁴ Y.J. Wang and W. Kleemann, Phys. Rev B, **44**, 5132 (1991).
 - ¹⁵ W.D. Doyle, S. Stinnet, C. Dawson and L. He, J. Magn. Soc. Jpn., **22**, 91 (1998).
 - ¹⁶ S. Landis, B. Rodmacq, and B. Dieny, Phys. Rev B, **62**, 12271 (2000).
 - ¹⁷ J.C.A. Huang *et al*, J. Magn. Magn. Mater., **209**, 90 (2000).
 - ¹⁸ S. Hashimoto, Y Ochiai, and K. Aso, J. Appl. Phys., **66**, 4909 (1989).
 - ¹⁹ H. Wang *et al*, Phys. Stat. Sol. A, **179**, 429 (2000).
 - ²⁰ N.M. Dempsey, J. Foulloy, N. H. Luong and D. Givord, Proc. of the Third International Workshop on Materials Science (IWOMS`99), Hanoi, Vietnam, November 2-4, p 295 (1999).
 - ²¹ S. Landis *et al*, App. Phys. Lett., **75**, 2473 (1999).
 - ²² T. Harada, M. Fujita and T. Fuji, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B, **121**, 383 (1997).
 - ²³ A.H. Eschenfelder, *Magnetic Bubble Technology*, Springer Series in Solid-State Science, Berlin (1981).
 - ²⁴ J. Camarero, Y. Pennec, J. Vogel, M. Bonfim, S. Pizzini, M. Cartier, F. Ernult, F. Fettar, and B. Dieny. Soumis à Phys. Rev. Lett.

6. Conclusion générale

L'étude de la dynamique du renversement de l'aimantation des couches minces à l'échelle de la nanoseconde est actuellement importante aussi bien du point de vue de la physique fondamentale que des applications. La quasi totalité de la technologie de l'enregistrement magnétique moderne utilise des temps de lecture et écriture du média qui sont inférieurs à la dizaine de nanosecondes. Avec l'augmentation de la densité d'information stockée sur le média, des temps encore plus courts seront nécessaires.

Les modèles de renversement de l'aimantation basés sur l'activation thermique perdent leur validité puisque les temps de renversement s'approchent du t_0 du modèle Néel-Brown. La barrière d'énergie ne peut plus être considérée de façon simple. Le modèle de base du micromagnétisme (Landau-Lifshitz-Gilbert) incluant la précession gyromagnétique avec amortissement doit être utilisé. La mesure dynamique trouve sa pertinence à une échelle spatiale le plus souvent submicronique. La résolution spatiale devient ainsi un élément essentiel à la compréhension microscopique du renversement. L'imagerie magnéto-optique dépendante du temps ouvre cette possibilité. Le couplage de la simulation "micromagnétique" avec l'observation expérimentale sera sans doute un élément déterminant pour assurer une réelle compréhension des phénomènes où les effets de bords et les défauts sont des perturbations essentielles.

Dans ce travail nous avons présenté le développement de trois techniques de mesure de la dynamique du renversement de l'aimantation à l'échelle de la nanoseconde, utilisant comme sonde le rayonnement électromagnétique à travers des effets magnéto-optiques dans des gammes d'énergies de photons très différentes. Le XMCD résolu en temps est innovant car outre la résolution temporelle d'une centaine de picosecondes, il ouvre la voie à l'analyse des structures magnétiques complexes grâce à la sélectivité en élément chimique.

Nous avons étudié la dynamique de renversement de systèmes du type vanes de spin et jonctions tunnel (éléments de base des têtes de lecture magnéto-résistives et des mémoires MRAM). Ces systèmes sont composés de deux couches de matériaux ferromagnétiques distincts (d'où l'intérêt de la technique sélective avec des photons capables d'atteindre les couches enterrées) espacées par un matériau non magnétique. La dynamique de renversement de chacune des couches magnétiques (la couche "dure" et la couche "douce") s'est montrée très différente dans la gamme de temps étudiée. i) Les champs coercitifs

dynamiques mesurés sont beaucoup plus importants que les champs coercitifs statiques et cet accroissement est quantifié dans la gamme de temps de la mesure. ii) Pour une épaisseur de la couche de cuivre (non magnétique) de 80 Å, le couplage entre les deux couches ferromagnétiques varie selon l'échelle de temps analysée : en quasi statique (minutes) les couches sont parfaitement couplées; ce n'est pas le cas en dynamique (quelques ns). Les mécanismes de renversement de l'aimantation sont différents, associés à l'inhomogénéité spatiale du couplage induites par les rugosités imposées par la condensation des marches de la surface vicinale du substrat, source de l'anisotropie uniaxiale dans le plan. iii) Enfin la dynamique du renversement de l'aimantation d'une couche continue a été mesurée moins rapide que la dynamique du même empilement structuré en réseau de plots micrométriques.

Le système de mesure dynamique Kerr/Faraday a été utilisé principalement pour les mesures des échantillons à forte anisotropie perpendiculaire, en profitant du champ important (jusque 10 T à un faible taux de répétition) qui peut être obtenu avec les micro bobines dans cette géométrie. A partir d'une étude préliminaire dans des couches minces de TbFe et PtCo la viscosité magnétique S_w a été extraite selon un modèle proposé par Gyorgy.

L'imagerie Kerr/Faraday dynamique a permis de faire des études préliminaires sur un grenat magnétique et en déduire directement la vitesse de propagation ainsi que la mobilité dynamique de la paroi des domaines. La sensibilité actuelle de la technique limite les mesures sur des systèmes qui ont une forte rotation Kerr/Faraday. Une amélioration de cette sensibilité ainsi que celles de la résolution temporelle et spatiale sont prévues dans la suite de ce travail.

Avec les micro bobines développées en collaboration avec le LETI, en utilisant des nouvelles techniques de lithographie, nous avons montré la possibilité de produire des impulsions de champ aussi importantes que 50 T avec une largeur de quelques dizaines de nanosecondes. La technique de mesure dynamique Kerr/Faraday s'est montrée bien adaptée pour des mesures à champ fort sur des échantillons paramagnétiques ou sous la forme de couches minces. Le dispositif expérimental est restreint pour le moment à la température ambiante et l'adaptation avec un cryostat est programmée.

Pour le futur, la visualisation du processus renversement de l'aimantation des couches minces à très haute résolution spatiale et avec sélectivité chimique, est envisagée. L'adaptation des micro bobines et de la technique de mesure dynamique dans un microscope du type PEEM est possible bien que délicate puisque il faut créer des sources de champs au voisinage d'un faisceau d'électrons. En dehors du pulse de champ les perturbations du faisceau d'électrons peuvent être absentes si les matériaux sont convenablement choisis. Un tel

Le système permettrait la visualisation des domaines magnétiques avec une résolution spatiale sous-micrométrique et une résolution temporelle de la centaine de picosecondes.