



HAL
open science

Dynamique de l'aimantation : d'un film simple aux systèmes couplés

Yan Pennec

► **To cite this version:**

Yan Pennec. Dynamique de l'aimantation : d'un film simple aux systèmes couplés. Matière Condensée [cond-mat]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2003. Français. NNT : . tel-00008241

HAL Id: tel-00008241

<https://theses.hal.science/tel-00008241>

Submitted on 25 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.

THÈSE

pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université Joseph Fourier
Grenoble I

Discipline : Physique

présentée et soutenue publiquement
par :

Yan Pennec

le 03 novembre 2003

Dynamique de l'aimantation : d'un film simple aux systèmes couplés.

Composition du jury :

Président :	Alain Schuhl
Rapporteur :	André Thiaville
Directeur :	Alain Fontaine
Co-directeur :	Jan Vogel
Examineur :	Frédéric Petroff
Examineur :	Jean-Louis Porteseil

Thèse préparée au laboratoire Louis Néel, CNRS - GRENOBLE

A mes parents...

Remerciements

Merci à tous !!!!!!!!!!!!!!!

Je voudrais remercier toutes les personnes qui ont permis l'aboutissement de cette thèse. En premier lieu celles du laboratoire pour cette bonne humeur quotidienne qui transformerait presque trois ans de thèse en trois semaines de vacances.....

Merci à vous Jan et Stefania de m'avoir si chaleureusement accueilli au sein de votre groupe. Merci de la confiance que vous m'avez portée et de la grande liberté que vous m'avez laissée dans mon travail de thèse. Merci de m'avoir fait agréablement voyager dans la communauté du magnétisme à travers les écoles et les conférences. Merci de m'avoir ainsi ouvert les portes de cette science. Merci Julio pour ces deux premières années de thèse où nous avons travaillé dans un enthousiasme toujours plus grand à implémenter les montages du laboratoire pour pouvoir mesurer les propriétés cachées des couches minces magnétiques.

Merci à vous Jean-Claude, Jean-Claude et Laurent pour la gentillesse et la patience à m'apprendre les rudiments de la mécanique. Merci surtout pour toutes les magnifiques réalisations effectuées pour l'équipement du laboratoire.

Merci aux électroniciens Serge et Jean-Sébastien. Sans eux, l'électronique de puissance (ou non !) trouverait rapidement des applications dans les rayons grille pains des supermarchés.

Merci aux secrétaires du laboratoire, Eliane, Sabine et Véronique qui m'ont permis de surnager à travers les marées de bons de commandes, de forfaits, frais de mission, formulaire d'exception X329Z ...

Le succès d'une belle expérience en physique des couches minces dépend indiscutablement de la qualité de la tomate ! Alors je tiens remercier chaleureusement les pizzaïolo (l'expression vient de l'un d'entre eux) pour le temps passé près du four pour préparer la pizza idéale... Merci Franck, Farid, Flavio, Jordi, Armando, Manu, Francois et Yann.

Merci à tous ceux qui savent transformer les nuits au synchrotron en saint sylvestre, merci (bis)

Jan, Julio et Stefania, merci aussi Francesco, Keiki, Wolfgang, Nick et Alberto.

Merci à tous ceux qui ont permis d'avancer dans la réalisation technique et scientifique de cette thèse grâce aux discussions autour d'une table, d'un café au coin du couloir, à leurs conseils petits et grands. Merci Jean christophe, Jacques, Laurent, Olivier, Olivier, Wolfgang, Etienne, Yves, Pierre, Rafik, Frédéric, Henri, Philippe, David, Bernard, Marlio, Beinjamin, Pierre, Dominique, Thierry et tous les autres...

Merci à mes camarades thésards (camarades (r)évolution ?) pour le temps passé ensemble, au travail, au foot et ailleurs encore. Salut Thierry, Sam, Romain, Manu, Yann, Christophe, Vasile, Jérôme, Maged, Alexandre, Fabien, Loïc, Florent, Franck, Elsa, Thomas ...

Merci à André Thiaville et Alain Schuhl d'avoir accepté d'être mes rapporteurs, Frédéric Petroff, Jean-Louis Porteseil et Alain Fontaine pour leur participation au jury de thèse.

P.S. Merci aussi a ceux qui ont permis que cette thèse soit garantie sang pouvre sang cent fôtte de aurtographfe.

Table des matières

Introduction	ix
I Techniques Expérimentales.	1
1 Production de champs magnétiques	3
1.1 Générateur de champ magnétique modulable.	4
1.1.1 Electro-aimants	4
1.1.2 Asservissement	5
1.2 Générateur de champ magnétique pulsé.	9
1.2.1 Sources de courant pulsé	10
1.2.2 Microbobines	11
1.3 Autres techniques et évolutions envisageables.	12
2 Effets magnéto-optiques	15
2.1 Effets Kerr	15
2.1.1 Equations de Maxwell	16
2.1.2 Equation de propagation	16
2.1.3 Tenseur de permittivité électrique	17
2.1.4 Modes propres de propagation	18
2.1.5 Réflexion d'une onde plane	18
2.1.6 Géométries utiles	19
2.2 Dichroïsme magnétique des rayons X	20
2.3 Revue bibliographique	22
3 Instrumentation	25
3.1 Magnétomètre Kerr	25
3.1.1 Configuration statique et moyenne fréquence ($0 \rightarrow 20kHz$)	25
3.1.2 Méthode d'analyse de la rotation	26
3.1.3 Configuration dynamique pour la résolution nanoseconde.	27
3.1.4 Configuration dynamique picoseconde, approche pompe sonde	28
3.2 Microscopie Magnéto-optique	29
3.2.1 Microscope	29
3.2.2 Sources de lumière	30
3.3 Cryostat Magnéto-optique	31
3.4 Grands instruments	32

3.4.1	Génération de photons X polarisés monochromatiques	32
3.4.2	Instruments	34
II	Introduction au magnétisme et sa dynamique.	37
4	Introduction au magnétisme.	39
4.1	Court aperçu historique	39
4.2	Origine microscopique du moment magnétique	40
4.3	Energies d'un système magnétique : la théorie micromagnétique	41
4.3.1	Interaction d'échange	42
4.3.2	Energies d'anisotropie	43
4.3.3	Energie d'interaction dipolaire	44
4.3.4	Energie Zeeman ou énergie magnétostatique	44
4.3.5	Environnement local	44
5	Approches théoriques de la dynamique de l'aimantation	47
5.1	Précession de l'aimantation et activation thermique	48
5.1.1	Equation de Landau, Lifschitz et Gilbert.	48
5.1.2	Activation thermique, modèle de Néel.	49
5.2	Dynamique de la nucléation	50
5.2.1	Barrière d'énergie	51
5.2.2	Activation thermique de la nucléation	52
5.3	Dynamique d'une paroi de domaine	53
5.3.1	Dynamique d'une paroi de Bloch libre.	54
5.3.2	Propagation d'une paroi piégée.	57
5.3.3	Généralisation	59
5.4	Modélisation complète des cycles d'hystérésis.	60
5.4.1	Modèle d'intégration des constantes de temps	60
5.4.2	Modèle d'accroissement de surface	61
5.5	Temps caractéristiques du magnétisme.	62
III	Dynamique de renversement d'un film simple.	65
6	Dynamique d'un film à aimantation libre	67
6.1	Caractérisation magnétique et cycle d'aimantation dynamique.	67
6.1.1	Structure cristallographique et aimantation.	67
6.1.2	Cycle d'aimantation statique	69
6.1.3	Cycle d'aimantation dynamique.	71
6.2	Dynamique d'une paroi de Bloch.	72
6.2.1	Dérivation des cycles d'aimantation	72
6.2.2	Vitesse de paroi en fonction du champ	74
6.3	Dynamique de la nucléation	75
6.3.1	Champ de première nucléation extrait des cycles d'aimantation dynamique.	75
6.3.2	Distribution temporelle de la nucléation en fonction du champ	76
6.4	Cristaux de bulles magnétiques bidimensionnels	79

6.4.1	Génération du cristal	80
6.4.2	Dynamique nanoseconde du réseau	81
6.4.3	Transitions de phase	82
6.5	Conclusion	86
7	Dynamique d'un film à aimantation piégée.	87
7.1	Multicouches cobalt platine.	87
7.1.1	Microscopie Magnéto-optique résolue en temps	88
7.1.2	Mesures d'aimantation dynamique	92
7.2	Influence de la température sur la dynamique de renversement de l'aimantation	96
7.2.1	Couche mince de Cobalt à aimantation planaire	96
7.2.2	Couches minces de manganites : $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$	98
7.3	Conclusion	100
IV	Dynamique de renversement d'un système couplé.	103
8	Les bicouches F/AF à base de NiO et Co.	105
8.1	Introduction au couplage ferro-antiferromagnétique.	105
8.1.1	Aspects génériques.	105
8.1.2	Approches théoriques	107
8.2	Propriétés statiques du couplage d'échange de Co/NiO	109
8.2.1	Croissance	109
8.2.2	Cycles d'aimantation	109
8.2.3	Dépendance en température	111
8.3	Couplage statique à 90° dans les tricouches FeNi/NiO/Co	113
8.3.1	Mise en évidence du couplage à 90°	113
8.3.2	Propriétés magnétiques en fonction de l'épaisseur de NiO	115
8.3.3	Comparaison avec les calculs micromagnétiques	116
8.4	Influence du couplage d'échange sur la dynamique de renversement des bicouches Co/NiO.	118
8.4.1	Cycles d'aimantation dynamiques	118
8.4.2	Affirmation du modèle de champ aléatoire	119
8.4.3	Dynamique de renversement mesuré sur 12 décades en dH/dt	121
8.5	Dépendance en champ externe maximal appliqué du couplage d'échange.	121
8.5.1	Mise en évidence	122
8.5.2	Discrimination entre une dépendance en temps et en champ.	122
8.5.3	Etude en fonction de dH/dt et H_{MAX}	123
8.5.4	Mesure de l'aimantation résiduelle du NiO par XMCD.	123
8.6	Conclusion	126
9	Tricouche F-NM-F couplée par interactions dipolaires	129
9.1	Etude structurale et propriétés statiques	130
9.1.1	Elaboration	130
9.1.2	Propriétés magnétiques statiques.	131
9.2	Propriétés dynamiques	132

9.2.1	Cycles d'aimantation dynamique	132
9.2.2	Microscopie X-PEEM	133
9.3	Modélisation du couplage peau d'orange	135
9.3.1	Modèle de Néel	136
9.4	Simulations micromagnétiques	137
9.5	Phénoménologie du renversement	140
9.6	Conclusion	141
Conclusions et perspectives		143
Bibliographie		153
		154

Introduction

Les effets du temps sur l'aimantation sont connus depuis très longtemps. Les premiers observateurs du magnétisme avaient déjà remarqué que l'aimantation d'un objet ferreux comme une aiguille par exemple diminuait au cours du temps. Si on voulait pouvoir s'en servir à nouveau comme une boussole, il fallait régulièrement la ré-aimanter... Ce fut Néel en 1950 qui formalisa cette première dépendance temporelle de l'aimantation sous le terme d'activation thermique. L'agitation aléatoire due à la température permet à un système magnétique de franchir une barrière d'énergie de hauteur finie. Le temps caractéristique de franchissement dépendra alors de la hauteur de barrière.

De nos jours l'étude de la dynamique de renversement de l'aimantation reste un sujet d'études très intenses. Les domaines d'applications pour des composants magnétiques rapides sont immenses. Ils vont des transformateurs, aux moteurs, des éléments de communication radio-fréquences aux capteurs d'allumages d'un moteur thermique, des mémoires de disque durs aux transistors à spins. La recherche fondamentale de ces dernières années s'intéresse principalement aux derniers éléments précédemment cités. Ces études sont particulièrement motivées (et financées) par l'industrie de l'enregistrement de masse ainsi que l'industrie émergente de l'électronique de spin.

Les éléments magnétiques utilisés sont principalement basés sur les couches minces et ultraminces magnétiques, de quelques plans atomiques à quelques dizaines de nanomètres. Les temps caractéristiques pour le renversement de ces couches qui sont utilisées soit comme support d'information, soit comme capteur de champ magnétique, sont aujourd'hui de quelques nanosecondes. Le processus de renversement utilise requiert l'activation thermique. Un renversement rapide nécessite alors l'utilisation de champ fort.

Une tendance actuelle est aussi une forte diminution des dimensions latérales des objets magnétiques qui sont aujourd'hui couramment inférieures au micromètre. Dans ces objets monodomaines, les effets de la nature précessionnelle de l'aimantation sont facilement utilisables. Cette nature précessionnelle induit un comportement pour l'aimantation similaire à celui d'un gyroscope en mécanique classique. Le plus gros effort de recherche est aujourd'hui porté sur l'étude et la maîtrise de la précession afin de diminuer les temps caractéristiques ainsi que le champ nécessaire pour le renversement. Des temps de renversement inférieurs à la centaine de picosecondes sont alors possibles tout en utilisant des champs faibles.

Mon travail de thèse a été effectué au sein du groupe de dichroïsme magnétique des rayons X du laboratoire Louis Néel à Grenoble. Ce groupe a longtemps travaillé sur les propriétés fondamentales du magnétisme par l'étude des spectres d'absorption électronique de nombreux composés. Ces études nécessitent l'utilisation du rayonnement synchrotron comme source de lumière X. Une particularité du fonctionnement de ces sources X est la nature impulsionnelle de la lumière émise. Ce groupe a été parmi les premiers à se servir de cette spécificité pour l'étude de la dynamique du renversement de l'aimantation. Cette technique permet une mesure stroboscopique avec une résolution temporelle de quelques centaines de picosecondes. Ces études restaient de nature macroscopique, la taille de la sonde étant de plusieurs centaines de micromètres. Plus récemment, il a été montré qu'il était possible d'ajouter un microscope électronique comme détecteur de l'absorption afin de rajouter une résolution spatiale de quelques dizaines de nanomètres à cette technique. L'association d'une haute résolution spatiale et temporelle feront du TR-PEEM, pour Time-Resolved Photoelectron Emission Microscope, un instrument unique pour l'étude de la dynamique de renversement de l'aimantation. Le développement d'un tel instrument est long. Il nécessite l'utilisation du rayonnement synchrotron et se place dans le cadre des grands instruments. Il est donc dédié à la communauté du magnétisme autant qu'à notre groupe propre.

Cette thèse se place en partie dans le cadre du développement à long terme de ce projet. Il prend cependant peu (pas) de place ici car le travail effectué sur cet instrument a démontré la faisabilité de la technique mais n'a pas encore donné de résultats physiques majeurs. Comme je le faisais remarquer, le TR-PEEM sera un instrument commun. Nous avons donc décidé de développer un ensemble complet d'instruments de laboratoire permettant des mesures dynamiques de l'aimantation. Ces instruments permettent d'effectuer les études préliminaires aux expériences plus fines du TR-PEEM. Elles s'inscrivent également dans un cadre plus large d'étude de la dynamique de renversement des systèmes magnétiques ne nécessitant pas les performances du TR-PEEM, principalement en termes de résolution spatiale et de sélectivité chimique.

A mon arrivée au laboratoire, la groupe disposait des microbobines pour l'obtention de champ impulsif ainsi qu'un banc rudimentaire de mesures magnéto-optiques. Les microbobines sont un moyen unique d'obtenir des champs intenses (jusqu'à 50T !) dans des temps très courts de quelques nanosecondes à quelques centaines de nanosecondes. Il existe des contreparties à ces performances de pointe. On peut regretter que la forme du champ appliqué n'est pas contrôlable. Mais l'inconvénient majeur est le fait qu'on ne puisse mesurer exclusivement que les dynamiques rapides. Afin d'élargir la gamme temporelle accessible, j'ai développé un générateur de champ magnétique modulable du statique à $10kHz$ avec un champ maximum de $0,5T$. J'ai finalisé l'instrumentation du magnétomètre à effets magnéto-optiques du point de vue mécanique et informatique. Ces trois années de thèse ont également permis la réalisation d'un microscope magnéto-optique de résolution spatiale meilleure que le micron, et de résolution temporelle jusqu'à $50ps$. Comme je le mentionnais au début de cette introduction, le renversement de l'aimantation est classiquement thermiquement activé ; ils nous a paru intéressant de construire un cryostat optique permettant la mesure des propriétés dynamiques de l'aimantation de 30K à 500K pour pouvoir comparer les effets conjugués du temps et de la température. Cet instrument permet également de profiter de la très haute sensibilité de la technique magnéto-optique pour mesurer l'aimantation de matériaux avec une température de Curie basse.

La première partie de ce mémoire est consacrée à l'instrumentation utilisée et réalisée au cours de cette thèse. Je présente les sources de champs dynamiques. Un deuxième chapitre est consacré à l'étude des effets magnéto-optiques du visible aux rayons X, des effets Kerr au dichroïsme magnétique des rayons X. Nous n'avons pas réalisé d'études particulières sur les effets magnéto-optiques, mais leur utilisation est la technique de mesure principale des effets magnétiques dynamiques. Il m'a semblé important de leur consacrer un chapitre. Le dernier chapitre de cette partie présente les instruments de laboratoire réalisés ainsi que ceux utilisés autour du rayonnement synchrotron.

Au cours du développement de ces instruments, nous avons utilisé différents échantillons pour pouvoir caractériser et valider nos expériences. Au cours du développement du microscope, nous avons beaucoup travaillé avec un film micronique de grenat magnétique. Ce système, bien que très ancien, est très utile car il a la particularité d'avoir une structure en domaines très bien définie en champ nul. Les domaines mesurent typiquement une dizaine de microns de large. De plus il a une rotation magnéto-optique très importante, il est donc très facile de l'imager. La beauté des domaines imagés en microscopie est principalement due à la grande qualité cristallographique de l'échantillon. Cela nous a conduit à utiliser cet échantillon comme système modèle pour une aimantation libre de défauts. Nous montrerons, que dans cet échantillon, la dynamique de renversement de l'aimantation est majoritairement gouvernée par la précession de l'aimantation.

Puis, nous avons appliqué les techniques de microscopie dynamique développées sur le grenat sur un système plus "moderne" : une multicouche (Co/Pt). Ce système a été très étudié il y a une dizaine d'années pour décrire les propriétés dynamiques de l'aimantation. Il suscite actuellement un grand regain d'intérêt car c'est un candidat potentiel comme support d'enregistrement en technologie perpendiculaire. Lorsque l'on représente l'évolution du champ coercitif en fonction de la vitesse de balayage de $(Co/Pt)_n$, la partie basse vitesse suit une loi de dépendance logarithmique. A plus haute vitesse, le champ coercitif diverge. Il existe différents modèles pour pouvoir expliquer cette divergence, mais les expérimentateurs n'avaient accès qu'au cycle d'hystérésis ou à la structure en domaines à basse vitesse. La technique de microscopie résolue en temps permet de suivre en temps réel l'évolution de la structure en domaines et de valider les hypothèses de départ des différents modèles.

La deuxième partie de cette thèse est consacrée aux théories permettant la description des phénomènes dynamiques. Le premier chapitre est une introduction très générale au magnétisme. Le deuxième chapitre introduit les deux concepts fondamentaux de la dynamique magnétique : la précession de l'aimantation et l'activation thermique. Ces concepts sont ensuite appliqués plus spécifiquement à la description des deux événements majeurs pour le renversement de l'aimantation dans les couches bidimensionnelles : la nucléation de domaines inverses et la propagation de paroi.

La troisième partie est consacrée à l'étude de la dynamique de renversement de l'aimantation d'un film simple. Elle est organisée en deux chapitres où nous comparons l'aimantation "libre" du film de grenat dans le premier chapitre, à l'aimantation hautement piégée de la multicouche $(Co/Pt)_n$. Dans ce deuxième chapitre je présente également quelques résultats très préliminaires sur l'action comparée de la température et du temps sur un film polycristallin de cobalt ainsi que sur un film épitaxial de manganites.

En parallèle de ce travail de développement expérimental, un thème de recherche de notre groupe est la compréhension des systèmes couplés et des effets dynamiques associés. Nous avons travaillé en collaboration avec l'équipe du Dr Dieny du DRFMC/CEA¹ à Grenoble sur le couplage d'échange unidirectionnel à l'interface entre un film ferromagnétique et un film antiferromagnétique. Le couplage d'échange unidirectionnel est très largement utilisé dans les applications de l'électronique de spin. Il sert couramment à piéger la couche inférieure d'une vanne de spins selon une direction préférentielle. Ce type d'élément existe déjà dans tous nos disques durs. Cependant la physique de ce couplage est encore très incomprise. Nous avons utilisé les techniques de mesure dynamique pour tenter de caractériser certains paramètres de ce couplage et d'ainsi mieux le comprendre.

Les applications de l'électronique de spins demandent une parfaite maîtrise des configurations magnétiques des différentes couches qui constituent un élément. Cependant ces couches sont souvent couplées. Nous nous sommes intéressés à l'influence de ce couplage sur les propriétés dynamiques d'une structure vanne de spins. Ce travail a été réalisé en collaboration avec l'équipe du Dr Petroff de l'UMR CNRS-Thalès à Paris. Nous avons étudié des vannes de spins ainsi que des jonctions tunnels déposées sur un substrat à accumulation de marches. Ce type de substrat présente une très forte modulation topologique qui a pour conséquence de créer de fortes interactions dipolaires aux échelles nanométriques entre les couches mais également au sein d'une même couche.

La dernière partie de cette thèse est donc consacrée à l'étude de la dynamique de ces systèmes couplés. Après une brève introduction au couplage unidirectionnel d'échange, je présente l'étude statique réalisée sur des bicouches Co/NiO, puis sur le couplage à 90° qui peut exister entre deux couches ferromagnétiques séparées par une couche antiferromagnétique. Je présente ensuite l'étude dynamique réalisée sur les bicouches Co/NiO qui met en évidence le lien fort entre les volumes d'activation du phénomène de propagation de paroi dans un film piégé et l'intensité du couplage. Enfin, je présente la dépendance en champ maximum appliqué du couplage d'échange. Cette dépendance montre l'importance d'un facteur trop souvent négligé dans la prise en compte du couplage d'échange : les joints de grains...

Le deuxième chapitre est consacré à l'étude de la dépendance du couplage peau d'orange en fonction du mode de renversement. Nous montrerons que ce dernier disparaît lorsque le renversement de la couche douce passe d'un mode où la propagation de parois est majoritaire à un mode où la nucléation successive devient le vecteur principal du renversement. Nous établirons le lien entre cette disparition et la nature locale du couplage dans cet échantillon. Nous montrerons également que le modèle de Néel est insuffisant pour rendre compte des interactions dipolaires à ces échelles. Nous traitons alors ce problème sur la base de calculs micromagnétiques.

¹Maintenant Spintec.

Première partie
Techniques Expérimentales.

Chapitre 1

Production de champs magnétiques

Traditionnellement la création de champs magnétiques est réalisée par des bobines d’Helmholtz. Elles permettent couramment la création d’un champ magnétique de quelques Teslas dans des volumes de quelques centimètres cubes. Des bobines identiques avec des enroulements supraconducteur permettent d’atteindre la dizaine de Teslas. Ces systèmes permettent la création de champs magnétiques intenses grâce à un nombre élevé de spires. Cependant, ils ne sont pas adaptés à la création d’un champ magnétique rapide. Ces bobines ont souvent une résistance élevée et fonctionnent sous de très forts courants, d’où une forte dissipation thermique. Les alimentations sont optimisées pour la puissance et n’ont donc que de piètres qualités dynamiques. Enfin, leurs fortes inductances nécessitent lors d’une utilisation dynamique la génération de tensions élevées ; elles croissent en $2\pi L I_{Max} freq$. Notre groupe est spécialisé dans le magnétisme des couches minces structurées à base, principalement, de métaux de transition. La gamme de champ utile typique de ces systèmes est de quelques centaines de mT. Le spectre temporel utile est lui extrêmement large : la relaxation des systèmes frustrés peut prendre plusieurs heures, jours voire des années. L’échelle de temps caractéristique de la précession de l’aimantation se situe plutôt autour de la centaine de picosecondes ! A mon arrivée dans ce laboratoire, le groupe disposait des ”microbobines” développées par Ken Mackay et Marlio Bonfim. Ces microbobines permettent la création d’impulsions intenses et rapides (jusqu’à 50 T et 4 ns). Nous avons développé le système à électro-aimant pour élargir la gamme temporelle accessible à la mesure. Ce système complète les microbobines dans la gamme des basses et moyennes fréquences (jusqu’à 0.3 T et 15 kHz). Dans ce chapitre je détaille la réalisation du système à électro-aimant, et, par un souci de cohérence, je reprends les caractéristiques techniques des micro-bobines. Enfin, je présente rapidement certaines techniques intéressantes qui pourraient être développées dans ce laboratoire pour compléter nos sources existantes.

1.1 Générateur de champ magnétique modulable.

Un moyen simple de générer un champ magnétique important sans avoir à appliquer de courant fort est d'utiliser la forte susceptibilité linéaire des matériaux ferromagnétiques doux. Le matériau joue alors le rôle d'un amplificateur magnétique. Le champ magnétique produit est proportionnel au courant dans les spires d'induction. Nous avons associé un générateur de courant asservi à des matériaux magnétiques haute fréquence afin de réaliser notre générateur de champ magnétique modulable. Cette section décrit le fonctionnement général d'un électro-aimant, le schéma d'asservissement et la caractérisation des différents électro-aimants utilisés durant cette thèse.

1.1.1 Electro-aimants

Les électro-aimants sont réalisés sur la base de tores en ferrites ou en poudre de fer compactée. Ces matériaux sont de bons isolants car ils sont constitués de grains magnétiques isolés électriquement les uns des autres afin de limiter les courants de Foucault. On découpe un entrefer utile de quelques millimètres dans le tore.

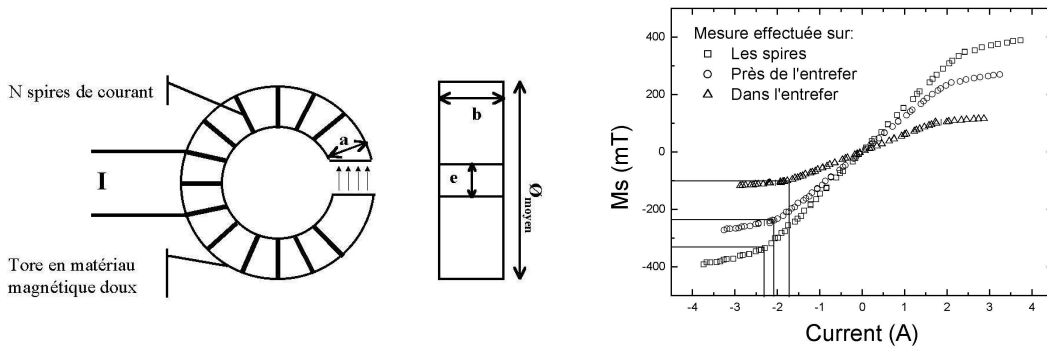


Figure 1.1 – Schéma descriptif d'un électroaimant standard.

Figure 1.2 – Réponse magnétique en fonction de la position sur l'électro-aimant. L'apparition de charges démagnétisantes sur les pôles de l'entrefer diminue d'un facteur 4 l'aimantation dans l'entrefer.

Le champ produit dans l'entrefer d'une telle bobine peut être calculé à partir de ses paramètres géométriques (indiqués en Figure[1.2]) et des propriétés du matériau. Dans la limite d'un rapport gap/périmètre ($e/\pi\phi$) petit ainsi qu'une perméabilité μ_r élevée, l'inductance L et le champ B sont donnés par :

$$L = \mu_0\mu_r \frac{N^2 a \cdot b}{e} \quad B = \mu_0 \frac{N \cdot I}{e} \quad (1.1)$$

Deux facteurs limitent la valeur maximum du champ. Le premier facteur est l'aimantation à saturation. De plus, l'apparition de charges démagnétisantes réduit d'un facteur quatre le champ dans l'entrefer par rapport à l'aimantation du matériau. Ceci a été montré par des mesures d'aimantation en différents points de l'électro-aimant, Figure[1.2]. Si il était possible, un usinage des pôles en cônes devrait diminuer cet effet de dépolariation. Le deuxième facteur limitant est relié à l'alimentation de courant. En effet, l'inductance L de l'électro-aimant requiert des tensions plus élevées à hautes qu'à basses fréquences pour une même valeur de courant I ($V = LdI/dt$). Pour

un même champ d'induction du matériau doux, il faut trouver le bon compromis entre le courant maximum désiré et le nombre de tours utilisé. Les électro-aimants sont alimentés par un amplificateur de puissance $200V/4A/f_c 11kHz$. Le nombre d'enroulements N optimum se situe, selon nos bobines, entre 70 et 150.

1.1.2 Asservissement

La régulation du champ se fait par un asservissement en courant. Il est délicat d'asservir une charge purement selfique. L'énergie $1/2LI^2$ stockée dans la bobine est importante, et la charge dissipative faible, de l'ordre de quelques Ω . Ces types d'asservissement ont naturellement une forte tendance à osciller. Nous avons réalisé une boucle d'asservissement de courant commandée en tension à correction proportionnelle simple K , Figure[1.3]. Le signal d'entrée est une tension délivrée par un générateur de fonction programmable et commandé par ordinateur. La puissance est fournie par un amplificateur bipolaire $200V/4A/f_c 11kHz$. Le courant dans la bobine est mesuré par une résistance $R_M = 1\Omega$ de puissance montée sur un radiateur. La tension sur cette résistance est la référence injectée dans le comparateur. Il est fabriqué avec des composants hautes fréquences ($> 500kHz$) pour éloigner les pôles de résonances de la gamme utile, 0 à $20kHz$.

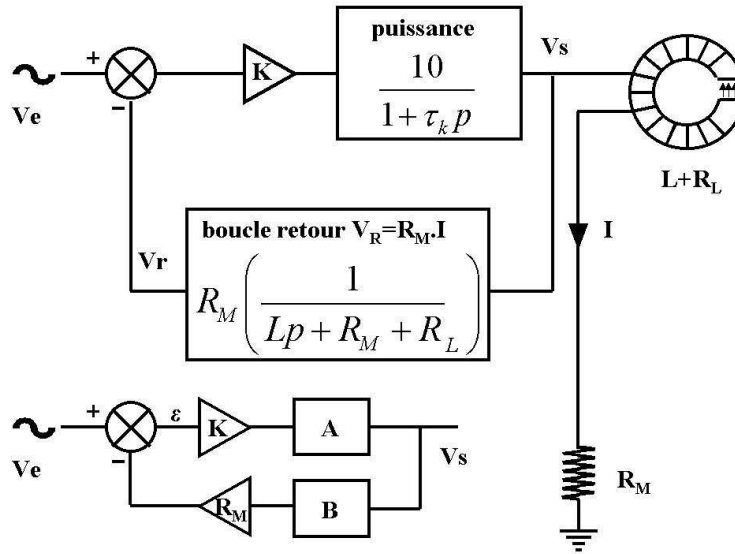


Figure 1.3 – Schéma général et notations utilisées pour la boucle d'asservissement.

Le problème est traité en transformée de Laplace, on peut écrire la fonction de transfert I/V_e via :

$$V_s = \varepsilon K A \quad \varepsilon = V_e - R_M B V_s \quad (1.2)$$

$$\frac{V_s}{V_e} = \frac{K A}{1 + R_M K B A} \quad I = V_s B$$

$$\frac{I}{V_e} = \frac{K A B}{1 + R_M K B A} \quad (1.3)$$

La réponse de l'amplificateur de puissance A est représentée au premier ordre par :

$$A = \frac{10}{1 + \tau_K \cdot p} \quad (1.4)$$

B est la conductance de la bobine et de la résistance de mesure :

$$B = \frac{1}{R_L + R_M + Lp} \quad (1.5)$$

d'où :

$$\frac{I}{V_e} = \frac{10K}{R_L + R_M + 10KR_M + p(\tau_K(R_M + R_L) + L) + p^2L\tau_K} \quad (1.6)$$

On peut mettre ceci sous la forme traditionnelle des systèmes asservis du deuxième ordre : gain G, fréquence de résonance ω_0 et facteur d'amortissement z :

$$\frac{I}{V_e} = \frac{G}{1 + 2z\frac{p}{\omega_0} + \left(\frac{p}{\omega_0}\right)^2} \quad (1.7)$$

avec :

$$\begin{aligned} G &= \frac{10K}{R_L + R_M + 10KR_M} \approx 1 \\ \omega_0 &= \sqrt{\frac{R_L + R_M + 10KR_M}{L\tau_K}} \approx \sqrt{\frac{10K}{L\tau_K}} \\ z &= \frac{L + (R_L + R_M)\tau_K}{2L\tau_K \sqrt{\frac{R_L + R_M + 10KR_M}{L\tau_K}}} \approx \frac{1}{2} \sqrt{\frac{L}{10K\tau_K}} \end{aligned} \quad (1.8)$$

Les approximations sont faites pour une $R_L \ll R_M \ll 10 * K$. On s'aperçoit que la résonance et l'amortissement sont couplés par les valeurs L de l'inductance et K du gain. L'inductance des différentes bobines utilisées varie fortement de l'une à l'autre. A chaque changement de bobine on doit de nouveau régler le facteur K. Ce dernier est ajustable sur une grande plage grâce à un potentiomètre extérieur. Un moyen simple et rapide de réglage est d'observer la réponse à un échelon et d'éliminer les rebonds sans pour autant dégrader le temps de montée. Quelques remarques sur l'utilisation *empirique* de cette régulation : premièrement, son utilité est purement pratique pour une gestion facilitée des séquences d'acquisition. En effet, on n'utilise jamais la consigne V_e comme référence absolue mais la mesure du courant via un oscilloscope. Avec une valeur optimale de $z \approx 0.7$, la fréquence de coupure moyenne est de 8 kHz pour un courant maximum $I = 4A$. Mais pour des mesures à bas champ, on peut arriver à une fréquence de coupure pour l'asservissement de 50 kHz, $I \approx 100mA$.

1.1.2.1 Calibrations

De nombreux électroaimants ont été réalisés et testés, dont cinq sont utilisés pour les expériences. Nous avons utilisé deux types de matériaux : une ferrite et une poudre de fer compactée. La ferrite est un matériau idéal pour des mesures précises car elle bénéficie d'une grande plage de linéarité de la susceptibilité, d'une rémanence nulle et d'aucune dépendance fréquentielle dans la gamme utilisée. Son aimantation à saturation est néanmoins relativement faible et les champs maxima

sont de l'ordre de 1 kOe. La poudre de fer compactée est caractérisée par une aimantation à saturation plus grande. Le champ généré est donc beaucoup plus important, près de 5 kOe. Cependant, la rémanence est importante et les propriétés magnétiques varient légèrement à haute fréquence comme le montre la Figure[1.9]. Les calibrations ont été réalisées grâce à une sonde de Hall qui permet la mesure du cycle magnétique de l'électro-aimant. On peut alors déterminer la zone de linéarité, le champ maximum ainsi que de la rémanence. Nous avons également caractérisé la dépendance spatiale du champ dans et autour de l'entrefer. Elle est donnée en pourcentage du champ maximum. Les propriétés dynamiques ont été mesurées sur un banc de mesure de susceptibilité alternative. Une légère évolution des propriétés dynamiques n'a été observée que sur les poudres de fer.

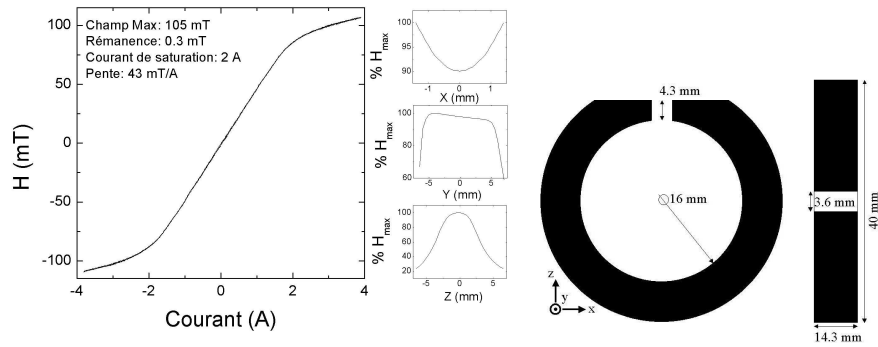


Figure 1.4 – Courbe de calibration de l'électro-aimant en ferrite pour la génération de champ planaire.

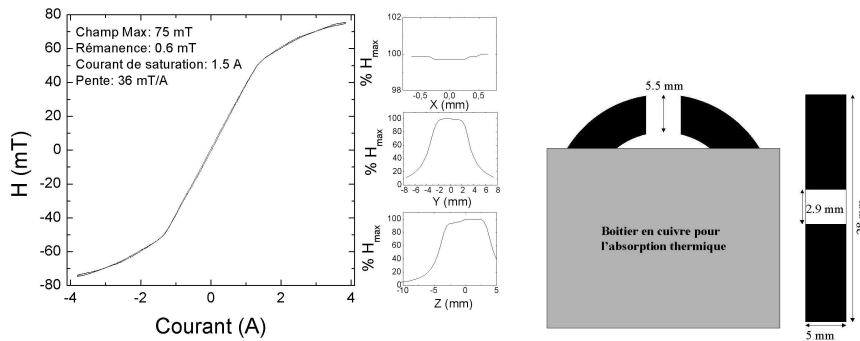


Figure 1.5 – Courbes de calibration de l'électro-aimant en ferrite pour la génération de champ planaire pour le cryostat.

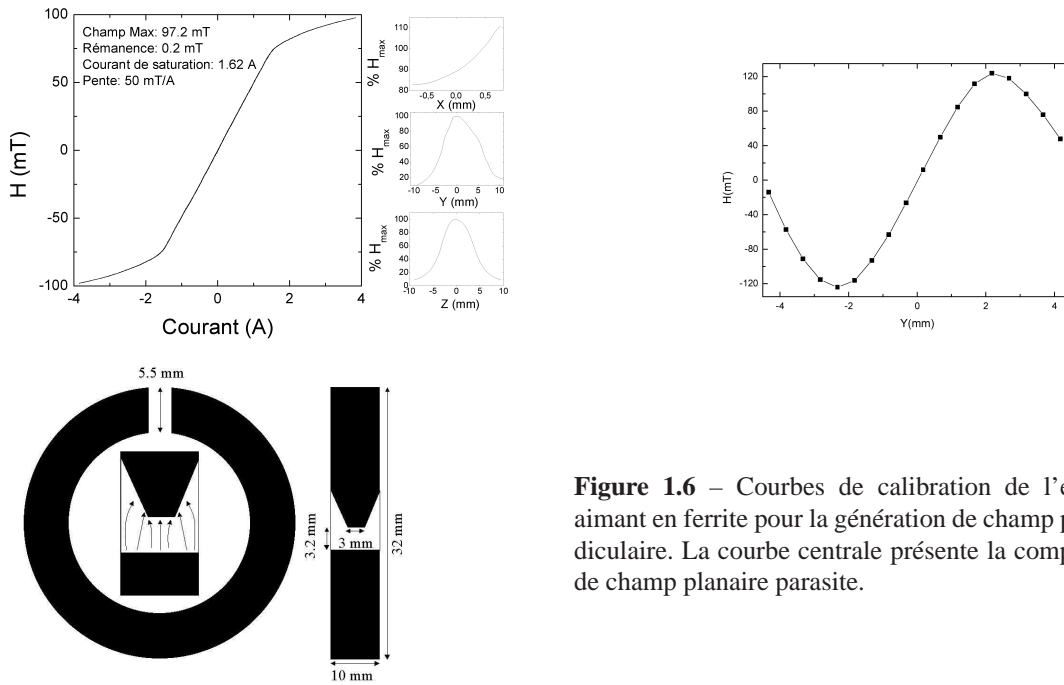


Figure 1.6 – Courbes de calibration de l'électro-aimant en ferrite pour la génération de champ perpendiculaire. La courbe centrale présente la composante de champ planaire parasite.

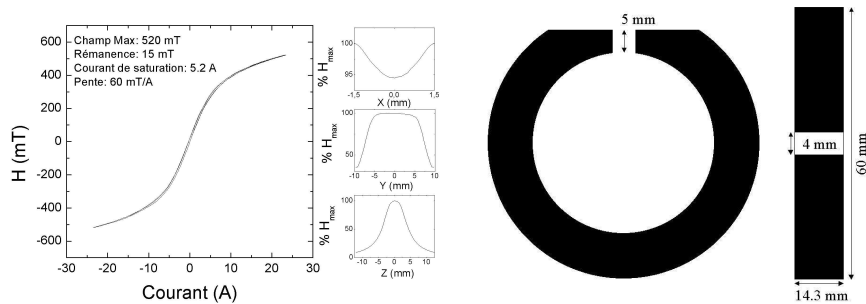


Figure 1.7 – Courbes de calibrations de l'électro-aimant en poudre de fer pour la génération de champ planaire.

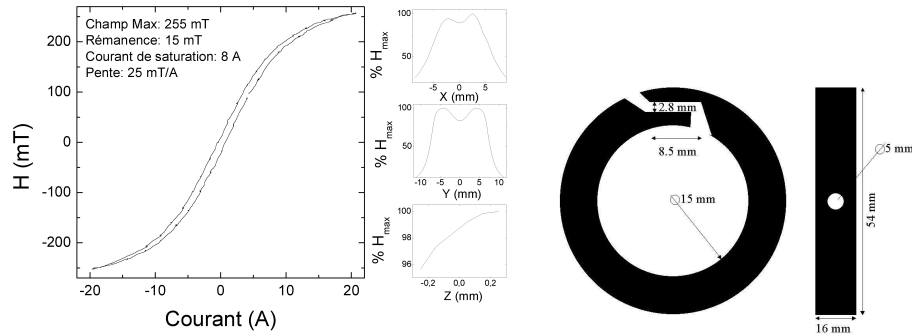


Figure 1.8 – Courbes de calibration de l'électro-aimant en poudre de fer pour la génération de champ perpendiculaire utilisable en microscopie. Le puits dans la dépendance spatiale du champ selon X et Y correspond au trou percé dans la face avant du tore.

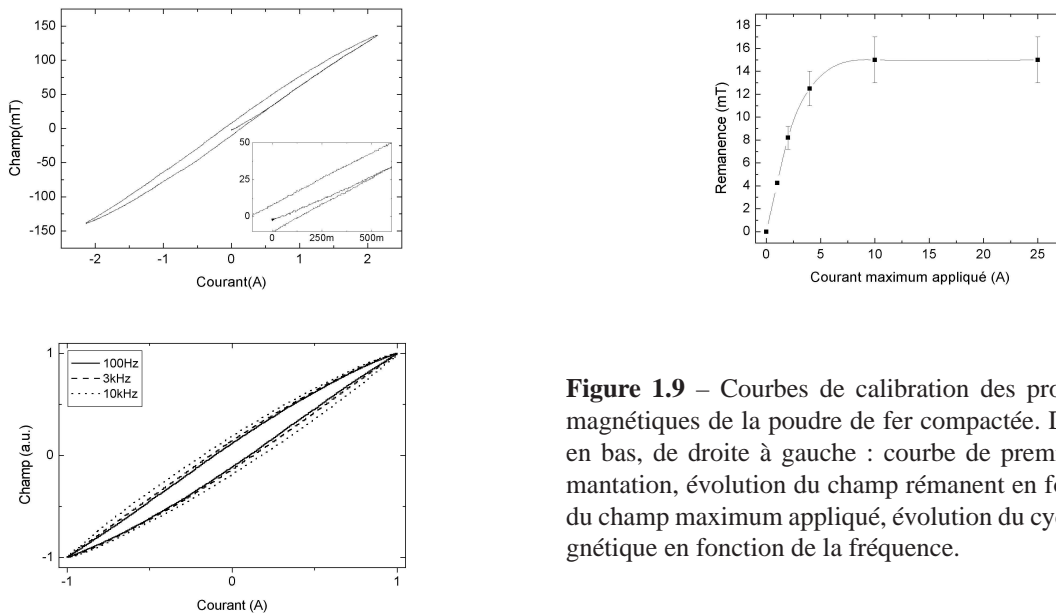


Figure 1.9 – Courbes de calibration des propriétés magnétiques de la poudre de fer compactée. De haut en bas, de droite à gauche : courbe de première aimantation, évolution du champ rémanent en fonction du champ maximum appliqué, évolution du cycle magnétique en fonction de la fréquence.

1.2 Générateur de champ magnétique pulsé.

Je reprends rapidement ici les techniques développées par Ken Mackay et Marlio Bonfim pour la génération d'impulsions de champs magnétique [61]. Le cahier des charges initial était la génération de champs forts de plusieurs Teslas, le plus rapidement possible avec un taux de répétition élevé permettant des mesures stroboscopiques à l'ESRF. Le taux de répétition des impulsions lumineuses X qui constituent la sonde dans nos mesures d'aimantation est de 357kHz , voir Chapitre [3.4.1].

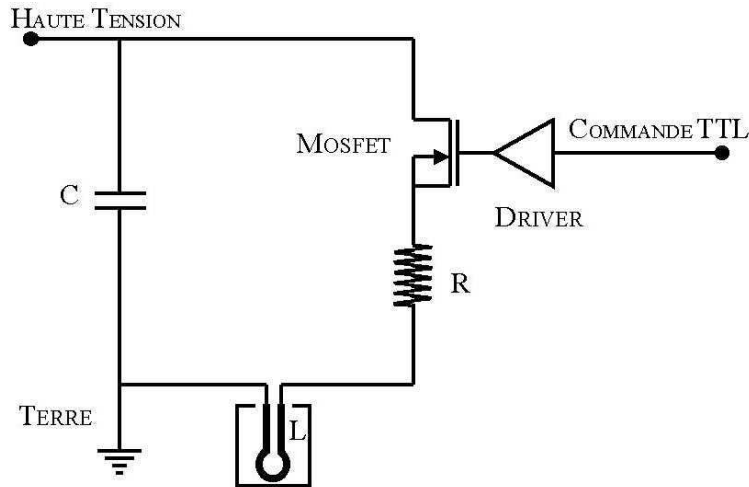


Figure 1.10 – Schéma synoptique de la source de courant pulsé. La capacité C est chargée sous une haute tension externe. Elle se décharge dans R et L lors de l’ouverture commandée du transistor Mosfet.

1.2.1 Sources de courant pulsé

La contrainte principale de génération de champs pulsés à haute vitesse est contenue dans la relation $V = L\partial I/\partial t$. Il est alors difficile de conjuguer champ fort (L et I élevé) et rapidité (temps de montée $\approx ns$), avec une tension faible (15V en électronique classique). La solution retenue fut la décharge d’un condensateur dans une résistance de charge puis dans la bobine. La charge du condensateur permet d’atteindre des tensions ($\approx 200V$) et des courants ($\approx 100A$) élevés pendant des temps très courts limités par la constante de temps du circuit RLC. Pour optimiser les caractéristiques de l’alimentation, la décharge des condensateurs est commandée par des transistors rapides Mosfet. Les capacités sont conséquentes et l’on peut assumer que durant l’impulsion (limité à 500ns) la tension à leurs bornes reste constante. Le temps d’ouverture des Mosfet ($\approx 2ns$) devient alors le facteur limitant de la source. La mesure du courant est faite par une résistance CMS ($0.1\Omega < R < 1\Omega$). Un transformateur est utilisé pour ramener la référence de la mesure à la masse du circuit. Différents modèles ont été développés, en fonction du courant maximal, du taux de répétition et pour des impulsions mono et bipolaires. Le tableau [1.1] et la Figure [1.11] résument les caractéristiques des différentes alimentations.

*****	$I_{MAX}(A)$	$V_{MAX}(V)$	$T_M(ns)$	$T_D(ns)$	(mV_{mes}/A)
Unipolaire I	170@1kHz 100@355kHz	200	15	10	10
Unipolaire II	60@1kHz 30@355kHz	160	8	6	20
Bipolaire I	200@1kHz 20@355kHz	200	60	50	10
Bipolaire II	750@500Hz	200	80	60	5

Tableau 1.1 – Tableau récapitulatif des caractéristiques des impulsions des différentes sources de courant : I_{MAX} est le courant maximum de sortie, V_{MAX} est la tension maximum de charge des capacités, T_M et T_D les temps de montée et de descente et (mV_{mes}/A) le coefficient entre la tension de mesure et le courant de sortie.

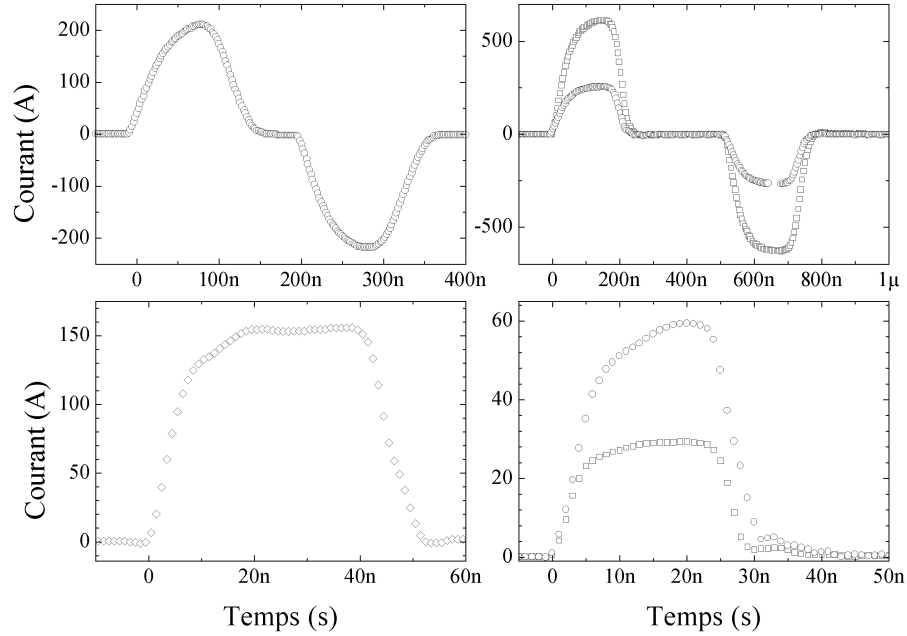


Figure 1.11 – Impulsions de courant en fonction du temps pour les différentes sources. De gauche à droite, de haut en bas, bipolaire I, II, unipolaire II, I.

1.2.2 Microbobines

Un jeu de microbobines a été développé pour la génération de champs planaire et perpendiculaire. La création d'un champ magnétique intense nécessite une importante énergie magnétostatique. Un moyen simple de diminuer l'énergie nécessaire à la création du champ est de diminuer le volume d'application. Le principal inconvénient est la très forte dépendance spatiale du champ. Les microbobines perpendiculaires Figure [1.12] ont été spécifiquement étudiées pour la génération de champs forts jusqu'à $50T$. Elles ont été fabriquées au LETI-CEA de Grenoble. Le centre de la bobine est percé pour permettre des mesures en transmission. Ces bobines existent sous deux diamètres, 25 et $50\mu m$ [61]. Deux types de bobines sont utilisés pour la génération de champ planaire. Pour des mesures macroscopiques, nous utilisons une simple spire de cuivre déposé sur de l'époxy, Figure [1.13]. Le plan de la bobine est perpendiculaire au plan de l'échantillon. Pour les mesures en microscopie, nous utilisons une nappe de cuivre percée, Figure [1.14]. Les bobines ont été calibrées par effet magnéto-optique sur un cristal paramagnétique de gadolinium-gallium-garnet. Le champ produit est linéaire en fonction du courant mesuré sur les cartes d'alimentation, le facteur de proportionnalité des différentes bobines est donné dans le Tableau [1.2].

Bobine type :	$\perp 25\mu m$	$\perp 50\mu m$	$// 400\mu m$	$// 800\mu m$	Nappe percée
Ratio Champ/Courant (mT/A)	20	16	2	0.72	0.7

Tableau 1.2 – Tableau récapitulatif des constantes de champs des différentes microbobines

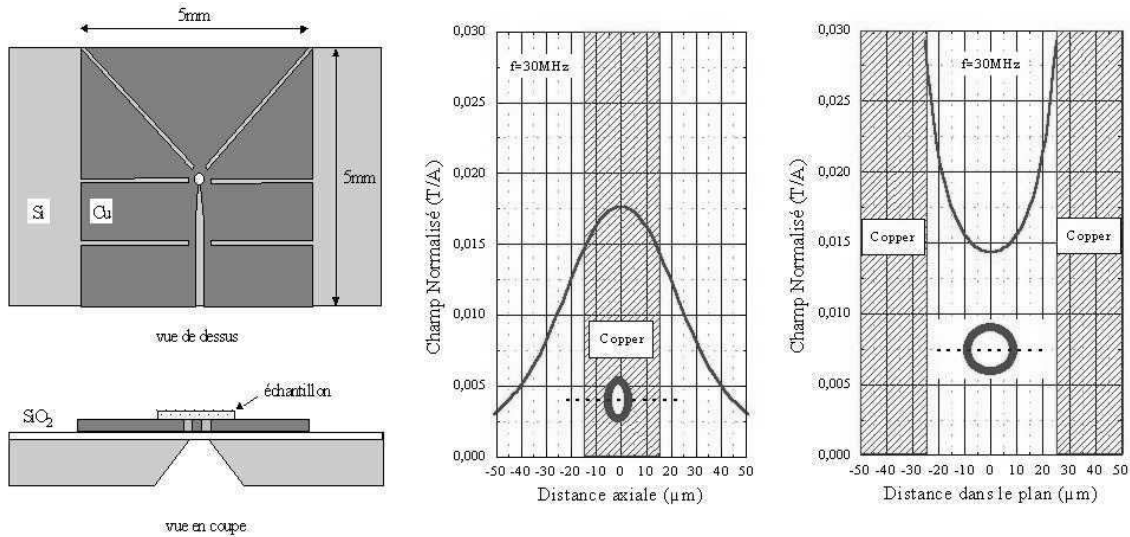


Figure 1.12 – Dessin technique de la bobine $50\mu\text{m}$ et dépendance spatiale du champ magnétique selon la perpendiculaire au plan et dans le plan.

1.3 Autres techniques et évolutions envisageables.

L'induction électromagnétique, c'est à dire un champ créé par un déplacement de charges électriques, reste le moyen le plus simple de production de champ magnétique 'dynamique'. Les microbobines développées sont adaptées aux champs forts de plusieurs Tesla. Néanmoins les alimentations restent limitées à des échelles de temps de l'ordre de la dizaine de nanosecondes. Une voie pour dépasser cette limite serait d'utiliser des générateurs hyperfréquence $\approx 10\text{GHz}$ et d'utiliser les radiations émises par une ligne de transport cependant les champs rayonnés ne dépassent pas quelques centaines d'Oersted due aux faibles puissances des alimentations. Il sera alors préférable d'intégrer l'échantillon et la bobine sur le même substrat. On peut soit lithographier une bobine autour de l'échantillon pour la génération de champ perpendiculaire. On peut également déposer l'échantillon sur une ligne de transport (stripline) et utiliser les champs de fuite pour réaliser des champs planaires. Une alternative originale, bien que très difficile à mettre en oeuvre dans un laboratoire, est l'utilisation par Siegman *et al.* [108] du faisceau d'électrons de 50 GeV de l'accélérateur linéaire de Stanford pour l'obtention d'un champ pulsé de 6ps/1T ! Afin d'établir la liaison entre les générateurs à électro-aimants et les micro-bobines, il serait intéressant dans le cadre du laboratoire de développer d'un amplificateur tension courant dans la gamme $50\text{A}@10\text{kHz} \mapsto 1\text{GHz}$. Cette dernière valeur ne parait pas inaccessible aux vues des progrès réalisés sur les dernières générations de transistors Mosfet ou sur les transistors à avalanches.

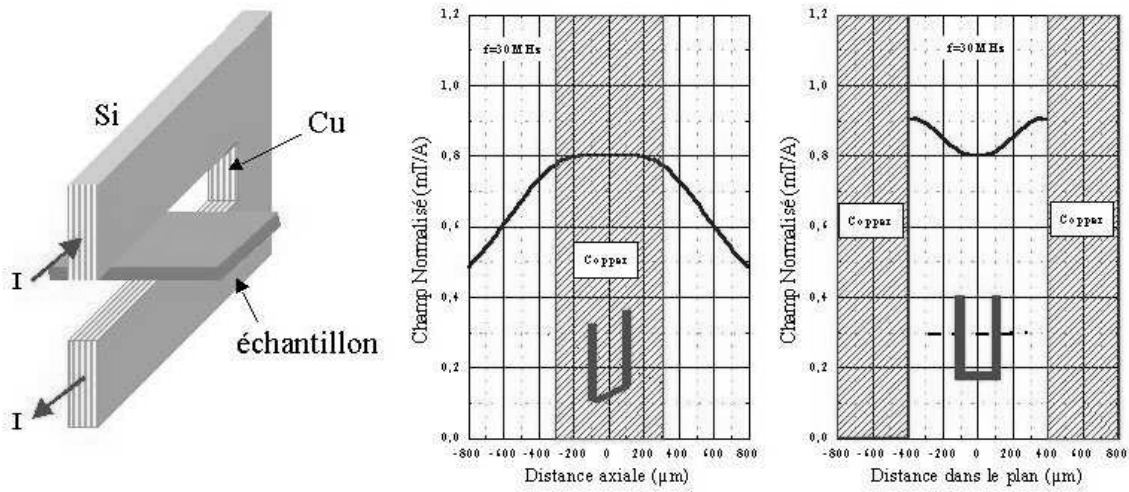


Figure 1.13 – Dessin technique d’une monospire de $600\mu\text{m}$ de large et $800\mu\text{m}$ de gap pour champ planaire et dépendance spatiale du champ magnétique selon la perpendiculaire au plan et dans le plan.

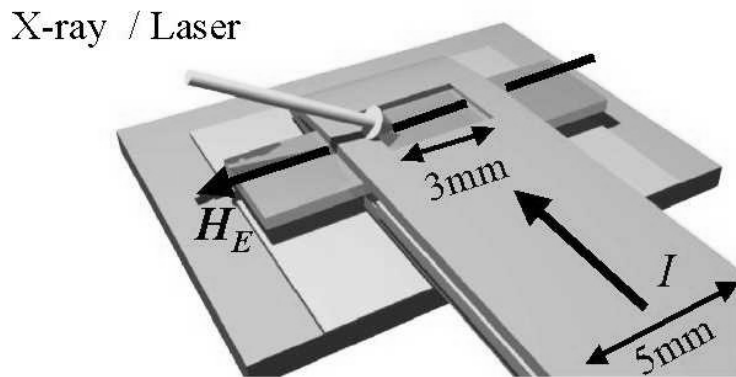


Figure 1.14 – Dessin technique de la microbobine pour génération de champ planaire en technique microscopie.

Chapitre 2

Effets magnéto-optiques

Les effets magnéto-optiques ont joué un rôle central dans le développement des théories électromagnétiques ainsi que celles de la physique du solide. La découverte en 1845 par Faraday de la rotation du plan de polarisation d'un faisceau lumineux à travers un morceau de verre soumis à un champ magnétique fut une affirmation forte de la nature électromagnétique de la lumière. L'équivalence de la rotation Faraday en réflexion fut découverte par Kerr en 1876. La description phénoménologique de ces effets est traitée via la théorie électromagnétique de Maxwell.

Si la propagation d'une onde électro-magnétique (E.M.) est influencée par un champ magnétique, l'émission de lumière devrait également être affectée par un champ magnétique externe. Cet effet fut découvert en 1896 par Zeeman, puis rapidement expliqué par la théorie électronique classique de Lorentz. L'observation montrait que certaines lignes spectrales se séparent en deux composantes polarisées distinctes et de chiralité opposée. Le déplacement spectral implique un déplacement équivalent du coefficient d'absorption. Le lien fut fait avec la théorie phénoménologique des rotations Kerr et Faraday grâce à la théorie de la dispersion de Maxwell et Sellmeier qui relie l'index de réfraction optique d'un matériau à son coefficient d'absorption. Les deux états de polarisation de la lumière ont un indice propre, la biréfringence optique. Cet effet implique également le dichroïsme circulaire, ce qui correspond à la différence d'absorption entre un photon polarisé circulaire droit et gauche. Ce chapitre présente les points théoriques généraux associés à la description des Effets Kerr et du dichroïsme magnétique des rayons X.

2.1 Effets Kerr

Je présente dans cette section la théorie phénoménologique associée aux trois configurations de l'effet Kerr. Le devenir d'une onde E.M. réfléchie (ou transmise) par une couche magnétique est parfaitement décrit dans le cadre de la théorie des champs électromagnétiques de Maxwell. Le formalisme associé est cependant particulièrement lourd dans le cas général d'un système hétérogène anisotrope, magnétique, conducteur ou isolant... Je restreins donc cette présentation aux étapes nécessaires à une compréhension simplifiée. Le lecteur pourra se reporter à la revue bibliographique utilisée pour cette synthèse pour une étude complète. Le développement de cette théorie de l'effet Kerr est basé sur les quatre équations de Maxwell. Dans une première étape, on dérive l'équation de propagation de l'onde E.M.. On peut alors déterminer les modes propres de propagation en fonction des propriétés magnétiques et diélectriques du média. La détermination des coefficients de réflexion et de transmission se résoud grâce aux équations de continuité

aux interfaces. Je résume en fin de section les caractéristiques des trois configurations classiques (polaire, longitudinale et transverse) de l'effet Kerr.

2.1.1 Equations de Maxwell

James C. Maxwell a synthétisé en quatre équations la description de l'ensemble des phénomènes électromagnétiques : du statique au dynamique, des charges aux ondes. Ces quatre équations se sont révélées après des années d'études empiriques des phénomènes électromagnétiques. La première équation (2.1) a été dérivée par Karl Friedrich Gauss. Elle relie le champ électrique en chaque point de l'espace à la densité de charge au même point de l'espace :

$$\nabla E = \frac{\rho}{\epsilon_0} \quad (2.1)$$

La deuxième équation (2.2) dérivée par Faraday-Neumann-Lenz permet de relier deux manifestations physique à priori fort différentes, l'électricité et le magnétisme, sous un même phénomène : l'électromagnétisme !

$$\nabla \wedge E = -\frac{\partial B}{\partial t} \quad (2.2)$$

La troisième équation (2.3) dérive de la constatation qu'une charge magnétique isolée n'existe pas :

$$\nabla B = 0 \quad (2.3)$$

Enfin la dernière équation (2.4) permet également de relier le champ magnétique au champ électrique comme celle de Faraday-Neumann-Lenz. Mais elle découle des observations d'Ampère qui montre qu'un champ magnétique peut être créé par un déplacement de charge électrique I .

$$\nabla \wedge B = \mu_0 I + \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial E}{\partial t} \quad (2.4)$$

2.1.2 Equation de propagation

On résoud de façon classique les équations de Maxwell en calculant le rotationnel de 2.2, et en utilisant 2.1 ($\rho = 0$) :

$$\nabla \wedge (\nabla \wedge E) = \nabla(\nabla E) - \nabla^2 E = -\nabla^2 E = -\frac{\partial(\nabla \wedge B)}{\partial t} \quad (2.5)$$

puis en tenant compte de 2.4, on arrive à :

$$\Delta E - \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial^2 E}{\partial t^2} = \mu_0 \frac{\partial I}{\partial t} \quad (2.6)$$

Cette équation de propagation est valable dans le vide. On peut aisément la transposer à un matériau avec $\mu = \mu_0 \mu_r$ et $\epsilon = \epsilon_0 \epsilon_r$. Ici, il n'y a pas de courant I externe. L'effet des courants induits dans un matériau conducteur est contenu dans $[\epsilon_r]$, et il est défini ci-dessous. On peut donc poser $\mu_0 \frac{\partial I}{\partial t} = 0$. Le tenseur de perméabilité magnétique est quant à lui diagonal et égal à μ_0 . En effet, les temps caractéristiques magnétiques sont de l'ordre de la relaxation paramagnétique $\tau_p \approx 10^{-11} s$.

Aux fréquences optiques $\tau_o \approx \lambda/c \approx 10^{-15}$ s, on peut négliger toute contribution magnétique au tenseur $[\mu]$. On peut alors écrire l'équation de propagation de l'onde E.M dans son milieu comme :

$$-\Delta E = \mu_0 \epsilon_0 [\epsilon] \frac{\partial^2 E}{\partial t^2} \quad (2.7)$$

2.1.3 Tenseur de permittivité électrique

Le tenseur de permittivité électrique contient les propriétés électriques *et* magnétiques du matériau. Dans un cadre général il peut être écrit comme :

$$[\epsilon] = \epsilon_0 \begin{bmatrix} \epsilon_{xx} & -iQ_z m_z & iQ_y m_y \\ iQ_z m_z & \epsilon_{yy} & -iQ_x m_x \\ -iQ_y m_y & iQ_x m_x & \epsilon_{zz} \end{bmatrix} \quad (2.8)$$

Avec $\epsilon_{\times\times}$ les permittivités relatives, Q_{\times} les constantes de Verdet (ratio entre rotation et aimantation) et m_{\times} les aimantations selon les trois axes x, y, z du système. La partie diagonale de $[\epsilon]$ contient la partie non-magnétique de la réflexion. Ses coefficients sont complexes dans le cadre d'une réflexion sur un plan conducteur, $\epsilon_{\times\times} = \epsilon_{r_{\times\times}} + (1/i\omega)\sigma_{\times\times}$. La partie imaginaire représente l'absorption de l'onde incidente. Elle est principalement associée à la dissipation thermique des courants de Foucault avec $[\sigma]$ le tenseur de conductivité électrique. La partie réelle est celle de la polarisabilité électrique du matériau. La partie non-diagonale de $[\epsilon]$ contient les propriétés magnétiques du matériau. L'origine microscopique de ces éléments hors diagonaux est décrite par la théorie électronique classique de Lorentz comme suivant :

On considère un système d'électrons couplés dans un champ électrique oscillant et un champ magnétique statique. L'équation de mouvement de chacun des électrons est :

$$m\ddot{r} + b\dot{r} + kr = -eE_0 e^{j\omega t} - e\mu_0 \dot{r} \wedge H \quad (2.9)$$

où m et r sont la masse et la position de l'électron, avec b le coefficient d'amortissement, k la constante de rappel, d'où $\sqrt{k/m} = \omega_0$ est la fréquence naturelle de l'électron. Le dernier terme est la force de Lorentz. Une des solutions de cette équation est le régime oscillatoire forcé, $r = r_0 e^{j\omega t}$. Cette substitution conduit à une paire d'équations pour les composantes r_x et r_y , couplées via le terme de Lorentz. Par exemple, lorsque l'on excite le système sous un champ E_x , induit un mouvement d'électrons selon x , d'où une force $q\dot{r} \times H$ qui induit un mouvement selon y . L'amplitude du dipôle électrique $e.r_0$ est une fonction linéaire de E_0 et H . Les coefficients de ces équations sont les éléments du tenseur de polarisabilité χ du matériau. Pour une assemblée de N électrons, il s'écrit :

$$\begin{aligned} \chi_{xx} = \chi_{yy} &= \frac{Ne^2}{\epsilon_0 m} \frac{\omega_0^2 - \omega^2 + i\omega\gamma}{(\omega_0^2 - \omega^2 + i\omega\gamma)^2 - 4\omega^2\omega_L^2} \\ \chi_{xy} = -\chi_{yx} &= \frac{Ne^2}{\epsilon_0 m} \frac{-2i\omega\omega_L}{(\omega_0^2 - \omega^2 + i\omega\gamma)^2 - 4\omega^2\omega_L^2} \end{aligned} \quad (2.10)$$

avec la largeur de la résonance $\gamma = b/m$, et la fréquence de précession de Larmor $\omega_L = e\mu_0 H/2m$. La limite d'un gaz d'électrons libres se retrouve pour $\omega_0 \rightarrow 0$.

2.1.4 Modes propres de propagation

Si l'on se place dans le cadre d'une onde plane électromagnétique, le champ E peut s'écrire comme :

$$E = E_0 e^{i(\omega t + \vec{k} \cdot \vec{r})} \quad (2.11)$$

Calculons les dérivées secondes temporelle et spatiale, ce calcul est simplifié en utilisant le facteur d'espace $\nabla = -i.k$, donc :

$$\frac{\partial^2 E}{\partial t^2} = -\omega^2 E \quad \Delta E = -\vec{k} \wedge \vec{k} \wedge \vec{E} \quad (2.12)$$

L'équation solution est alors, avec $\epsilon_0 = 1/(\mu_0 c^2)$:

$$\vec{k} \wedge \vec{k} \wedge \vec{E} + \frac{\omega^2}{c^2} [\epsilon] \vec{E} = 0 \quad (2.13)$$

On peut écrire (2.13) sous la forme matricielle :

$$\left(\frac{\lambda}{2\pi}\right)^2 [S] \vec{E} = 0 \quad (2.14)$$

avec $[S]$, pour $\vec{k} = [\alpha, \beta = 0, \gamma]$ donné par :

$$S = \begin{bmatrix} \epsilon_{xx} - \gamma^2 & \epsilon_{xy} & \epsilon_{xz} + \alpha\gamma \\ \epsilon_{yx} & \epsilon_{yy} - \alpha^2 - \gamma^2 & \epsilon_{yz} \\ \epsilon_{zx} - \alpha\gamma & \epsilon_{zy} & \epsilon_{zz} - \alpha^2 \end{bmatrix} \quad (2.15)$$

Les vecteurs propres de $[S]$ définissent les modes propres de propagation de l'onde E.M. dans le matériau. Ces modes notés σ_x , sont elliptiques dans un cadre général. Il en existe quatre, couplés par paires correspondant à la propagation ascendante et descendante des deux états orthogonaux de polarisation.

2.1.5 Réflexion d'une onde plane

On peut écrire l'équation de continuité à la surface des composantes tangentielles du champ E et normales du champ H dans la base des vecteurs propres de chaque milieu.

$$\begin{aligned} \sum_{\sigma=1}^4 E_{\sigma}^I \wedge \vec{n} &= \sum_{\sigma=1}^4 E_{\sigma}^R \wedge \vec{n} + \sum_{\sigma=1}^4 E_{\sigma}^T \wedge \vec{n} \\ \sum_{\sigma=1}^4 H_{\sigma}^I \cdot \vec{n} &= \sum_{\sigma=1}^4 H_{\sigma}^R \cdot \vec{n} + \sum_{\sigma=1}^4 H_{\sigma}^T \cdot \vec{n} \end{aligned} \quad (2.16)$$

Avec \vec{n} la normale à la surface et X^I, X^T, X^R les ondes incidentes, transmises et réfléchies. La résolution lourde de 2.16 permet une écriture simple de la matrice de Fresnel de réflexion (idem transmission) :

$$\vec{E}^R = \begin{bmatrix} r_{xx} & r_{xy} \\ r_{yx} & r_{yy} \end{bmatrix} \vec{E}^I \quad (2.17)$$

Les coefficients sont en général complexes. La réflexion sur une surface magnétique engendre une rotation et un changement d'ellipticité de la polarisation de l'onde incidente.

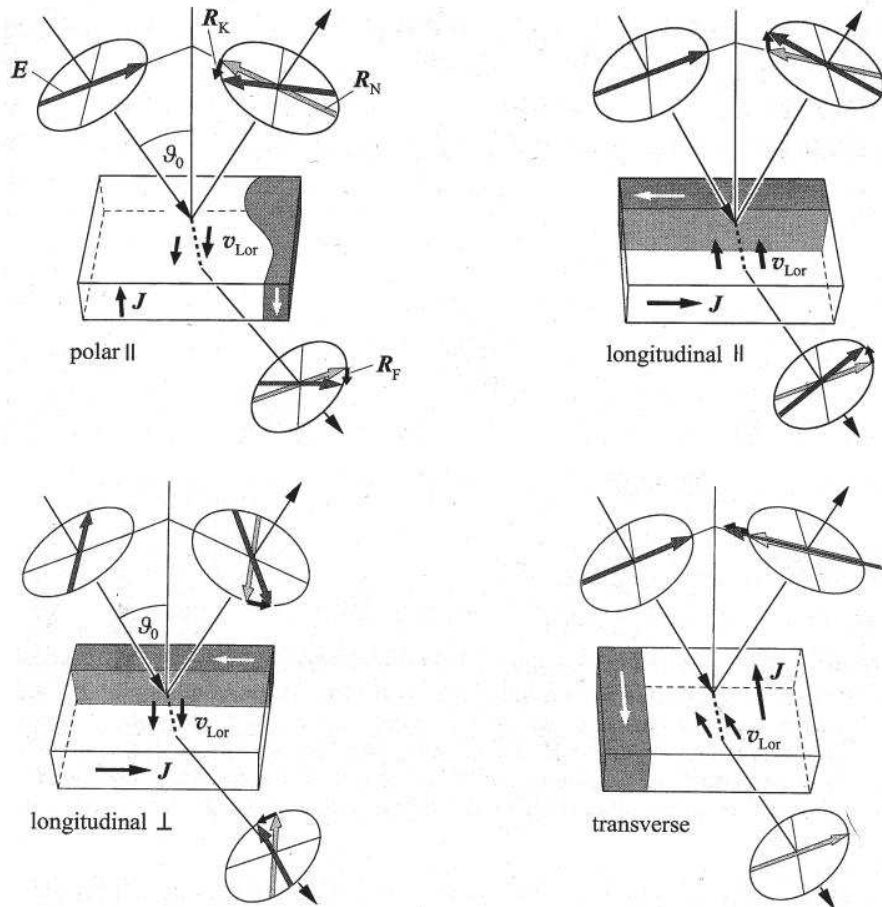


Figure 2.1 – Configurations Kerr et Faraday [51]. R_N est l'intensité réfléchie usuelle, R_K et R_F sont les amplitudes magnéto-optiques Kerr ou Faraday générées par la force de Lorentz v_{Lor} dues à \vec{J} , le vecteur d'aimantation.

2.1.6 Géométries utiles

Il existe trois configurations Kerr simples définies par l'orientation relative entre la direction d'aimantation et le plan de réflexion, Figure [2.1] :

– **Polaire**

L'aimantation est perpendiculaire à la surface. Les vecteurs propres dans le média sont des polarisations pures circulaires pour un angle d'incidence $\theta_0 = 0$. Il est aisé de calculer les effets pour une polarisation linéaire, somme égale des deux vecteurs propres. La rotation dépend fortement de l'angle d'incidence, elle est maximale pour $\theta_0 = 0$. C'est dans cette configuration polaire où l'amplitude de la rotation Kerr est généralement la plus importante.

– **Longitudinale**

L'aimantation est parallèle à la surface et au plan de réflexion. Les vecteurs propres dans le média sont des polarisations elliptiques. La rotation dépend fortement de l'angle d'incidence et s'annule pour $\theta_0 = 0$. On peut différencier deux cas, longitudinal // et \perp , définis par l'orientation entre le vecteur de polarisation linéaire et le plan de réflexion. Le sens de rotation est inverse pour les deux configurations. Il est difficile de distinguer entre configurations longitudinale et

polaire lorsque θ_0 est différent de 0 ou π .

– **Transverse**

L'aimantation est parallèle à la surface et perpendiculaire au plan de réflexion. L'effet est sensible uniquement à une polarisation électrique parallèle au plan de réflexion. Il consiste en une légère variation de l'intensité réfléchie. Le $\Delta I/I$ dépend également de l'angle d'incidence, il est maximal au voisinage de l'angle de réfraction maximal, $60 \rightarrow 85^\circ$ pour les métaux. Cet effet a l'avantage de se dissocier aisément des deux autres configurations. Grâce à cette configuration, il est possible de dissocier les composantes de l'aimantation parallèle et perpendiculaire à la surface.

2.2 Dichroïsme magnétique des rayons X

La description précédente des effets magnéto-optiques était purement classique. Elle décrivait la vibration d'un électron soumis à un champ électrique variable dans un champ magnétique. On peut atteindre rapidement les limites d'une telle approche. Par exemple, certains ferri-magnétiques, tels que les grenats d'Yttrium, conservent une forte rotation M.O. près du point de compensation, là où l'aimantation macroscopique est nulle ! Ces systèmes comportent plusieurs sous-réseaux magnétiques, de type terres rares et métaux de transition. Les électrons magnétiques associés aux différents sous-réseaux se distinguent par des niveaux d'énergie électronique différents : niveaux de coeur pour les terres rares, de valence pour les métaux de transition. Les photons visibles interagissent seulement avec les électrons de basse énergie, donc principalement avec le sous-réseau à base de métaux de transition. La description des effets magnéto-optiques recourt alors à la mécanique quantique du point de vue théorique et à la spectroscopie d'absorption du point de vue expérimental. La description classique convient à la majorité des systèmes métalliques étudiés dans le visible. C'est pourquoi nous nous sommes limité à ce simple modèle. Une très belle application de la description quantique est la technique XMCD pour X-Ray Magnetic Circular Dichroism. Reprenons cet acronyme saxon dans le sens de Voltaire : Le dichroïsme est la différence d'absorption entre deux états de polarisation, ici circulaires. Cette différence dépend de l'état d'aimantation de l'échantillon et est étudiée grâce aux rayons X, c'est à dire avec des photons d'énergies équivalentes aux énergies des liaisons électroniques des niveaux de coeur. Cette technique a la qualité exceptionnelle de pouvoir distinguer les contributions magnétiques des différentes espèces chimiques d'un échantillon complexe ainsi que les composantes de spin et d'orbite de l'aimantation associée. Le dichroïsme magnétique a été appliqué avec succès sur les deux principales familles magnétiques, terres rares et métaux de transition. Je restreins cette brève présentation aux systèmes que nous avons étudiés : les couches minces à base de métaux de transition.

La description la plus simple d'un spectre d'absorption X emploie le modèle de l'électron libre. Dans cette vision, un électron de coeur est excité vers un état libre du continuum du système. Respectant la règle d'or de Fermi, on peut écrire la probabilité de transition par unité de temps :

$$w = \frac{2\pi}{\hbar} |\langle k|P|c\rangle|^2 \rho_f(\hbar\omega - E_c) \quad (2.18)$$

où $|\langle k|P|c\rangle|$ sont les éléments de matrice de l'opérateur du champ électromagnétique P entre l'état lié de coeur $|c\rangle$ et l'état de valence $|k\rangle$, ρ_f est la densité d'état de valence au dessus du niveau de Fermi et E_c est l'énergie de liaison de l'électron de coeur. Dans l'approximation du dipôle électrique $P = \mathbf{p} \times \hat{\mathbf{e}}$, où $\hat{\mathbf{e}}$ est le vecteur de polarisation et \mathbf{p} est l'opérateur du moment

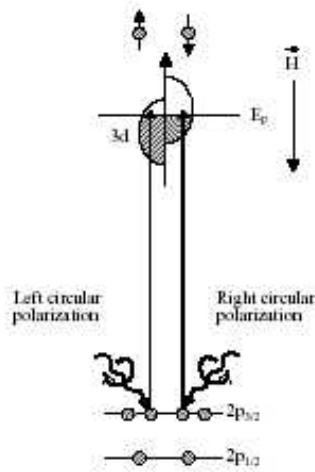


Figure 2.2 – Modèle à deux étapes pour l’XMCD. Dans un premier temps, les électrons $2p$ sont excités avec une polarisation dépendante du niveau d’énergie L_3 ou L_2 ainsi que de la polarisation des photons incidents. Dans une deuxième étape, la bande d agit comme un détecteur de spin, dépendant du nombre d’états libres pour chaque état de polarisation en spin.

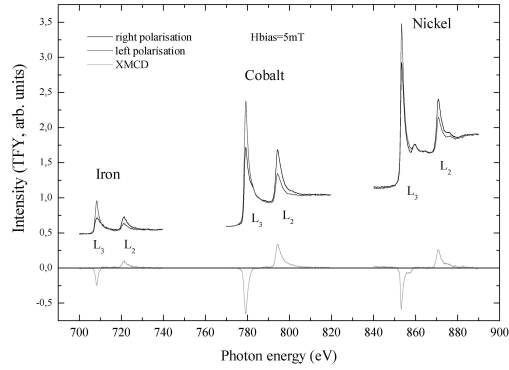


Figure 2.3 – Spectre d’absorption et signal XMCD des métaux de transition fer, cobalt et nickel. Le spectre d’absorption est mesuré pour les quatre configurations de polarisation : spin \uparrow et \downarrow , photon \odot et \ominus . Le signal XMCD est la différence entre les 2 paires de spectres.

électronique. L’opérateur du dipôle électrique est pair et agit uniquement sur la partie radiale de la fonction d’onde électronique. Dès lors, les transitions possibles se font entre des états de parité et de moment angulaire différent respectant $\Delta l = \pm 1$ with $\Delta s = 0$. C’est la règle de *sélection dipolaire*. Dans le cas présent, les niveaux K (état initial $1s$) ont un état final p et les niveaux $L_{2,3}$ (état initial $2p$) ont un état final s ou d .

D’une manière plus intuitive, la présence de dichroïsme dans le spectre d’absorption X des niveaux $L_{2,3}$ se décrit dans un modèle à deux étapes, Figure[2.2]. Dans un premier temps, des photoélectrons polarisés en spin sont excités du niveau $2p$ avec une polarisation dépendante du seuil (L_3 ou L_2). On utilise les règles de sélection du moment orbital angulaire ($\Delta m_l = +1$ pour une polarisation gauche et $\Delta m_l = -1$ pour une droite). On peut alors montrer qu’au seuil L_2 un photon de chiralité gauche (droite) excite 25% (75%) d’électrons de *spin* \uparrow et inversement de *spin* \downarrow . Au seuil L_3 , un photon polarisé gauche(droite) excite 62.5% (37.5%) d’électrons de *spin* \uparrow et inversement de *spin* \downarrow . La probabilité de transition (2.18) dépend de la densité d’états vide dans la bande de valence ρ_f . Dans cette deuxième étape, la bande d agit comme un détecteur de spins. Dans un métal non-magnétique, la probabilité d’absorption est la même pour un spin \uparrow ou \downarrow . Si la bande d est polarisée en spin, il existe une différence entre le nombre d’états libres associés aux deux polarisations en spin. Le coefficient d’absorption est alors différent pour les deux états de polarisation, avec un signe opposé pour les seuils L_2 et L_3 , Figure[2.3]. Le signal XMCD est la différence entre les spectres d’absorption mesurée pour deux polarisations lumineuses et/ou deux états magnétiques différents. A partir de l’intégrale des spectres d’absorption et de dichroïsme, on peut, en appliquant des règles de somme[127][20], remonter aux valeurs des moments orbital et de spin de l’état final de la transition électronique mesurée.

L’électron, une fois excité, laisse une place vacante dans un niveau de coeur. L’atome ainsi excité se

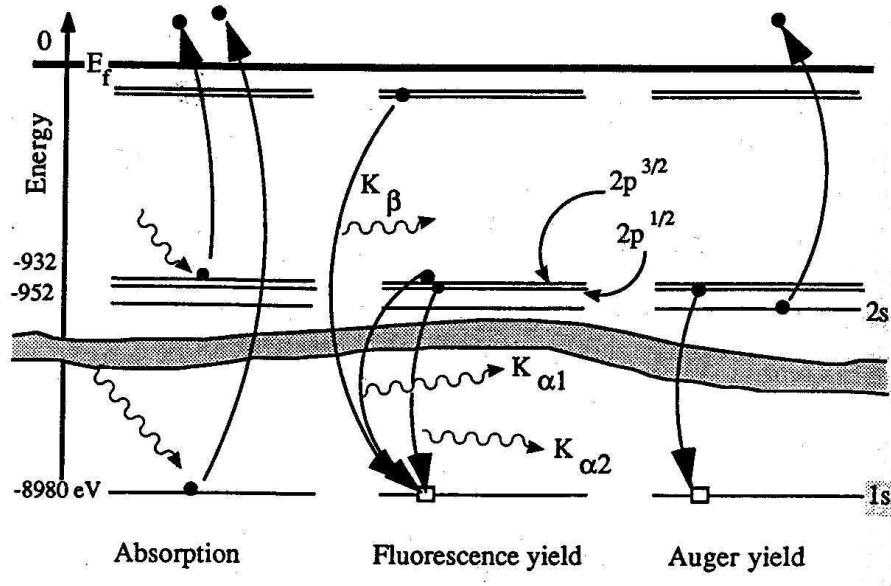


Figure 2.4 – Diagramme schématisé du processus d'absorption et des canaux de thermalisation pour le cuivre.

relaxe selon deux canaux principaux, Figure[2.4]. Le premier canal est la fluorescence, l'émission d'un photon lors d'une transition électronique interbande. Les lignes d'émission dépendent de l'élément chimique. Ce fut une des méthodes utilisées pour valider le modèle atomique de Bohr et identifier par exemple les différentes variétés de terres rares. Le deuxième canal utilise l'émission d'un électron secondaire ou Auger. Le niveau de coeur vacant est comblé par un électron de niveau d'énergie médian -entre le niveau de coeur et le niveau de Fermi-. La différence en énergie est utilisée pour exciter un deuxième électron au dessus du niveau de Fermi. Ce processus peut être cumulatif et donner naissance à une gerbe d'électrons secondaires.

2.3 Revue bibliographique

La référence historique pour les effets magnéto-optiques est de Kerr [58]. La théorie microscopique fut explorée d'un point de vue classique [69][139][78], et quantique [12][106] au début du 20^{ème} siècle. La deuxième moitié du 20^{ème} siècle montre un regain d'intérêt pour ces effets. Un modèle quantique spécifique aux métaux de transition est développé [6], les calculs de rotation Kerr au 2^{ème} ordre sont réalisés, [80], ainsi que les applications sur les systèmes multicouches [54]. Freiser écrit alors un très complet article de revue [40].

Le développement de l'étude des couches minces magnétiques, de l'enregistrement magnéto-optique, et aujourd'hui des débuts de l'électronique de spin ont abouti à un grand nombre de publications. Les configurations polaires [135], et transverses [23] ont été réétudiées. Un travail important a été réalisé sur le calcul des rotations et ellipticités dans les couches ultra minces [85] et les systèmes multicouches [48][143][101]. Une grande maîtrise des concepts physiques et des techniques de fabrication permet aujourd'hui l'ingénierie M.O. [13][72][41][56].

Les alliages métalliques des métaux de transitions ont été largement étudiés. Les propriétés M.O. mesurées ont été déduites des calculs de bandes [46][34][132][91][137][46][73].

Un développement particulièrement intéressant est l'utilisation de l'effet Kerr non-linéaire en deuxième harmonique. L'apparition d'une seconde harmonique est liée à une brisure de symétrie. Elle apparaît donc à l'interface entre deux milieux. C'est un outil extrêmement puissant pour déterminer la distribution d'aimantation à la frontière entre deux couches. [99][52][95][96].

Le dichroïsme magnétique des rayons X est une technique beaucoup plus récente. En 1975, Erskine et Stern prédisent que le XAS, s'il est effectué par une lumière polarisée, devrait fournir une information magnétique sur l'état initial dans le processus d'absorption[33]. Thole *et al.* montrent ensuite, que pour un ion de terre rare, où l'état fondamental est séparé par effet Zeeman, la forme de la ligne d'absorption $M_{4,5}$ dépend de l'orientation relative entre la direction d'aimantation et le vecteur de polarisation des rayons-X [128]. La première preuve expérimentale est à attribuer à Van der Laan *et al.* grâce à la mesure d'un grenat de fer et terbium avec une lumière polarisée linéairement [29]. La première expérience avec des photons polarisés circulairement a été effectuée dans la gamme des X durs, où Schütz *et al.* mesurent un léger dichroïsme (0.1% du signal total) au seuil K du fer [105]. En 1990 Chen *et al.* mesurent un signal XMCD de 20% au seuils $L_{2,3}$ du Co et du Fe [25]. Le modèle à deux étapes a été proposé par Stöhr et Wu [118]. La comparaison faite par Chen *et al.* [26] puis par Thole *et al.* [127] entre les valeurs des moments orbital et de spin déduites des mesures XMCD et d'autres techniques ont permis la validation des règles de somme.

Chapitre 3

Instrumentation

Ce chapitre présente les principales techniques expérimentales développées et/ou utilisées lors de cette thèse. Les techniques magnéto-optiques sont les plus adaptées à l'étude de la dynamique de renversement des couches minces magnétiques car le temps minimal de mesure est donné par le temps d'interaction entre la sonde (le photon) et le magnétisme (le spin ou l'orbite électronique) qui est de l'ordre de la femtoseconde, voir Chapitre [5.5]. La lumière permet alors de sonder une gamme très large, du continu à la femtoseconde, d'une lampe halogène au laser à électrons libres.

Je décris les principes de fonctionnement et les possibilités offertes par le magnétomètre, le microscope ainsi que le cryostat/four magnéto-optique développé au cours de cette thèse. Je donne également un bref aperçu des techniques utilisées pour les expériences de dichroïsme magnétique des rayons X ainsi que de PEEM (Microscope à électrons photoémis).

3.1 Magnétomètre Kerr

3.1.1 Configuration statique et moyenne fréquence ($0 \rightarrow 20kHz$)

L'ensemble du magnétomètre est montré en Figure [3.1]. Il est monté sur un rail semi-circulaire sur lequel coulisent deux chariots (10) (précision $\Delta\theta = 0.5^\circ$). La source lumineuse (1) est un laser Hélium Néon rouge continu non-polarisé avec une puissance de 5mW. La polarisation est obtenue grâce à un simple film dichroïque (2). Elle est réglable en rotation avec une précision $\Delta\theta = 0.5^\circ$. Le faisceau est ensuite focalisé sur l'échantillon grâce à une simple lentille plan-convexe avec une distance focale de 35mm (3).

Un point de focalisation de moins de $50\mu m$ peut être obtenu facilement. Pourtant, il est souvent souhaitable de ne pas chercher la meilleure focalisation pour éviter de mesurer les propriétés locales du matériau (comme le passage d'une paroi) et non les propriétés macroscopiques [94]. Le positionnement de l'échantillon (4) est réalisé grâce à un système 3D de platines micrométriques, un réglage d'assiette, ainsi qu'un goniomètre réalisé au laboratoire avec une précision de $\Delta\theta = 1^\circ$, Figure [3.2]. Le support de l'électro-aimant (5) est également un système 3D micrométrique. Le signal réfléchi est refocalisé grâce à une deuxième lentille plan convexe -focale 35mm- (6). La rotation Kerr est analysée grâce à l'ensemble lame demi-onde (7), prisme de Wollaston (8) et deux photodiodes amplifiées (9). L'analyseur est détaillé dans la Figure[3.3].

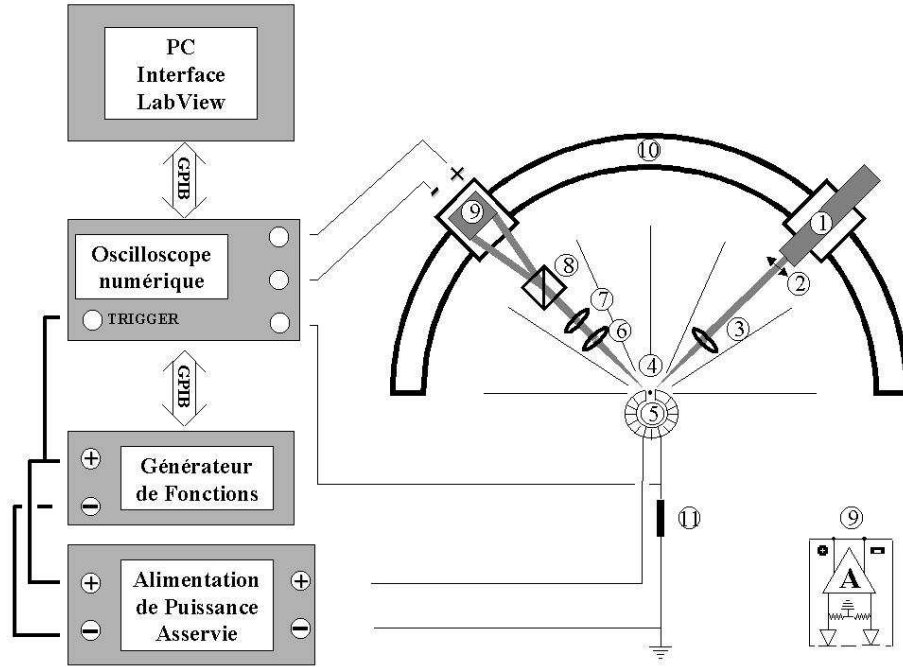


Figure 3.1 – Schéma descriptif du magnétomètre Kerr.

3.1.2 Méthode d'analyse de la rotation

Le prisme de Wollaston sépare le faisceau incident S ou P en deux composantes polarisées orthogonalement A_1 et A_2 , mesurées séparément par les photodiodes. Les effets M.O. entraînent une faible rotation Θ_k , mais qui reste importante devant l'ellipticité. Dans ces conditions, le signal sur une photodiode est donné par :

$$S = (E \cos(\theta_k + \theta))^2 = E^2(1 + \cos(2\theta + 2\theta_k))/2 \quad (3.1)$$

avec E l'amplitude du champ électrique incident, θ l'angle entre l'analyseur et la polarisation initiale, θ_k la rotation Kerr. Pour obtenir la plus grande sensibilité sur θ_k , il suffit d'optimiser :

$$\frac{\partial S}{\partial \theta} \Big|_{\theta_k} \propto \sin(2\theta) \Rightarrow \theta = \pi/4 \quad (3.2)$$

L'amplificateur nous fournit la somme et la différence des signaux des deux photodiodes, soit :

$$\begin{aligned} S_1 + S_2 &= E^2 \\ S_1 - S_2 &= E^2(\cos^2(\pi/4 + \theta_k) - \cos^2(\pi/4 - \theta_k))/2 = E^2 \sin(2\theta_k) \end{aligned} \quad (3.3)$$

au premier ordre en θ_k :

$$\begin{aligned} S_1 - S_2 &= 2E^2 \theta_k \\ \frac{S_1 - S_2}{S_1 + S_2} &= 2\theta_k \end{aligned} \quad (3.4)$$

On a donc accès très simplement à la mesure directe de la rotation Kerr.

Ce banc de mesure permet toutes les configurations Kerr : polaire, longitudinal et transverse. Une configuration originale est le longitudinal // ou P. En effet une mesure de la rotation ($S_1 -$

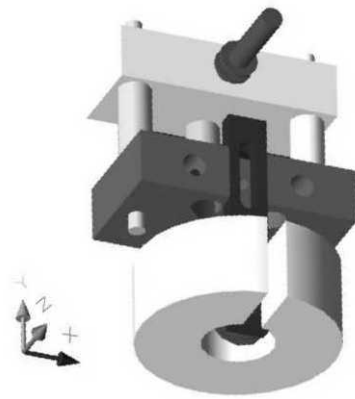


Figure 3.2 – Dessin technique tridimensionnel du goniomètre à l'intérieur de l'électroaimant

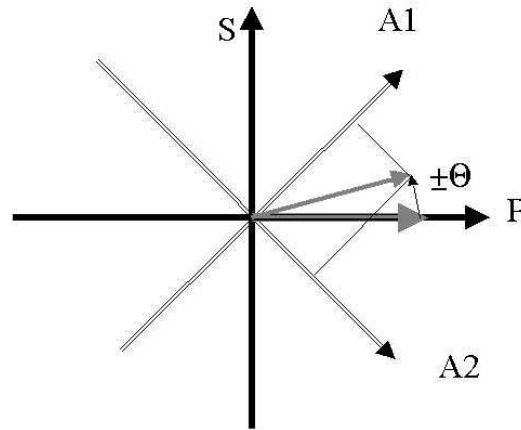


Figure 3.3 – Représentation de Fresnel du vecteur polarisation du laser durant l'analyse du signal pour une polarisation p -Kerr longitudinal-.

$S_2)/(S_1 + S_2)$ nous informe sur l'aimantation dans le plan de réflexion, une mesure de l'intensité $(S_1 + S_2)$ est une mesure de l'aimantation perpendiculaire au plan de la réflexion via l'effet Kerr transverse.

La résolution en θ_k est limitée essentiellement par le bruit électromagnétique en sortie de l'amplificateur des photodiodes. La technique la plus répandue pour s'affranchir du bruit est l'utilisation d'une détection synchrone associée à diverses méthodes de modulation du signal incident (amplitude, phase, polarisation). Cette méthode est intéressante lorsque l'on travaille en statique. Une détection synchrone nécessite usuellement une fenêtre d'acquisition de quelques secondes. La mesure d'un cycle *unique* varie d'une minute à une heure... La solution retenue ici permet d'utiliser le taux de répétition élevé d'une mesure dynamique pour moyennner le signal sur un grand nombre de répétition (de quelques dizaines à quelques centaines). On peut réduire le niveau de bruit autour du μV , Figure [3.4], offrant ainsi une résolution de $50\mu\text{degré}$. Une deuxième solution est le filtrage numérique. Cette méthode est très intéressante pour les échantillons ayant une rotation Kerr importante comme les systèmes à aimantation perpendiculaire par exemple. On peut alors acquérir un unique cycle bruité, puis appliquer un filtrage FFT passe-bas. Ce type de filtrage doit cependant être utilisé avec précaution, car si il diminue notablement le bruit associé il peut fausser une transition rapide de l'aimantation.

3.1.3 Configuration dynamique pour la résolution nanoseconde.

La résolution temporelle du précédent montage était limitée par la réponse des photodiodes. Pour des raisons de facilité d'alignement, le montage utilise des photodiodes de grandes dimensions ($7 \times 7\text{mm}$). Le temps de migration des porteurs définit une bande passante jusqu'à une centaine de kHz. Une plus grande résolution temporelle, indispensable pour les mesures utilisant les microbobines et les impulsions rapides de champ, requiert une photodiode de taille réduite, quelques centaines de microns. Il est alors délicat d'utiliser un montage double photodiodes et prisme de Wollaston pour des raisons d'alignement optique essentiellement. Il est également beaucoup plus difficile de réaliser une électronique différentielle équilibrée sur de tels composants rapides. Le magnétomètre rapide montré sur la Figure [3.6] utilise une seule photodiode (7). L'analyse est cependant toujours

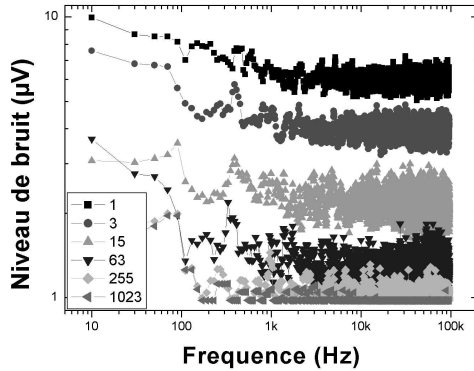


Figure 3.4 – Evolution du spectre de bruit de mesure en fonction du moyennage effectué.

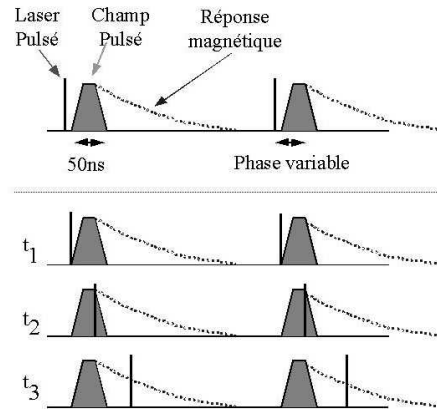


Figure 3.5 – Reconstruction de la réponse temporelle magnétique par la technique pompe sonde ou stroboscopique.

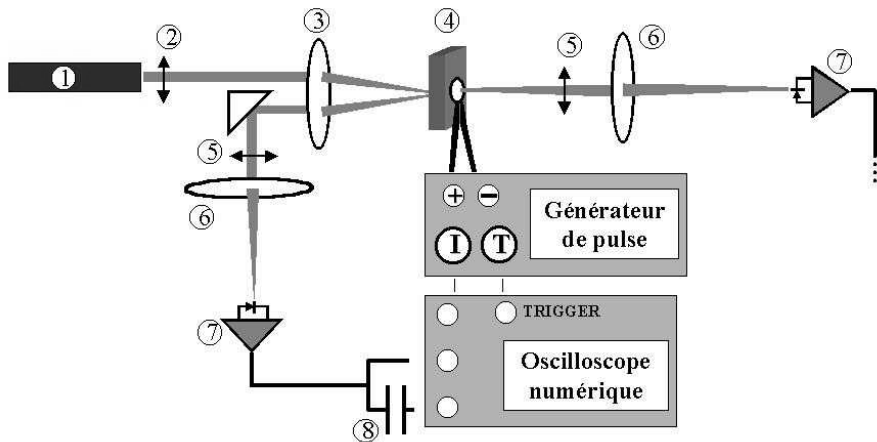


Figure 3.6 – Schéma descriptif du magnétomètre ultra rapide I.

différentielle car c'est la seule méthode possible pour éliminer l'important bruit électromagnétique généré par l'intense décharge de courant dans la carte d'alimentation et dans les microbobines. Le polariseur (5) est monté sur un support tournant. La réponse magnétique est enregistrée pour deux positions d'analyse orthogonales par un oscilloscope rapide, puis moyennée. La fréquence d'échantillonnage est de $f_E = 2GHz$. La fréquence de coupure est de $f_C = 500MHz$, le nombre moyen d'acquisitions est $\langle N \rangle = 500$.

3.1.4 Configuration dynamique picoseconde, approche pompe sonde

La résolution temporelle des deux précédentes techniques dépendait du détecteur. L'évolution des diodes laser permet aujourd'hui la génération de pulses picosecondes pour un coût modique. Notre groupe a pu se doter d'un laser à diode pulsé rouge avec une durée d'impulsion de $50ps$ et une puissance moyenne de $2mW$ pour un taux de répétition de $1MHz$. Un générateur de délai permet

de faire varier le temps entre l'impulsion de champ magnétique (la pompe) et le pulse de lumière (la sonde). On peut ainsi reconstruire artificiellement la réponse temporelle comme illustré dans la Figure [3.5]. La mesure est réalisée grâce au prisme de Wollaston et un voltmètre continu associé aux deux photodiodes qui jouent le rôle d'intégrateur. La résolution est déterminée par la largeur de la sonde, mais aussi par la résolution du générateur de délai ainsi que l'erreur au déclenchement de la source de champ magnétique. Sans connaître sa valeur exacte, elle est nettement inférieure à la demi nanoseconde. La Figure [3.7] illustre également une autre possibilité d'alignement pour l'obtention d'un spot sub-micronique. L'implémentation vers un microscope optique à balayage est alors possible...

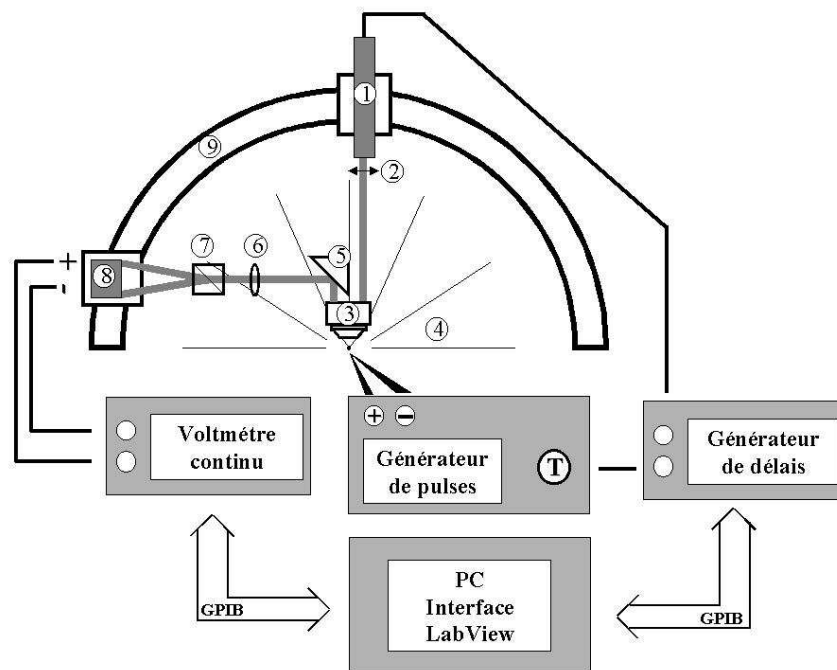


Figure 3.7 – Schéma descriptif du magnétomètre ultra rapide II.

3.2 Microscopie Magnéto-optique

3.2.1 Microscope

Nous avons construit le microscope à partir d'éléments discrets montés sur une table optique. Les avantages majeurs de ce microscope restent une grande flexibilité quant à son utilisation en terme de configurations et d'encombrement mais également son coût nettement inférieur à un microscope commercial. La contrepartie est une stabilité mécanique moins bonne et des réglages optiques beaucoup plus ardues que sur un microscope commercial. L'architecture usuelle présentée en Figure[3.8] est celle d'un microscope métallurgique classique. On peut cependant travailler dans une configuration en transmission. La source de lumière (1) est collimatée par un premier objectif (4) et son image est formée par une lentille de projection (5). On peut régler l'ouverture numérique de l'illumination grâce au diaphragme (6). Le faisceau est polarisé grâce à un

prisme Glan-Thomson (7). Ce prisme est très polarisant (*Extinction* : $1/10^5$), et il est transparent (*Transmission* : $1 - 10^{-4}$). Le faisceau est ensuite focalisé (9), et renvoyé (10) dans le plan arrière de l'objectif (11). Les rayons lumineux sont donc parallèles à la sortie de l'objectif. L'angle d'incidence du faisceau sur l'objet dépend de la position d'entrée dans le plan focal arrière. Le miroir (10) est monté sur une table de déplacement micrométrique et permet de passer d'une configuration longitudinale ou transverse à polaire. L'image de l'objet est formée par l'objectif sur la caméra CCD (14) via la lentille de tube (13). La rotation Kerr est analysée par un deuxième prisme Glan-Thomson (12). Ce prisme est monté sur une table de rotation motorisée qui permet l'acquisition rapide de deux angles d'analyse. On peut alors soustraire deux images pour augmenter le contraste et supprimer l'image topologique. Le capteur de la caméra est optimisé pour une efficacité quantique maximum (le ratio entre l'énergie des photons incidents et l'énergie des paires électrons-trous créées est de 92%). Il est constitué de 512×512 pixels de $24\mu m$, soit $240nm$ de discrétisation spatiale avec un objectif $\times 100$. La résolution optique est un micromètre.

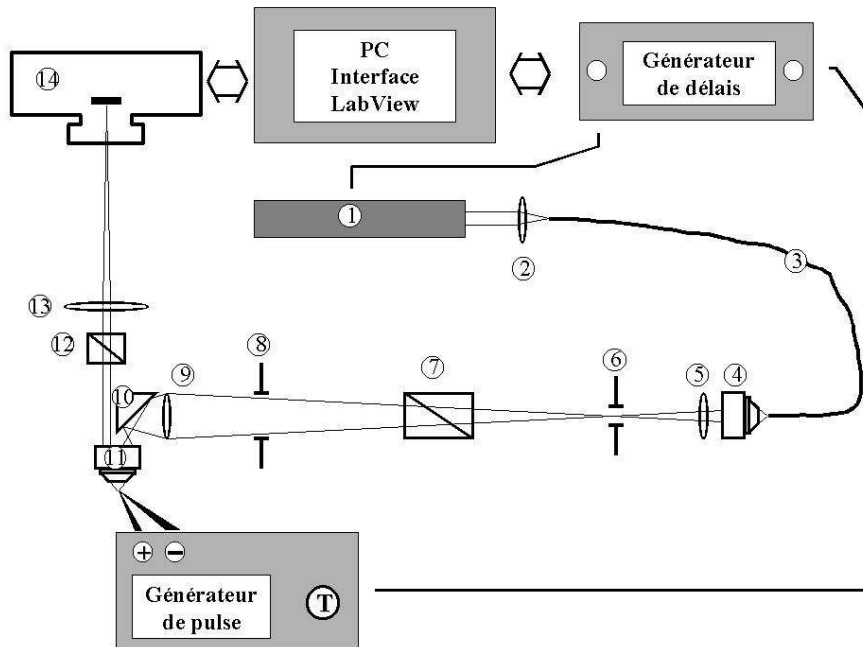


Figure 3.8 – Schéma descriptif du microscope magnéto-optique.

3.2.2 Sources de lumière

Le microscope peut être équipé de trois sources de lumière différentes selon le mode d'utilisation :

Mesure statique :

Laser à diode rouge puissance 5mW (1). Il est impossible d'utiliser directement le laser comme source de lumière. La cohérence spatiale du faisceau, pourtant faible dans les lasers à diodes, génère des interférences constructives aléatoires rencontrées en fonction des poussières le long du trajet optique ou sur l'échantillon. La solution pour briser la cohérence spatiale est d'injecter (2) la lumière du laser dans une fibre optique multimode (3) et secouer celle-ci. Les contraintes

mécaniques provoquent une variation temporelle des modes de propagation. La cohérence spatiale est toujours conservée, mais elle évolue dans le temps. Si le temps d'acquisition est grand devant la fréquence d'agitation, la cohérence spatiale intégrée est nulle. Un atout de cette technique reste la brillance de la source lumineuse, on concentre la puissance du laser dans les $500\mu m$ de la fibre. Le temps d'acquisition est de quelques millisecondes à quelques secondes.

Mesure dynamique monocoup :

Lampe Xénon à décharge. Un arc électrique est généré entre deux électrodes ($d = 1.5mm$), polarisées par une haute tension. Le déclenchement de l'arc est régulé par une électrode externe. Cette lampe produit une impulsion de lumière polychromatique de forte énergie ($> 15mJ$ en $1\mu s$). L'impulsion est suffisamment intense pour pouvoir imager un grand nombre de systèmes en monocoup.

Mesure dynamique picoseconde :

Laser pulsé à diode. Ce laser émet un pulse de 50 ps dans le rouge. Sa puissance moyenne est de $2mW@1MHz$. Le temps d'acquisition dépend fortement du taux de répétition et peut varier de quelques secondes à plusieurs minutes.

3.3 Cryostat Magnéto-optique

Ce magnétomètre permet l'étude des propriétés magnétiques dynamiques en fonction de la température, Figure[3.9]. La base du cryostat est commerciale : l'embase contenant le doigt froid, la source de chaleur et l'électronique de régulation proviennent de Janis industry et Lake Shore respectivement. La cloche, les supports d'optique et le système de régulation de débit ont été conçus et réalisés au laboratoire.

Le four/cryostat est constitué d'une enceinte à vide en aluminium. Elle est percée de trois fenêtres de $5cm$ de diamètre à 45° et orthogonalement au plan de l'échantillon. Toutes les configurations Kerr sont possibles. Il est envisageable de réaliser de l'imagerie magnéto-optique dans ce cryostat. Nous l'avons conçu pour pouvoir intégrer un objectif de microscope ainsi qu'un moteur pas à pas fonctionnant sous vide pour pouvoir régler le point focal. Le vide ($P = 10^{-6} Torr$) est réalisé à l'aide d'une pompe primaire puis d'une pompe turbomoléculaire. La magnétométrie (1) \rightarrow (6) est identique au montage Kerr précédent. Le porte-échantillon (14) est en cuivre, l'axe central est en céramique recouvert d'une feuille de cuivre. On évite ainsi la dissipation thermique dans le porte-échantillon due aux courants de Foucault tout en préservant une excellente conduction thermique. La température est mesurée par une sonde résistive métallique de Platine pour la gamme $50K \rightarrow 500K$, une sonde résistive semi-conductrice de carbone pour la gamme $4K \rightarrow 50K$. La mesure est effectuée par un module de régulation Lake Shore. La source chaude est une résistance 50W. La source froide est un fluide réfrigérant, N_2 ou He . Son débit est régulé de la manière suivante : la bouteille (8) est mise sous pression de $0,4Bar$ grâce à une pompe externe. Elle reste sous pression constante grâce à une valve anti-retour à pression d'ouverture ajustable. L'impédance de sortie est définie par l'ouverture de deux vannes pilotées informatiquement. L'ensemble du système de régulation a été réalisé au cours du Stage d'IUT de Pierre Sicken au printemps 2003. La gamme de température varie de 30 à 500K avec une résolution de 0,01K.

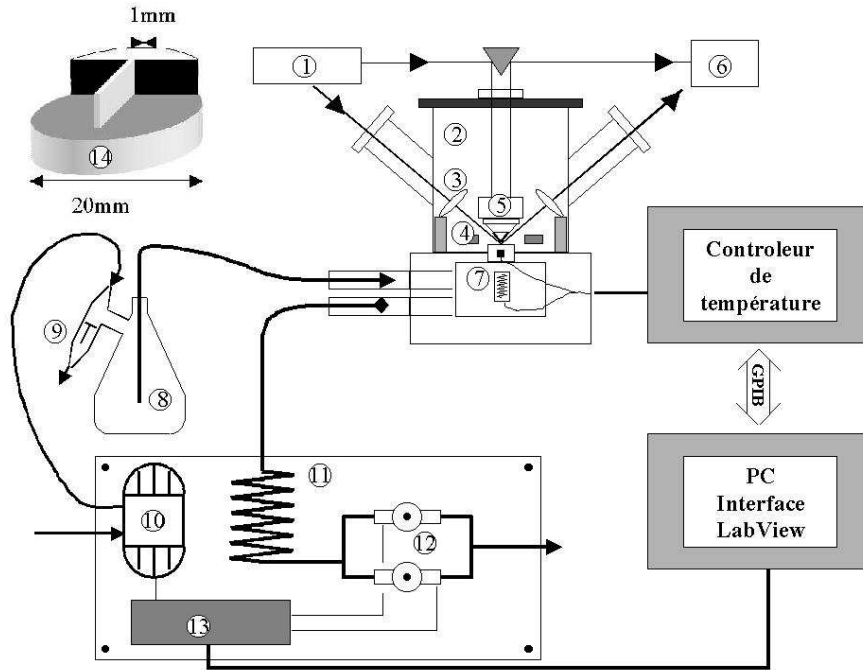


Figure 3.9 – Schéma descriptif du microscope magnéto optique.

3.4 Grands instruments

3.4.1 Génération de photons X polarisés monochromatiques

Si on se pose naïvement la question : Quelle peut être la source naturelle d'un photon polarisé circulaire, c'est à dire un champ électrique propagatif tournant ? Une charge électrique en mouvement accéléré rayonne, si ce mouvement est circulaire, le rayonnement émis sera circulaire, CQFD !

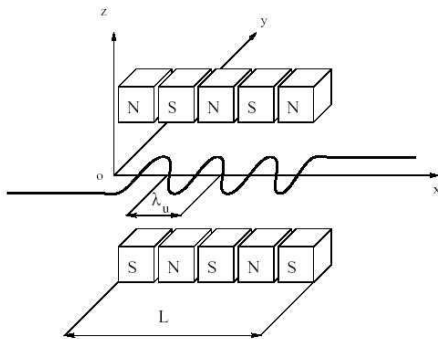


Figure 3.10 – Trajet d'un électron dans un champ magnétique périodique.

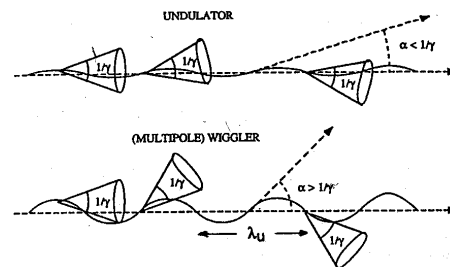


Figure 3.11 – Diagramme schématique des régimes d'oscillation associé au wiggler et à l'onduleur.

Dans les anneaux de stockage (ou synchrotron) les éléments d'insertion fonctionnant selon ce principe sont appelés wiggler ou onduleur selon l'amplitude de vibration des électrons (Figure[3.10]).

Un flux d'électrons relativistes est soumis à un champ magnétique périodique. Soumis à une force, il subit une accélération et donc rayonne. Aux énergies relativistes, l'angle d'émission de ce rayonnement devient extrêmement piqué dans la direction de déplacement de la charge dû aux transformations espace-temps de Lorentz. L'angle d'ouverture est proportionnel à $1/\gamma$, avec $E_e = \gamma mc^2$. Si l'amplitude de vibration du flux d'électrons est important l'angle de déviation maximal $\alpha > 1/\gamma$ et l'intensité du rayonnement devient la somme incohérente des photons émis par chaque pôle magnétique, $I_{tot} \propto 2N.I_N$, où I est l'intensité par pôle et N est le nombre de pôles. Si $\alpha < 1/\gamma$ il y a des interférences entre les photons émis par chaque pôle magnétique. L'énergie rayonnée est alors concentrée sur la longueur d'onde E.M. λ_M (et ses harmoniques) associée à la longueur d'onde mécanique λ_u de l'onduleur. On obtient alors une brillance $\partial E / \partial \theta^2 \partial m m^2 \partial \lambda$ inégalée comme montrée en Figure[3.13]. On peut faire varier (au second ordre) cette longueur d'onde en ajustant l'écartement entre les pôles magnétiques et donc la force du champ magnétique exercé sur le flux d'électrons :

$$\lambda_m[\text{Å}] = \frac{13\lambda_u[\text{cm}]}{mE^2[\text{GeV}]} \left(1 + \frac{K^2}{2}\right) \text{ avec } K = \frac{e}{2\pi mc} \lambda_u B_0 \quad (3.5)$$

Le facteur K adimensionnel caractérise les propriétés optiques du wiggler/onduleur ($K \approx 1 \rightarrow$ onduleur, $K \gg 1 \rightarrow$ wiggler).

Si la vibration du flux d'électrons est planaire (Figure [3.10]), on obtient une polarisation linéaire. En jouant avec les phases relatives des électroaimants on peut obtenir tous les états de polarisation possibles, Figure [3.12].

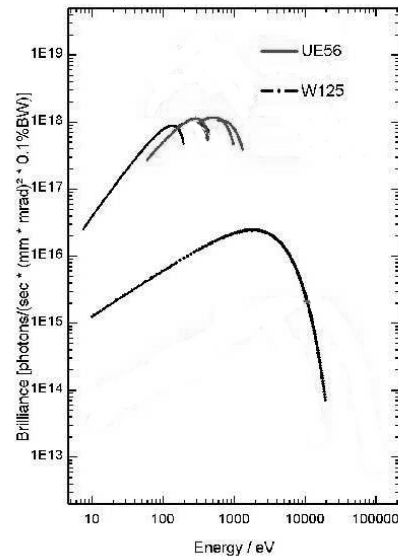
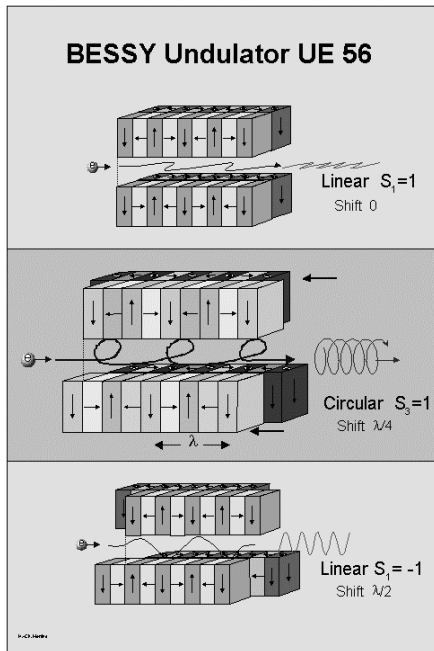


Figure 3.12 – Configurations des éléments magné- tiques de l'onduleur Apple -BessyII- pour l'obtention des polarisations linéaires et circulaires.

Figure 3.13 – Comparaison des brillances entre un wiggler et un onduleur polarisable de Bessy II.

Les caractéristiques spectrales sont également reliées aux propriétés relativistes du faisceau. L'angle

d'ouverture du faisceau est $1/\gamma$. La durée du pulse τ est simplement le temps nécessaire aux électrons pour parcourir le long de cet arc. Soit ρ le rayon de courbure du trajet de l'électron, alors $\tau = \frac{4}{6} \frac{\rho}{c\gamma^3}$. Pour un onduleur de l'ESRF après filtrage, les impulsions lumineuses sont typiquement de la centaine de picosecondes. Le taux de répétition dépendra du nombre de paquets dans l'anneau. Pour les mesures de dichroïsme magnétique résolu en temps en mode pompe-sonde, le mode de remplissage le plus intéressant est le mode mono paquet. La fréquence dans ce cas est de 357 kHz, pour un courant maximum de 20mA.

La source de lumière est polychromatique, même dans le cas d'un onduleur. Pour la rendre monochromatique, la technique la plus courante est l'utilisation du phénomène de diffraction de Bragg. Le réseau de diffraction est soit un monocristal de Si dans la région des X durs, soit un réseau artificiel de lignes dans la région des X mous. La résolution en énergie est typiquement $5.10^{-4} < \Delta E/E < 5.10^{-5}$. L'optique des rayons X reste un sujet difficile. L'indice optique des matériaux dans cette gamme d'énergie est de l'ordre $n \simeq 1 - 10^{-4}$, il est alors impossible d'utiliser des lentilles classiques. On peut cependant noter l'existence de très belles réalisations de lentilles de Fresnel permettant l'imagerie "classique" à base de Rayons X. L'optique d'une ligne de lumière est habituellement basée sur la technique des miroirs courbes. La Figure[3.14] décrit l'optique de la ligne UE56/2 PGM-1 à Bessy que nous avons utilisée pour l'imagerie PEEM (Microscope électronique à photoémission) présenté ci-après. Les distances focales de ces miroirs sont importantes, une ligne de lumière mesure couramment une trentaine de mètres de longueur.

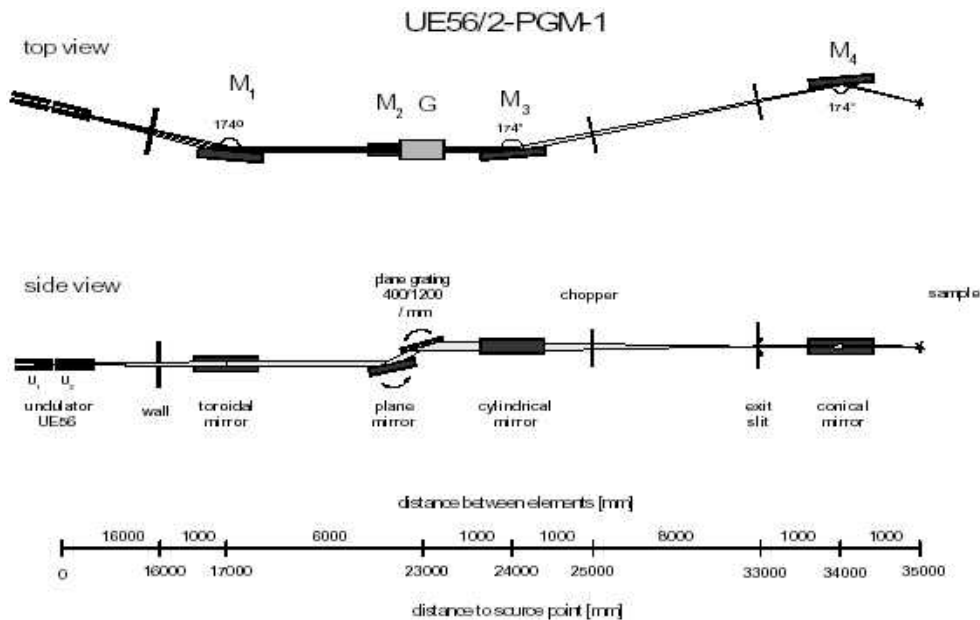


Figure 3.14 – Schéma de la ligne de lumière UE56/2 PGM 1 à Bessy II.

3.4.2 Instruments

Dans cette thèse, je présente quelques mesures d'XMCD et de PEEM dans les systèmes couplés (Chapitre [8] et [9]). Ces résultats ont été obtenus à l'ESRF (Grenoble, France) pour le dichroïsme "macroscopique", et BESSY II(Berlin, Allemagne) pour l'imagerie. Je présente brièvement les

deux instruments utilisés pour obtenir ces résultats.

3.4.2.1 FLIPPER

FLIPPER est le nom de la chambre UHV de mesure de spectres d'absorption de la ligne ID8 DRAGON à l'ESRF. La mesure de l'absorption devient possible selon deux modes :

- Courant de fuite : Les électrons de surface excités sont extraits par une grille haute tension. Un nanovoltmètre mesure le courant entre la masse et l'échantillon. Un inconvénient de cette technique est la dépendance du signal mesuré en champ magnétique externe. En effet la trajectoire de sortie des électrons varie en fonction du champ appliqué entraînant des anomalies sur la mesure car une partie des électrons reviennent sur la surface.
- Fluorescence : Une partie des électrons excités se thermalisent par réémission de photons. Une photodiode de grand diamètre, percée en son centre, récolte les photons réémis. Il n'y a pas de dépendance en champ, mais le signal est généralement plus faible que pour la technique précédente.

Le signal XMCD est la différence d'absorption pour deux états de polarisation incidentes ou deux états d'aimantation. Pour minimiser le temps d'acquisition, il est plus rapide de renverser l'aimantation que de changer la polarisation. Pour chaque énergie le champ est "flippé" de +H à -H.

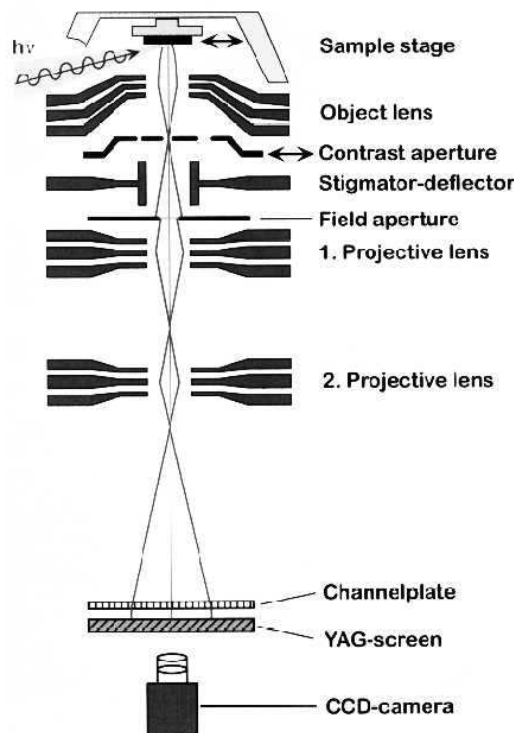


Figure 3.15 – Schéma descriptif du PEEM.

3.4.2.2 PEEM

PEEM est l'acronyme de Photo Emission Electron Microscope. Cet instrument permet l'imagerie des électrons photo-excités d'une surface, Figure [3.15]. Les électrons excités sont extraits de la surface par une grille haute tension. Une première lentille électrostatique équivalente à un objectif de microscope optique collecte les électrons selon un grand angle solide. Deux lentilles de projection recréent l'image sur un scintillateur. On retrouve les diaphragmes de champ et de contraste équivalent à ceux d'un microscope optique. L'image finale est enregistrée par une caméra CCD. Le facteur principal limitant la résolution spatiale est l'aberration chromatique. Deux électrons d'énergie cinétique différente à l'extraction auront des trajectoires différentes le long du chemin électrostatique et vont engendrer un flou sur l'image. Une solution est d'utiliser des filtres en énergie. Ce système est très efficace mais diminue l'intensité, augmentant fortement le temps d'acquisition. La résolution optimale obtenue dans l'instrument que nous avons utilisé est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres mais des microscopes avec résolution jusqu'à $20nm$ existent déjà.

L'imagerie PEEM utilise principalement des électrons secondaires de basse énergie avec une faible profondeur d'échappement. La technique est donc limitée à l'étude des surfaces et aux couches enterrées à une profondeur maximale d'une dizaine de nanomètres.

Il y a deux avantages intrinsèques pour l'utilisation d'un PEEM pour l'imagerie magnétique. Premièrement, le contraste magnétique provient du dichroïsme, ce qui donne à la technique une sélectivité chimique. On peut donc réaliser l'étude des interactions entre les différentes couches d'une hétérostructure comme une vanne de spins par exemple en imageant séparément les configurations en domaines des deux couches. Deuxièmement c'est actuellement la seule technique qui offre une haute résolution spatiale ($\simeq 20nm$), ainsi qu'une haute résolution temporelle ($500ps$). Nous avons été les premiers à montrer la faisabilité d'une telle technique en associant notre savoir faire sur les mesures XMCD résolues en temps à celui du groupe d'imagerie PEEM du Max-Planck Institut de Halle [136].

Deuxième partie

Introduction au magnétisme et sa dynamique.

Chapitre 4

Introduction au magnétisme.

Ce chapitre reprend les notions élémentaires du magnétisme[30]. Je résume l'évolution historique exponentielle des connaissances en magnétisme. Je présente l'origine microscopique du magnétisme associé aux moments cinétiques électroniques. Je définis ensuite les énergies (d'échange, d'anisotropie et dipolaire) permettant la description micromagnétique d'un système magnétique. Cette description permet de comprendre la structure magnétique d'un échantillon : division en domaines, types de parois de domaines, critères de stabilité.

4.1 Court aperçu historique

La naissance du magnétisme fut particulièrement romantique. Il désigne l'attraction mutuelle de deux êtres qui s'aiment. Le plus ancien document relatant l'existence de pierres d'aimant est attribué à un écrivain chinois, Guanzhong (mort en 650 avant J.C.), mais des objets magnétiques ont été découverts sur des sites beaucoup plus anciens, comme certaines sépultures égyptiennes.

Les grecs connaissaient également l'existence des aimants (Hippocrate -400), mais leur savoir se perdit. Ce sont les chinois qui ont continué la recherche. Le caractère de directivité des pierres d'aimant vers les pôles terrestres fut compris dès -250 (Gui Guzi et Han Fei). La technique fut développée puis exportée vers l'occident. La première grande application du magnétisme, la boussole, révolutionnera les techniques de navigation marine au début du premier millénaire.

Jusqu'au *XIX^{ème}* siècle la description des phénomènes magnétiques a peu évolué. Sa description dans l'Encyclopédie de Diderot et d'Alembert résume les connaissances sous trois rubriques : la notion attractive, la notion de pôles et la communicativité. Ils constatent également l'absence d'une théorie justifiée. Ils suggèrent néanmoins de superbes voies d'investigation en concluant que leurs enfants ou petits-enfants réussiraient sans doute à expliquer ces phénomènes et peut-être même les relier aux phénomènes électriques !

Le *XIX^{ème}* consacre une approche cartésienne des phénomènes physiques et du magnétisme en particulier. Cette voie de recherche permettra un développement beaucoup plus rapide des concepts. Charles de Coulomb utilisa des aimants particulièrement long, éloignant ainsi les pôles non concernés par l'expérience, pour mettre en évidence la loi d'interaction entre masses magnétiques en $1/r^2$. Denis Poisson introduit la notion de *champ magnétique*. En 1820, le danois Hans OErsted montre la possibilité de création d'un champ par un fil électrique. Ce résultat fut reproduit puis interprété par Ampère. Il suggéra alors que le magnétisme de la matière découle de courants électriques circulaires à l'échelle moléculaire. Le physicien anglais Michaël Faraday découvre en

1821 le phénomène d'induction et construit la première dynamo. Pierre-Simon de Laplace établit l'expression de la force agissant sur un conducteur parcouru par un courant électrique et soumis à un champ magnétique. Ces découvertes ont bouleversé la physique, car elles entrelaçaient les interactions électriques et magnétiques. James Clark Maxwell synthétisa ce demi-siècle d'effort en quatre équations qui demeurent aujourd'hui encore la base analytique essentielle de l'électromagnétisme macroscopique.

L'étude des causes microscopiques du magnétisme émergea au début du $XX^{\text{ème}}$ seulement. Pierre Curie introduisit les différentes *classes magnétiques* : le ferromagnétisme, le diamagnétisme et le paramagnétisme. Paul Langevin établira la théorie statistique classique du paramagnétisme. Les causes du fort champ moléculaire (formulé par Pierre Weiss), à l'origine du ferromagnétisme, furent élucidées grâce à la mécanique quantique. La découverte du spin électronique en 1925 par Georges Uhlenbeck et Samuel Goudsmit et de son moment associé apporta une contribution essentielle. La théorie du *magnétisme itinérant* de Werner Heisenberg montra en 1929 que l'ordre ferromagnétique était d'origine électrostatique et s'interprétait en *termes d'échange* entre voisins. Les bases solides du magnétisme étaient posées pour que se développe l'étude des propriétés magnétiques de la matière appuyée par les progrès spectaculaires des techniques expérimentales. De nouvelles classes magnétiques furent découvertes, telles que l'antiferromagnétisme par Louis Néel en 1936, puis le diamagnétisme parfait des supraconducteurs par exemple. Les applications extrêmement larges du magnétisme ont pris place dans la vie courante, on compte aisément plus d'une centaine d'éléments magnétiques dans une voiture. Les techniques de mesure sont aujourd'hui assez sensibles pour permettre la mesure du magnétisme nucléaire, trois ordres de grandeur plus petit que le magnétisme électronique ! Cela a permis des progrès médicaux fantastiques grâce à l'Imagerie par Résonance Magnétique Nucléaire IRMN.

Les voies de recherche actuelles sont principalement axées sur le développement d'une nouvelle classe de composants électroniques basés non plus sur la charge mais sur le spin de l'électron. Les premiers composants spintroniques sont déjà apparus sur le marché grand public il y a quelques années avec les têtes de lecture magnétorésistives. Les premiers transistors commerciaux sont attendus pour la prochaine décennie. Le développement de ces systèmes a été possible grâce aux progrès considérables réalisés dans l'élaboration de structures submicroniques. On peut enfin citer le développement d'un magnétisme à une échelle encore plus réduite : le magnétisme moléculaire, où quelques atomes magnétiques sont confinés dans une matrice souvent organique. A ces échelles, des effets mésoscopiques commencent à se faire ressentir. Le caractère quantique de la matière apparaît. Les systèmes magnétiques à dimensions réduites sont des candidats potentiels pour l'électronique quantique...

4.2 Origine microscopique du moment magnétique

Magnétisme d'un électron isolé

Ampère avait montré qu'une boucle de courant génère un champ magnétique. Lorsque l'on envisage le modèle atomique de Bohr sous cet angle, la première cause microscopique du magnétisme sera la rotation circulaire des électrons autour du noyau. La densité de courant de cette boucle dépendra donc de la charge, de la vitesse ainsi que du rayon d'orbite de l'électron. Le moment cinétique orbital (masse*vitesse*rayon en mécanique classique) est défini en mécanique quantique comme $\mathcal{L} = \hbar l$, où l est le nombre quantique orbital. La proportionnalité entre les moments magnétiques et orbitaux conduit à $m_O = -(\hbar e/2m_e)l = -\mu_B l$ où μ_B est le magnéton de Bohr, la

4.3. ENERGIES D'UN SYSTÈME MAGNÉTIQUE : LA THÉORIE MICROMAGNÉTIQUE 41

plus petite valeur possible du moment magnétique associé à un électron.

Le magnétisme électronique est la conséquence de l'association de la charge et du moment cinétique des électrons. Mais le moment cinétique de l'électron n'est pas exclusivement d'origine orbitale. L'électron possède également un moment cinétique intrinsèque, le spin. Il peut prendre deux états $\sigma = \pm 1/2$. Le moment magnétique associé est également proportionnel au moment cinétique mais il a la particularité d'avoir un facteur de proportionnalité double, soit $m_S = -2\mu_B\sigma$.

Magnétisme de la matière condensée

Selon la description précédente, le moment magnétique d'un atome est la somme des différents moments magnétiques électroniques. Dans ce cadre, 79 des 103 premiers éléments purs sont porteurs d'un moment magnétique. Associés à un édifice polyatomique, seulement un nombre restreint de systèmes demeure magnétique. Les plus courants sont les métaux 3d de transition Cr(AF), Mn(AF), Fe, Co et Ni, ainsi qu'une majorité de terres rares. Les autres sont majoritairement légèrement diamagnétiques (loi de Lenz appliquée à l'orbite des électrons), ou paramagnétiques (chaque atome possède un moment magnétique mais sans interaction, d'où un désordre statistique dû à la température). On peut cependant remarquer qu'une composition de matériaux non-magnétiques à l'état pur peut posséder un ordre magnétique, ou inversement, certains phases cristallographiques du Fe ne sont pas magnétiques ! Ces constatations ont amené Pierre Weiss à postuler l'existence d'un champ moléculaire phénoménologique qui tend à aligner les moments magnétiques électroniques selon une direction commune. Ce concept fut précisé par Heisenberg en termes d'échange entre spins voisins. L'Hamiltonien s'écrit $H = -2 \sum_i \sum_{i>j} J_{ij} \vec{S}_i \vec{S}_j$ où J_{ij} représente l'intégrale d'échange traduisant l'interaction responsable de l'alignement magnétique. Cette interaction décroît rapidement en fonction de la distance. Cette approche a permis de comprendre les dépendances en température de l'aimantation notamment. Le paragraphe suivant détaille l'origine des différentes formes d'échange possible.

4.3 Energies d'un système magnétique : la théorie micromagnétique

La théorie micromagnétique est une description phénoménologique de type classique de l'ensemble des énergies mis en jeu dans un objet magnétique. L'aimantation est considérée comme une fonction continue de l'espace. On peut donc utiliser l'ensemble des outils mathématiques classiques pour décrire son évolution. Un succès majeur de cette théorie fut l'explication de la structure en domaines des matériaux ferromagnétiques. En effet, un morceau de fer n'est généralement pas magnétique. Ce fut Pierre Weiss qui leva cette contradiction en supposant qu'un matériau se divise en domaines magnétiques de direction opposée, ce qui entraîne une aimantation macroscopique nulle. La théorie micromagnétique permet le calcul de nombreux paramètres de la structure en domaines, tels l'énergie et la largeur de paroi ou la taille critique d'un domaine par exemple. Elle a mis en évidence les deux types de paroi caractéristiques : paroi de Bloch ou de Néel ; la rotation des moments magnétiques se fait dans le plan ou perpendiculairement au plan de la paroi, respectivement. La dérivation micromagnétique analytique est soluble uniquement dans des cas simples à symétrie élevée. On assiste aujourd'hui à une véritable explosion des calculs informatiques sur la base de cette théorie. L'aimantation est alors une variable discrète de l'espace. C'est une voie de recherche extrêmement riche pour comprendre les configurations spatiales de géométrie complexe. C'est également un outil extrêmement puissant pour le calcul des évolutions dynamiques. Les puissances de calcul permettent aujourd'hui de traiter des systèmes de dimensions supérieures au micromètre.

4.3.1 Interaction d'échange

L'existence d'ordre magnétique à des températures élevées exclut l'interaction dipolaire comme candidate potentielle à l'échange entre spins, cette interaction étant deux ordres de grandeurs trop faible. Il faut faire appel à la mécanique quantique pour résoudre ce problème.

Interaction à deux électrons :

L'interaction d'échange dans un solide a la même origine quantique que celle qui a lieu entre les électrons au sein d'un atome : les corrélations entre les électrons dépendent des différents niveaux d'énergie associés aux configurations parallèle et anti-parallèle de leurs spins. Si l'on prend le cas d'une fonction d'onde à deux électrons $\Psi(1, 2)$, Ψ peut s'écrire comme le produit d'une fonction d'espace φ par une fonction de spin χ . Le principe de Pauli donne que Ψ est antisymétrique ($\Psi(1, 2) = -\Psi(2, 1)$). On obtient alors 2 types de fonctions selon la symétrie S, ou l'anti-symétrie A des deux fonctions φ et χ :

$$\begin{aligned}\Psi_I(1, 2) &= \varphi_A(1, 2)\chi_S(1, 2) \\ \Psi_{II}(1, 2) &= \varphi_S(1, 2)\chi_A(1, 2)\end{aligned}\quad (4.1)$$

Il existe quatre fonctions de spins. Une seule est antisymétrique, elle décrit l'état singulet spin total $S = 0$: $\chi_A = 1/\sqrt{2}(|1 \uparrow, 2 \downarrow\rangle - |1 \downarrow, 2 \uparrow\rangle)$. Les autres décrivent l'état triplet, spin total $S = 1$, $m_S = 0, \pm 1$: $\chi_S^{\pm 1} = |1 \uparrow (\downarrow), 2 \uparrow (\downarrow)\rangle$, $\chi_S^0 = 1/\sqrt{2}(|1 \uparrow, 2 \downarrow\rangle + |1 \downarrow, 2 \uparrow\rangle)$. L'énergie correspondant aux deux états peut se calculer à partir du hamiltonien des deux électrons :

$$E_{I(II)} = \int \int \varphi_{A(S)}(r_1, r_2) H(r_1, r_2) \varphi_{A(S)}^*(r_1, r_2) dr_1 dr_2 \quad (4.2)$$

Les fonctions d'espace φ_A et φ_S étant différentes, ceci conduit à des énergies E_I et E_{II} différentes si le hamiltonien H contient les interactions entre électrons. On peut alors définir l'énergie d'échange entre les spins des deux électrons : $J_{12} = (E_I - E_{II})/2$. L'énergie d'un état quelconque s'écrit :

$$E(S_1, S_2) = E_0 - 2J_{12}S_1S_2 \quad (4.3)$$

On peut montrer que le terme S_1S_2 pour l'état triplet de spin total égal à 1 vaut 1/4 et il vaut $-3/4$ pour l'état singulet de spin total nul. On voit donc que l'interaction d'échange découle de la différence d'énergie entre les fonctions symétriques et antisymétriques d'espace. Son amplitude J_{12} dépendra des interactions (le plus souvent de type répulsion coulombienne) entre les électrons situés sur des atomes voisins.

Interaction d'échange dans les isolants magnétiques :

Dans les composés isolants, les ions magnétiques sont séparés par des ions non-magnétiques : c'est le cas de la plupart des oxydes, sulfures et halogénures de métaux de transition. Les ions magnétiques sont alors situés à une distance telle que leurs fonctions d'onde 3d ne se recouvrent pas. L'interaction appelée *superéchange*, a lieu à travers l'ion non-magnétique par la forte hybridation de ses couches p avec les couches 3d des ions magnétiques. La valeur du superéchange peut être importante et conduire à des températures d'ordre de 900K dans les ferrites par exemple. Son signe est le plus souvent négatif, induisant un ordre antiferromagnétique. Mais il existe quelques cas d'isolants ferromagnétiques comme EuO ($T_c=69K$), ou CrBr₃ ($T_c=37K$). Cette interaction est

4.3. ENERGIES D'UN SYSTÈME MAGNÉTIQUE : LA THÉORIE MICROMAGNÉTIQUE 43

toujours à très courte portée car elle fait intervenir le recouvrement entre les orbitales centrées sur des atomes voisins.

Interaction d'échange dans les métaux 3d :

Dans un métal, ce sont les électrons de conduction qui sont responsables de l'interaction d'échange. Ce sont ces mêmes électrons qui sont responsables du magnétisme dans le cas des métaux 3d. Le moment magnétique provient d'une polarisation en spin de ces bandes, ce qui explique la nature non entière du moment moyen porté par chaque électron. Cette polarisation est due à l'association entre le principe d'exclusion de Pauli et la répulsion coulombienne. Cette association d'effets favorise une disposition électronique de spins identiques sur des orbites différentes plutôt que de spins opposés sur une orbite identique. On peut remarquer que plus la densité d'états au niveau de Fermi est importante, plus la force de l'interaction sera importante car le nombre d'orbites libres de basses énergies est plus important.

Interaction d'échange RKKY dans les métaux 4f :

Cette interaction gouverne le magnétisme des terres rares. Ce sont toujours les électrons de conduction qui sont les porteurs de l'échange, mais le magnétisme est porté par les électrons de la couche enterrée 4f. Le signe de l'interaction dépend de la structure de bande. Ruderman, Kittel, Kasuya, Yosida l'ont calculé dans le cadre d'un gaz d'électrons libres : cette interaction est oscillante à longue portée ! Le vecteur d'onde au niveau de Fermi détermine la longueur d'onde de l'oscillation. Si k_F est petit (bande peu remplie), l'ordre est ferromagnétique et antiferromagnétique si la bande est pleine. Des structures magnétiques à longues périodes (par exemple de l'héliomagnétisme), parfois incommensurables avec le réseau cristallin, ont également été observées. Ce couplage RKKY a également été observé aux échelles mésoscopiques dans des superréseaux alternant couches ferromagnétiques et couches métalliques non-magnétiques d'épaisseurs variables.

4.3.2 Energies d'anisotropie

L'échange est une interaction qui tend à aligner les moments magnétiques électroniques selon un même sens de l'espace. L'anisotropie tend à aligner les moments selon une direction particulière de l'espace. Son origine est multiple :

Anisotropie magnétocristalline, couplage spin orbite et champ cristallin :

Le paragraphe précédent a montré que l'ordre magnétique est profondément dépendant des fonctions d'ondes spatiales, mais il provient essentiellement du moment cinétique de spins. Nous avons également vu que le moment cinétique orbital est porteur d'un moment magnétique équivalent. Il existe un couplage entre les moments orbitaux et les moments de spin individuels. Cet effet relativiste est dû à l'influence du champ créé par l'orbite de l'électron sur son propre spin. Le Hamiltonien de cette interaction peut se réduire à $H_{SO} = -\lambda L.S$. Le coefficient de couplage est négatif dans le cadre d'une couche électronique moins qu'à moitié pleine et positif sinon.

Dans les métaux et les composés métalliques à base de métaux de transition, les éléments perdent leurs électrons de valence qui forment la bande de conduction. On obtient alors un réseau de charges positives dans un gaz d'électrons. Ces derniers ne sont pas entièrement libres, ils ressentent le potentiel électrique périodique du réseau : le champ cristallin. Les orbitales ioniques sphériques disparaissent au profit d'une symétrie adaptée au réseau. Ce couplage entre les orbitales et le réseau donne lieu à l'anisotropie magnétocristalline.

L'anisotropie magnétocristalline dépend à la fois du caractère des orbitales au niveau de Fermi et du couplage spin-orbite. Dans les métaux de transition et ses composés, le coefficient λ_{SO} est deux ordres de grandeur inférieur à celui du champ cristallin. L'inverse se produit pour le magnétisme "enterré" des terres rares. Il ressent peu les variations de l'environnement cristallographique. Les électrons sont fortement associés à leurs orbitales.

L'anisotropie magnétoélastique est aussi reliée au champ cristallin. Si l'on déforme le réseau, on peut induire une direction préférentielle pour l'aimantation. Son module peut également varier. Inversement l'application d'un champ externe peut déformer le réseau, on dispose alors d'un actionneur magnéto-mécanique. Cet effet peut être extrêmement important, certains expérimentateurs ont eu la malheureuse expérience de voir leur unique monocristal exploser lors de la transition de phase ! Cet effet est utilisé pour induire des directions préférentielles d'anisotropie dans les couches minces magnétiques en utilisant les différences entre les paramètres de maille du substrat et la couche déposée.

Anisotropie de forme, champ démagnétisant

L'aimantation dans la matière induit un dépôt de charges magnétiques lié à la forme de l'objet. La distributions de ces charges peut être de nature volumique ou surfacique. Elles se déposent principalement sur les faces externes de l'objet où elles créent un champ qui s'oppose à l'aimantation, un champ démagnétisant dont on peut calculer l'énergie associée. Le travail par unité de volume à effectuer pour passer d'une configuration désaimantée à aimantée selon une direction de l'espace est donnée par $W_D = \mu_O \int_0^{M_0} H_d(M).dM$. On parle d'anisotropie de forme lorsque l'une des directions de l'espace minimise cette énergie : ce sera la direction de plus facile aimantation. Dans le cas des couches minces, l'anisotropie de forme induit un axe de facile aimantation dans le plan du film magnétique.

4.3.3 Energie d'interaction dipolaire

L'énergie d'interaction dipolaire est définie par l'énergie d'interaction mutuelle de deux *dipôles* de moments rigides m_1 et m_2 :

$$E_D = -m_1 B_{12} = -m_2 B_{21} = -(m_1 B_{12} + m_2 B_{21})/2 \quad (4.4)$$

Où B_{XX} sont les inductions créées respectivement par m_1 sur m_2 et réciproquement.

4.3.4 Energie Zeeman ou énergie magnétostatique

L'énergie magnétostatique à l'échelle macroscopique nous est donnée par l'interaction entre le champ externe appliqué et l'aimantation interne du matériau. La densité d'énergie correspondante est donnée par : $W_Z = -\mu_0 M.H$. Ce fut Zeeman qui en expliqua son origine microscopique. Il mesura la séparation des lignes spectrales de la lumière photoémise d'un matériau soumis à un champ externe en deux composantes de chiralité opposée. Il conclut sur le fait que l'application d'un champ magnétique lève la dégénérescence en spins des niveaux électroniques, favorisant ainsi un alignement entre le champ interne et le champ appliqué.

4.3.5 Environnement local

Ce bref résumé des fondements du magnétisme montre que les outils théoriques nécessaires à la compréhension de la physique du magnétisme doivent prendre en compte un très grand nombre

4.3. ENERGIES D'UN SYSTÈME MAGNÉTIQUE : LA THÉORIE MICROMAGNÉTIQUE⁴⁵

de paramètres. Des outils théoriques bien développés existent pour toutes les échelles, du micromagnétisme pour les échelles macroscopiques au calcul ab-initio pour les échelles atomiques. Malheureusement certaines théories butent encore sur l'expérience. Cela est souvent dû à une faible connaissance de la structure et à l'influence d'environnements locaux sur l'aimantation. Le nombre de cas est immense. A titre d'exemple, j'en donne deux parmi ceux que j'ai pu rencontrer lors de nos travaux : quelles sont les interactions d'échange à l'interface d'une bicouche ferro-antiferromagnétique lorsque il y a diffusion entre les atomes de l'oxyde de nickel antiferro et de la couche ferro ? Quelle sera l'influence d'une rugosité de surface sur l'anisotropie locale d'un film ultra mince de cobalt, où l'anisotropie de surface dépend essentiellement de l'épaisseur ? L'objet de la recherche sera de caractériser et de quantifier l'influence de l'environnement local sur le plan théorique. D'un autre coté, les techniques de préparation des échantillons permettent également la réalisation d'échantillons de plus en plus proches des modèles théoriques.

Chapitre 5

Approches théoriques de la dynamique de l'aimantation

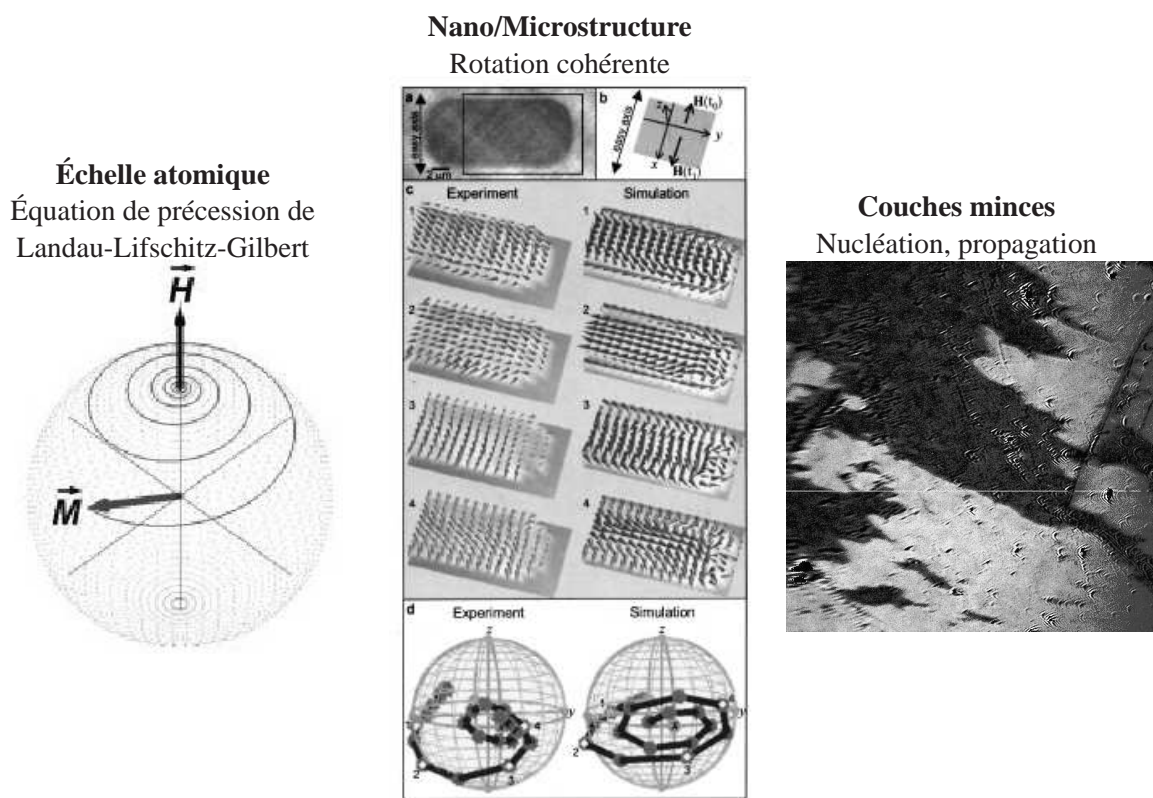


Figure 5.1 – Illustration des principaux modes de renversement d'un système magnétique. A l'échelle atomique la vitesse de renversement est limitée par la précession magnétique. Ce concept de précession peut s'appliquer à une assemblée d'électrons couplés par échange aux échelles mésoscopiques [49]. Enfin aux échelles macroscopiques, le renversement s'effectue par la nucléation puis la propagation de domaines comme le montre cet exemple à droite sur une couche de 10nm de cobalt réalisé en microscopie Kerr $245 * 245 \mu\text{m}^2$.

Ce chapitre est consacré à la présentation des concepts théoriques utilisés pour la description des propriétés dynamiques de l'aimantation. On ne peut renverser instantanément un moment magnétique. Il existe un effet de traînage magnétique, principalement associé à deux propriétés distinctes : la précession de l'aimantation ainsi que l'activation thermique des processus de renversement tel que la nucléation ou la propagation d'une paroi de domaines.

Ce chapitre est composée de quatre parties. Je consacre le premier chapitre à une présentation des concepts génériques de la dynamique de l'aimantation que sont l'équation de précession ainsi que le concept fondamental de l'activation thermique. J'applique ensuite ces concepts aux traitements distincts de la nucléation et de la propagation. Enfin je présente les modèles qui permettent la description complète du cycle d'aimantation dynamique.

5.1 Précession de l'aimantation et activation thermique

5.1.1 Equation de Landau, Lifschitz et Gilbert.

La limitation dynamique intrinsèque du renversement est due à la précession de l'aimantation. En effet un moment magnétique se comporte comme un gyroscope mécanique. Son équivalent magnétique fut énoncé par Landau, Lifschitz et Gilbert, je reprends ici les notations utilisées par Slonczewski [110][109]. L'équation différentielle LLG nous donne l'évolution temporelle du vecteur aimantation comme :

$$\dot{\mathbf{M}} = -\gamma \mathbf{T} + \alpha \frac{\mathbf{M} \times \dot{\mathbf{M}}}{|\dot{\mathbf{M}}|} \quad (5.1)$$

Elle comporte deux termes, un terme de couple T , et un terme dynamique $\dot{\mathbf{M}}$. Le premier est de nature statique, il provient des variations spatiales de l'énergie potentielle W du moment magnétique. Il est proportionnel au facteur gyromagnétique γ qui relie le moment cinétique de l'électron à son moment magnétique : $m = \gamma J$, $J = \mathcal{L} + S$. Sa valeur permet d'estimer l'importance relative des moments cinétiques orbitaux $\gamma = -\mathcal{L}e\hbar/2m_e$, et de spins $\gamma = -2Se\hbar/2m_e$. Le deuxième terme est de type freinage. Il crée une force perpendiculaire au plan de déplacement du moment magnétique. Il est associé au facteur d'amortissement α . La Figure [5.2] montre cette équation dans le cadre d'un moment M_S isolé dans un champ statique H_A selon z , soit une énergie potentielle $W = -M_S H_A \cos \Theta$, avec Θ l'angle initial entre la direction du moment et le champ appliqué. M_S précesse autour de H_A avec une fréquence ω . Il subit un amortissement exponentiel de constante de temps τ qui tend à aligner M avec H_A :

$$\omega = \frac{\gamma H}{1 + \alpha^2} \quad \tau = \frac{1}{\alpha \omega} = \frac{1 + \alpha^2}{\alpha \gamma H} \quad (5.2)$$

On peut alors approcher un premier temps caractéristique pour le renversement de l'aimantation : $\tau_R = \pi/\omega$ qui occupe une large gamme de valeurs située entre 10^{-12} et 10^{-8} s.

Ce modèle est applicable à des structures magnétiques réelles comme des structures comportant une assemblée de moments fortement couplés par échange et formant un macrospin. Une étude expérimentale de ce système modèle a récemment été réalisée durant la thèse de C. Thirion [126] sur une nanoparticule de Co de $20nm$. Mais ce comportement n'est pas exclusif aux échelles nanométriques, un comportement similaire a également été mesuré expérimentalement aux échelles microniques [103][104][49]. On parle alors de rotation cohérente de l'aimantation. Aux échelles

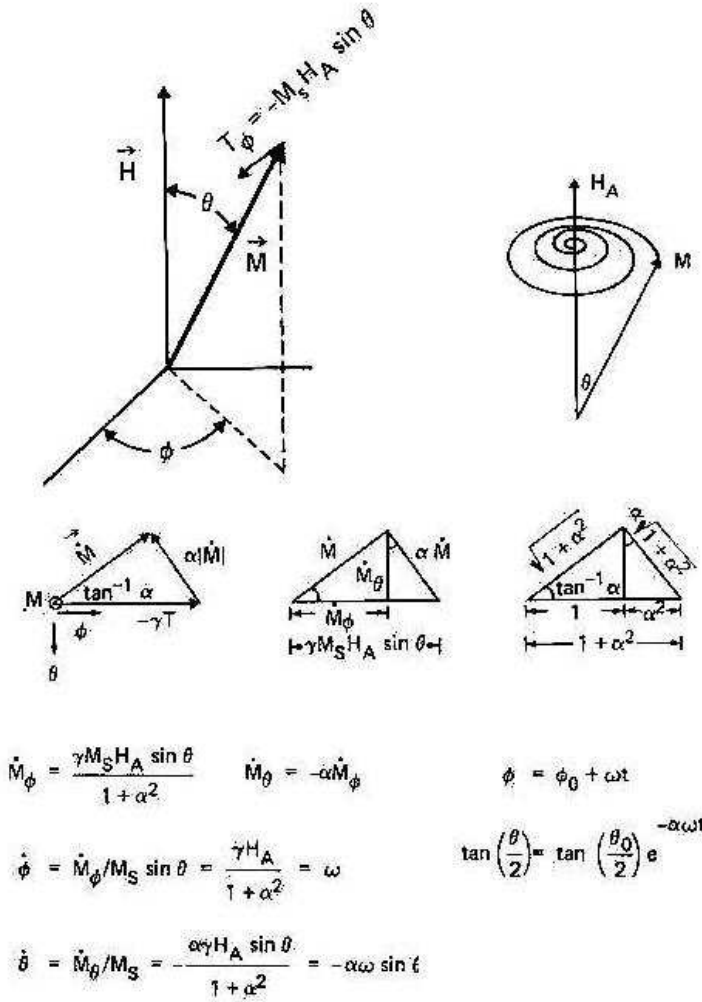
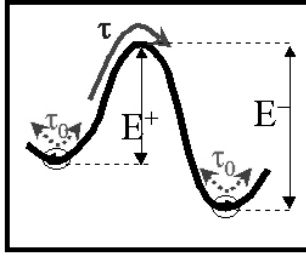


Figure 5.2 – Dynamique d’un moment magnétique isolé, d’après [35]

microniques la notion de macrospin est moins stricte. Le renversement est globalement de type cohérent mais on ne peut définir la valeur α de l’amortissement comme intrinsèque au matériau. L’amortissement est augmenté par la génération d’ondes de spins dans la structure[50]. La correction du facteur d’amortissement α en fonction de la température pour les calculs micromagnétiques est un sujet très actuel de recherche, voir par exemple la référence[45]

5.1.2 Activation thermique, modèle de Néel.

Le modèle précédent ne prenait pas en compte les effets de la température sur le renversement de l’aimantation. Dans un système à deux états et à température nulle, il faut annuler la barrière en énergie séparant les états pour pouvoir passer d’un état à l’autre. Lorsque la température est non nulle il y a création de magnons, des ondes de spins qui sont créées via le couplage avec les phonons. Dans ce cas, le système peut franchir une barrière non nulle, on parle alors d’activation thermique. Une étude en fonction de la température et/ou du temps apporte certains éléments



$\tau_0 =$ Temps de fluctuation $\approx 10^{-10}$ s

$\tau =$ Temps de relaxation $\approx \tau_0 - \infty$

$$\begin{aligned} \tau(H) &= \tau_0 e^{\Delta E(H)/kT} \\ \frac{dM}{dT} &= -\frac{M-M_S}{\tau(H)} \end{aligned} \quad (5.3)$$

Figure 5.3 – Modèle du renversement thermiquement activés à 2 états. τ_0 est le temps moyen de franchissement de la barrière. On peut alors décrire l'évolution dynamique de l'aimantation comme une équation différentielle du premier ordre dépendante de la constante de temps $\tau(H)$

de compréhension. Le champ coercitif augmente lorsque la température ou le temps de renversement diminue. Les expériences de relaxation magnétique sous champ constant montrent une loi de variation temporelle généralement de type exponentielle. Sur la base de ces observations, Louis Néel proposa alors le concept d'activation thermique du renversement de l'aimantation, Figure [5.3]. Toute ou partie de l'énergie nécessaire au franchissement de la barrière entre les deux états d'aimantation est fournie par l'énergie thermique. Néel décrit alors la probabilité de renversement par une loi exponentielle à une constante de temps : $P(t) = 1 - e^{-t/\tau(H)}$. La constante de temps du système suit une loi statistique de Arrhenius-Boltzmann : $\tau(H) = \tau_0 e^{\Delta E(H)/kT}$. Ce concept simple est très largement utilisé dans les différents modèles de renversement. Nous verrons cependant par la suite que son application directe nécessite un cadre expérimental très strict.

5.2 Dynamique de la nucléation

La nucléation est la création du premier domaine inverse. Le concept de nucléation fut introduit par Brown Jr. [57] et Frei [39]. Le but était de déterminer les modes de renversement de petits objets magnétiques. Ces concepts se sont appuyés sur la théorie micromagnétique et ont permis de déboucher sur des solutions analytiques dans le cadre d'un objet simple. Ces travaux ont abouti à la découverte des modes de renversement cohérent ou Stoner Wolfarth [57][39][119], d'enroulement (curling) [57][39][1] ainsi que les modes de déformation (buckling) [39], et de renversement en éventail [55].

Ces lois ont été expérimentalement vérifiées dans le cadre de particules submicroniques [138], mais elles ne s'appliquent jamais dans le cadre général de systèmes macroscopiques. C'est là le paradoxe de Brown : il est usuellement impossible de relier le champ coercitif selon l'axe facile à l'anisotropie d'une même couche dans le cadre d'un matériau idéal. Les champs de retournement sont systématiquement plus petits. Il existe toujours des défauts structuraux qui créent des zones à anisotropie réduite où la *nucléation* prend place.

La description du processus de nucléation peut se faire en deux étapes. Premièrement il faut pouvoir décrire les états d'énergie initiaux et finaux mais surtout la nature de la barrière qui les sépare. Cette barrière est dépendante du processus micromagnétique associé à la nucléation. Dans un deuxième temps, il faut pouvoir déterminer la fonction de probabilité associée à l'activation thermique du renversement.

5.2.1 Barrière d'énergie

Afin d'approcher théoriquement la barrière d'énergie pour la nucléation d'une couche mince idéale, il faut d'abord déterminer le processus micromagnétique de nucléation ainsi que ses énergies associées. Il peut être envisagé sous différents axes :

Nucléation minimale : création d'une paire de parois de Bloch.

Pour nucléer il faudra, quelque soit le champ externe appliqué, toujours franchir une barrière d'énergie équivalente à la création d'une paire de parois de Bloch. La formulation de cet événement a été faite par Broz *et al.* dans le cadre de la théorie micromagnétique à température nulle [15]. Les auteurs concluent que le champ de nucléation est $h_N \geq 4\pi M_S$. Une fois créée la paire de parois n'est pas un objet stable : soit le champ est suffisant et la paire tend à s'éloigner, soit elle s'annihile.

Conditions de stabilité en fonction du diamètre du nucléus.

La taille minimale d'un domaine magnétique est souvent largement supérieure à deux largeurs de parois. Son calcul dépend des différentes énergies (échange, Zeeman, anisotropie...) dans la dérivation micromagnétique. A titre d'exemple, les calculs magnétostatiques de Thiele [124] sur un film à aimantation perpendiculaire ont montrés qu'un domaine magnétique ne pouvait exister que si son diamètre était important par rapport à l'épaisseur de paroi, $d \approx 50\delta_W$. La condition de création d'une paire de parois de Bloch n'est donc pas suffisante. La barrière d'énergie séparant les deux états est dans ce cas majoritairement reliée aux interactions dipolaires. On peut alors se poser la question du mode de création des nucléi. Est-ce un processus continu : création de la paire de parois puis propagation de ces dernières jusqu'à l'état stable ? Ou est-ce un processus de renversement cohérent du volume correspondant à la taille finale du nucléus ? Dans le premier cas, la barrière d'énergie sera décrite par l'Hamiltonien micromagnétique. Si le facteur prépondérant de cet hamiltonien est l'énergie dipolaire, on peut assumer que la variation de la hauteur de barrière sera alors proportionnelle au champ appliqué. Dans le deuxième cas, on peut supposer que la barrière d'énergie sera de type Stoner-Wolfarth. On considère alors la création du premier domaine comme la rotation cohérente du macrospin associé au nucléus.

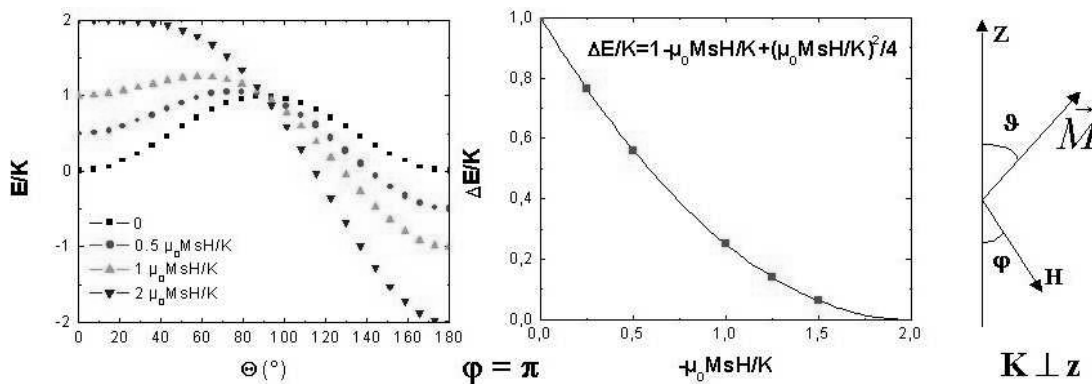


Figure 5.4 – Evolution de la forme et de la hauteur de barrière en fonction du champ appliqué pour le modèle de renversement cohérent de Stoner et Wolfarth.

Ce macrospin est soumis à une anisotropie unidirectionnelle K_z ainsi qu'un champ extérieur appliqué H . Le modèle décrit l'évolution de l'angle Θ du vecteur d'aimantation par rapport à \vec{z} en

fonction du module et de l'angle φ du champ externe appliqué. L'énergie d'un nucléus de volume V en fonction de l'angle s'écrit facilement :

$$E_{SW} = -\mu_0 V M_s H \cos([\pi - \varphi] - \Theta) + KV \sin^2 \Theta \quad (5.4)$$

Le premier terme correspond à l'énergie Zeeman, le deuxième terme à l'énergie d'anisotropie. On peut également dériver la hauteur de la barrière associée, pour $\varphi = 0$:

$$\Delta E = KV \left[1 - \frac{\mu_0 M_s H}{K} + \left(\frac{\mu_0 M_s H}{K} \right)^2 / 4 \right] \quad (5.5)$$

La barrière d'énergie est donc directement proportionnelle au volume et à l'anisotropie du nucléus. Elle s'annule pour $H = 2K/(\mu_0 M_s)$ et suit une loi de variation quadratique en champ externe. Associée à l'énergie d'anisotropie, on peut également prendre en compte l'énergie de création de la paroi autour du nucléus : $E_P = \pi dt \sigma_W$, avec d le diamètre du nucléus et t l'épaisseur de la couche.

Dans cette approche de nucléation par rotation cohérente, on peut remarquer que dans le cadre d'un renversement thermiquement activé, c'est à dire avec le franchissement d'une barrière d'énergie non-nulle les petits volumes seront privilégiés. En effet, lorsque le champ appliqué est inférieur au champ d'annulation de la barrière, cette dernière est proportionnelle au volume.

renversement sur un défaut.

Le défaut le plus simple a été étudié par Aharoni [2]. Il décrit l'aimantation d'une chaîne unidimensionnelle de spins Ising soumise à une anisotropie unidirectionnelle. Le défaut est modélisé par une zone de largeur d où l'anisotropie est nulle. Ce défaut joue un rôle dans les deux processus de nucléation et propagation. Par exemple, pour un défaut $d = \delta_{DW}/4$, avec $\delta_{DW} = 4\sqrt{A/K}$ la largeur de paroi, le champ de nucléation est abaissée d'un facteur 1/2. Le champ de propagation tend vers $H_{SAT}/4$ lorsque la taille du défaut dépasse δ_{DW} . Le calcul analytique des champs coercitifs associés à une réduction locale d'anisotropie requiert la résolution d'équations différentielles non-linéaires complexes. Leurs résolutions demandent des configurations géométriques "amicales". Ce modèle a été néanmoins étendu à des configurations géométriques plus proches de la réalité comme une variation gaussienne de l'anisotropie autour du défaut [65] et également à plusieurs dimensions [3].

5.2.2 Activation thermique de la nucléation

Dans une deuxième étape, il faut déterminer les modes d'excitation thermique¹. Le franchissement de la barrière suit une loi statistique :

Modèle de Néel-Brown

C'est le modèle le plus simple. Il propose que la loi de probabilité de renversement en fonction du temps est de type :

$$P(t) = 1 - e^{-t/\tau} \quad (5.6)$$

¹Ces considérations générales sur l'activation thermique peuvent parfaitement s'appliquer dans le cadre du dépiégeage d'une paroi de domaines

La constante de temps unique du système τ est dépendante de la hauteur de barrière. Ce modèle a été démontré mathématiquement dans le cadre du renversement d'un objet à un seul degré de liberté avec une hauteur de barrière grande devant kT . Il utilise la dérivation de l'équation statistique de Fokker-Planck.

Variation sur le modèle de Néel-Brown

La prédiction initiale de Néel-Brown est difficile à observer expérimentalement. Les expérimentateurs ont souvent eu recours à l'utilisation d'un facteur β phénoménologique pour décrire leurs observations [138]. La loi de probabilité s'écrit comme une exponentielle étirée :

$$P(t) = 1 - e^{-(t/\tau)^\beta} \quad (5.7)$$

Ce facteur rend en partie compte d'une distribution de barrières d'énergie à franchir pour le renversement.

Modèle de Tomita-Miyashita

Tomita et Miyashita dérivent l'équation statistique de Fokker-Planck dans le cadre d'un système à un degré de liberté et d'une barrière de faible hauteur ou nulle comparée à kT [129]. Un cadre d'application simple de leur modèle permet de donner la loi de probabilité suivante (t est un temps réduit) :

$$P(t) = 1 - \frac{2}{\sqrt{2\pi s(t)}} e^{-1/[2s(t)]}, \quad s(t) = (e^t - 1) \quad (5.8)$$

Le principal écart avec le modèle de Néel-Brown vient du fait que la fonction s'annule à $t = 0$. Cela traduit la nécessité d'un temps d'attente avant la nucléation. A partir de $t \simeq \tau/2$, les deux lois sont similaires.

Simulations numériques

L'ensemble des modèles précédents utilisent les lois statistiques sur des objets simples. La description de la nucléation dans une couche mince ne peut se faire sur la base d'un objet simple, avec une simple barrière et un unique degré de liberté. Une solution est d'utiliser les techniques de simulation Monte-Carlo pour déterminer les lois de probabilité de nucléation. L'idée générale est de modéliser le système magnétique par ses spins individuels, de type Ising dans le cas le plus simple. On tire au hasard un spin de la matrice. On calcule son énergie selon la théorie micro-magnétique pour son état puis pour l'état opposé. On peut alors quantifier la barrière (ou le gain) d'énergie associée à son renversement. On peut donc lui associer une probabilité de renversement de type $P(x) = e^{-\Delta E/kT}$. Le tirage d'un nombre aléatoire valide ou non le renversement.

Tomita et Miyashita présentent également dans leur article [129] une étude de ce type. Ils montrent que lorsque le retournement de leur réseau de spins est cohérent, une loi d'Arrhenius s'applique si la barrière est grande, une loi dite de Tomita si la barrière est faible. Mais lorsque la barrière est annulée, la fonction de distribution devient alors une gaussienne centrée sur le temps moyen de renversement. Un résultat similaire a été démontré sur la probabilité de nucléation d'une chaîne de spins Heisenberg [44].

5.3 Dynamique d'une paroi de domaine

L'existence d'une paroi permet de réduire l'énergie d'échange à la frontière entre deux domaines. Sa largeur ne peut cependant s'étendre à l'infini car l'énergie d'anisotropie tend à ramener rapi-

dement l'aimantation selon l'axe facile. Il existe principalement deux types de paroi, la paroi de Bloch et la paroi de Néel. Classiquement, la rotation des moments magnétiques se fait dans le plan de la paroi. Cette paroi de Bloch existe dans la majorité des matériaux massifs à anisotropie unidirectionnelle. Dans les couches ultra-minces, l'aimantation est dans le plan. Si la frontière entre deux domaines était une paroi de Bloch, l'aimantation en son centre pointerait perpendiculairement à la couche. Cette configuration micromagnétique n'est pas avantageuse car l'énergie magnétostatique générée est importante. Néel suggéra alors que dans ce cas les moments magnétiques tournent perpendiculairement au plan de la paroi, c'est à dire dans le plan de la couche.

En première approche, la propagation d'une paroi magnétique dans un matériau idéal suit une dynamique linéaire. La paroi se déplace de façon isotrope sous l'action de la pression magnétostatique due à l'application d'un champ externe. Sa vitesse est proportionnelle à la pression qui est elle-même proportionnelle au champ extérieur. Nous verrons que les grandes vitesses de parois sont affectées par la dynamique précessionnelle de l'aimantation. La précession limite la vitesse maximum d'une paroi. Dans les grenats magnétiques où les vitesses sont importantes, la saturation apparaît autour de $100m.s^{-1}$. Cependant, les basses vitesses ne respectent pas forcément cette loi de dépendance non plus ! La mesure d'un cycle d'aimantation sur un matériau banal tel un clou par exemple, montre des sauts brusques de l'aimantation lors de la transition irréversible. Ces sauts sont appelés sauts de Barkhausen. Ils correspondent au piégeage des parois de domaines sur des défauts structuraux de l'échantillon. La dynamique de paroi sera alors conditionnée par les processus de dépiégeage qui sont thermiquement activés. La vitesse de paroi dans ce cas sera plutôt de type exponentielle en champ.

5.3.1 Dynamique d'une paroi de Bloch libre.

La première modélisation d'une paroi a été réalisée par Bloch en 1932 [10]. Cette première application des concepts micromagnétique lui a permis de calculer avec précision l'évolution angulaire des moments le long de la transition entre deux domaines ainsi que les énergies d'échange et d'anisotropie. On peut donc calculer précisément l'énergie et la taille d'une paroi en connaissant simplement la constante d'échange et d'anisotropie, voir Figure [5.5].

La description de la dynamique de paroi nécessite de trouver un moyen simple d'inclure l'équation LLG dans l'équation de la paroi de Bloch. Slonczewski a montré qu'il est possible de décrire une petite portion de paroi comme un moment situé en $q = y_0$, d'amplitude $\delta_W M_S$ et de coordonnée azimutale $\psi = \phi$ (l'angle de précession)[76]. Il montre aussi que l'on peut dériver de LLG les équations qui contrôlent ces variables tel que :

$$\dot{\psi} = -\frac{\gamma}{2M_s} \frac{\partial \sigma}{\partial q} - \frac{\alpha \pi}{\delta_W} \dot{q} \quad (5.10)$$

$$\dot{q} = \frac{\gamma}{2M_s} \frac{\partial \sigma}{\partial \psi} + \frac{\alpha \delta_W}{\pi} \dot{\psi} \quad (5.11)$$

Ce sont les variations spatiales de la densité d'énergie d'ordre statique σ qui sont les initiateurs du mouvement. Elles agissent comme un couple sur l'angle azimutal, $\partial \sigma / \partial \psi$, et comme une pression sur la paroi, $\partial \sigma / \partial q$. Ces effets sont pondérés par les réponses dynamiques du système \dot{q} et $\dot{\psi}$. Dans le cadre d'une couche d'épaisseur finie, l'énergie statique de la paroi s'écrit [5] :

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{2A\delta_W^0}{\pi} \left(\frac{\partial \psi}{\partial z} \right)^2 + 4\delta_W^0 M_S^2 \sin^2 \psi - \delta_W^0 M_S H_y \sin \psi - 2M_s H_A q \quad (5.12)$$

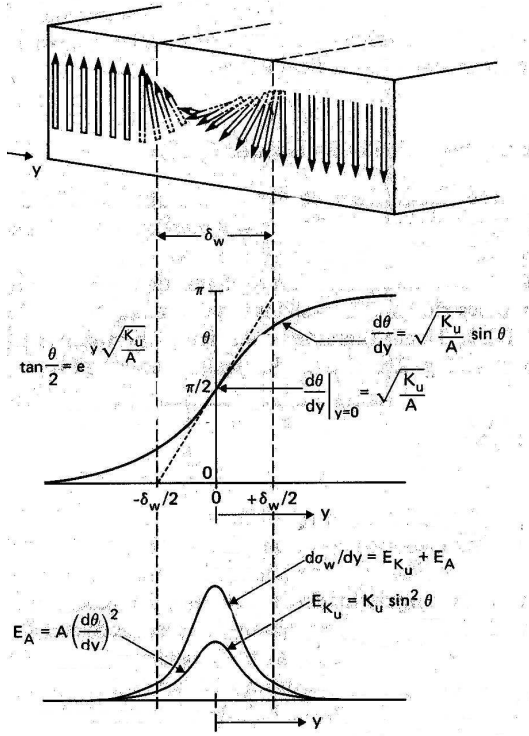


Figure 5.5 – Paroi de Bloch d'après[76]
 Dans le cadre d'une paroi de Bloch, l'énergie d'échange s'écrit $E_A = A(\frac{\partial \Theta}{\partial y})^2$, l'énergie d'anisotropie s'écrit $E_K = K \sin^2 \Theta$. On pose l'équilibre en tout point de la paroi par $\frac{\partial E_K}{\partial \Theta} = \frac{\partial E_A}{\partial \Theta}$. On peut alors résoudre $2K \sin \Theta \cos \Theta = 2A \partial^2 \Theta / \partial y^2$. La solution pour une paroi centrée en y_0 est :

$$\tan(\Theta/2) = e^{(y-y_0)\sqrt{K/A}} \quad (5.9)$$

On peut alors définir la largeur de paroi par $\delta_w = \pi \sqrt{A/K}$, ainsi que l'énergie surfacique de paroi $\sigma = 4\sqrt{AK}$.

Le premier terme est l'énergie naturelle de paroi $\sigma_0 = 4\sqrt{A.K}$, le deuxième terme représente l'énergie d'échange due aux variations de l'angle ψ le long de l'axe perpendiculaire à la surface z . Cette variation est due à la divergence de l'aimantation près de la surface. Elle donne naissance à un champ rayonné $H_y(z) = -4M_S[\ln(h+2z) - \ln(h-2z)]$, pour un film d'épaisseur h centré en $z = 0$. Le troisième terme est l'énergie d'anisotropie des variations ψ , enfin l'avant dernier terme est l'énergie d'interaction entre les charges de surface et les moments de la paroi. Le dernier terme est la pression Zeeman sur la paroi.

La configuration magnétique de la paroi en fonction de sa vitesse est donnée par la Figure [5.6]. Lorsque la paroi est fixe, Fig.(a), l'effet des charges de surface s'annule au centre de la paroi, $H_y(0) = 0$, $\psi = 0$. Près des surfaces, le champ H_y est assez fort pour forcer $\psi(\pm z) = \pi/2$. Il y a fermeture du flux magnétique et $\langle \psi \rangle = \bar{\psi} = 0$. Lorsque la paroi se déplace sous l'action d'un champ externe, le moment moyen $2M_S \bar{\psi} / \gamma$ augmente avec une configuration d'aimantation donnée en Fig.(b). La vitesse de paroi est caractérisée par sa mobilité : $V_W = \mu_W H_A$, avec $\mu_W = \delta_W \gamma / \pi \alpha$. Lorsque $\dot{q} = V_P = \frac{24\gamma A}{h\sqrt{K}}$ la configuration d'aimantation ψ est décrite par Fig.(c).

Il y a alors création d'une ligne de Bloch horizontale pour $H_A = H_0 = \frac{24\alpha\sqrt{A}}{h}$. Une ligne de Bloch est la frontière entre deux parois de chiralité opposée. De même manière, un point de Bloch est la frontière entre deux lignes de Bloch. La vitesse de la paroi va alors diminuer rapidement vers une valeur de saturation $V_0 = \frac{7.1\gamma A}{h\sqrt{K}}$. La raison de cette saturation est que le terme dissipatif n'est plus suffisant pour contrebalancer le terme moteur Zeeman. L'aimantation se met alors à tourner de plus en plus vite dans le plan du champ effectif, mais la vitesse de paroi n'évolue plus. La courbe théorique des variations de la vitesse de paroi est donnée dans la Figure [5.7].

La cause première de la saturation de la vitesse de paroi est la création d'une ligne de Bloch horizontale. Mais une paroi peut également contenir des lignes de Bloch verticales. Le calcul a

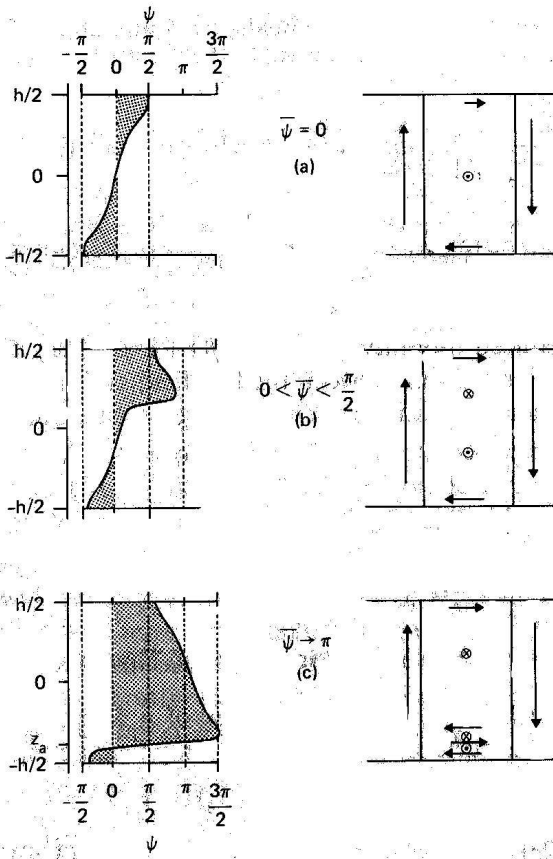


Figure 5.6 – Variation locale de la direction de précession ψ au centre de la paroi. La vitesse de paroi augmente de a) vers c). La partie droite de la figure représente les directions d'aimantation dans et aux abords de la paroi d'après [5].

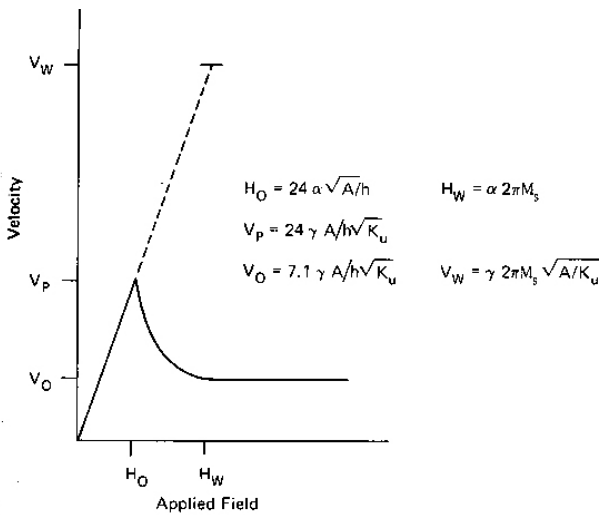


Figure 5.7 – Vitesse de paroi théorique dans un film de hauteur finie en fonction du champ appliqué, définitions des champs et vitesses particulières.

également été donné par Slonczewski [111] et peut être retrouvé dans [35][76]. Une ligne de Bloch verticale se déplace perpendiculairement au front de propagation de la paroi. Ce déplacement sera une source de traînage supplémentaire pour la paroi. La mobilité est alors réduite d'un facteur $(1 + \pi \delta_{BL}/2\alpha^2 a)^{-1}$ avec a la distance entre deux lignes et δ_{BL} la largeur d'une ligne de Bloch. Ce facteur tend vers $\alpha^2/(1 + \alpha^2)$ pour une paroi fortement saturée en lignes de Bloch. Lorsque on

amène la paroi à sa vitesse de saturation on augmente son énergie de précession. Nous montrerons au chapitre suivant sur les grenats magnétiques que cette énergie accumulée relaxe par la création de lignes de Bloch verticales, voir Figure[6.18].

5.3.2 Propagation d'une paroi piégée.

J'ai montré au chapitre précédent que la vitesse de paroi dans un média magnétique idéal variait linéairement avec un champ appliqué faible puis elle saturait aux champs forts. Cependant les couches ultraminces (quelques nm) réalisées par évaporation ne sont pas des "médiats" magnétiques homogènes. Ils sont caractérisés par une grande densité de défauts où l'anisotropie effective est plus basse que dans le matériau idéal. Classiquement, ces défauts prennent place principalement aux joints de grains.

La description réaliste d'un défaut reste difficile. Je présente une première vision simple de l'interaction entre une paroi de domaine rigide et un défaut. Puis je présente le processus de dépiégeage pour une paroi élastique dans un réseau de défauts. Ce passage à deux dimensions illustre parfaitement la complexité sous-jacente du processus de dépiégeage.

Dépiégeage d'une paroi rigide Dans ce modèle très simple, on peut considérer la paroi comme un objet ponctuel dans un potentiel aléatoire $V(x)$ similaire à celui présenté en Figure [5.8].

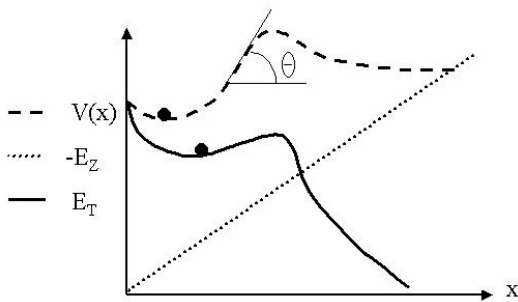


Figure 5.8 – Evolution de l'énergie E_T d'une paroi 1D, le point, en fonction de l'espace x , dans un potentiel effectif $V(x)$ soumis à un champ externe H soit une énergie Zeeman $E_Z = H.x$.

Lorsque l'on applique un champ magnétique extérieur, la paroi est soumise à une pression selon x due au gain en énergie Zeeman. Son énergie est diminuée d'un facteur $\propto Hx$. Dans cette interprétation, la dépendance en champ de la hauteur de barrière dépend de la forme du potentiel. Dans une vision à température nulle, la hauteur de barrière est définie non pas par la hauteur maximum, mais par la plus forte pente (Θ sur la figure) de $V(x)$.

Dépiégeage de paroi à 2 dimensions

Une couche magnétique polycristalline peut être considérée comme une phase idéale associée à un réseau de défauts causé par les joints de grains. Les lieux de piégeage de paroi sont considérés ponctuels, la paroi restant libre entre deux défauts.

La Figure [5.9] illustre la déformation d'une paroi piégée par deux défauts sous l'effet d'un champ magnétique appliqué. On peut associer les énergies suivantes à ce processus (à normaliser par l'épaisseur de la couche) :

$E_{DW} = \sigma(P - a)$ représente l'énergie de paroi due à la déformation par rapport à l'état initial (avec σ l'énergie surfacique de paroi et P le périmètre de la surface développée.).

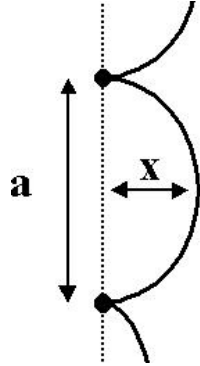


Figure 5.9 – Déformation schématique d'une paroi de domaines piégée sur des défauts structuraux sous l'effet d'un champ appliqué.

$E_Z = AM_S H$ représente le gain Zeeman, avec A l'aire développée.

$E_P = f$ représente l'énergie du piégeage sur chaque site.

La barrière d'énergie à franchir pour pouvoir propager la paroi est $\Delta E = E_{DW} + E_P - E_Z$, soit :

$$\Delta E = \sigma(P - a) + f - M_S A H \quad (5.13)$$

Cet exemple simple montre l'importance de la géométrie de paroi dans le processus de dépiégeage. La force intrinsèque du piégeage n'est plus l'unique paramètre de la coercivité, il faut également prendre en compte la forme de la déformation de paroi. Cela permet de définir le concept de volume d'activation. En effet pour pouvoir décrocher la paroi de ces points d'ancrage, il faut pouvoir créer un volume tel que l'énergie de paroi associée soit plus grande que l'énergie de piégeage. Le volume d'activation est le volume nécessaire pour la propagation de paroi. Une fois décroché, la paroi pourra se propager jusqu'à rencontrer une nouvelle position d'équilibre. Le volume total renversé est le volume de Barkhausen, Figure [5.10].

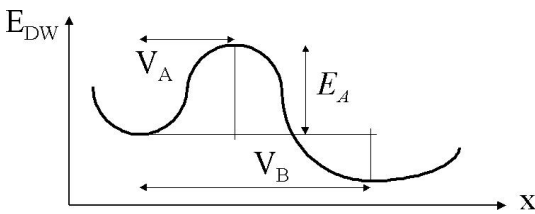


Figure 5.10 – Énergie de paroi en fonction de l'espace. Le volume d'activation V_A est le volume minimal à renverser pour permettre à la paroi de se propager. Le volume de Barkhausen V_B est le volume total renversé après le franchissement de la barrière.

Intensité du piégeage, modèle de Gaunt

Ce problème a été traité par Gaunt dans le cadre du piégeage d'une paroi par un réseau aléatoire d'inhomogénéités dans un matériau massif selon la force du piégeage [43]. Pour un piégeage fort avec une densité de défauts ρ , il détermine le champ coercitif H_c et le volume d'activation V_A tel que :

$$H_c = \frac{3\rho f^2}{4\pi\gamma M_S}, \quad V_A = \frac{2\pi\gamma}{3\rho f} \quad (5.14)$$

Le critère de validité pour un piégeage fort est $3f/2\pi\sigma b \gg 1$. La force du piégeage f doit être nettement supérieure à l'énergie surfacique de paroi σ fois la longueur caractéristique d'interaction

b du site de piégeage. Cette longueur dépend de la taille du défaut mais également de la largeur de paroi. La valeur minimale pour un défaut ponctuel est $\delta_{DW}/4$. Une image intuitive de ce critère donne que l'amplitude de la déformation de paroi sur la distance entre points d'ancrage (x/a) est importante, Figure [5.9]. Gaunt montre alors que l'énergie d'activation est :

$$E = (4/3)bf[1 - \sqrt{H/H_c}]^{3/2} \quad (5.15)$$

La barrière d'énergie est fortement non linéaire en champ ! Il prend également en compte l'activation thermique du saut de paroi et propose la variation de la coercitivité en fonction de la température pour une mesure réalisée en 1seconde :

$$(H_c/H_{c,T=0})^{1/2} = 1 - [75kT/(4bf)]^{3/2} \quad (5.16)$$

Il traite également le cas où le piégeage des parois est faible ce qui signifie que la déformation de paroi est faible. Dans ce cas la paroi contient un grand nombre de défauts. Si les sites sont énergétiquement identiques et distribués de façon homogène, le champ de propagation est nul. En effet l'énergie de paroi ne dépendra a priori pas de la position. Le piégeage ne peut alors avoir lieu que s'il existe des variations statistiques dans la distribution des centres de piégeage. Une paroi de surface A_{DW} contient un nombre de centres de piégeage ponctuel ρA_{DW} avec une fluctuation statistique poissonnienne $\sqrt{\rho A_{DW}}$. Dans ce cadre, Gaunt montre que :

$$H_c = \frac{0.258f^2\rho}{\sigma M_s} \quad (5.17)$$

$$E = 31b^2[1 - H/H_c] \quad (5.18)$$

$$(H_c/H_{c,T=0})^{1/2} = 1 - [75kT/(4bf)]^{3/2} \quad (5.19)$$

On trouve donc que la barrière d'énergie associée varie linéairement en fonction du champ externe. Le volume d'activation associé au saut est $V_A = \frac{55.35\sigma^2 b^2}{f^2\rho}$.

5.3.3 Généralisation

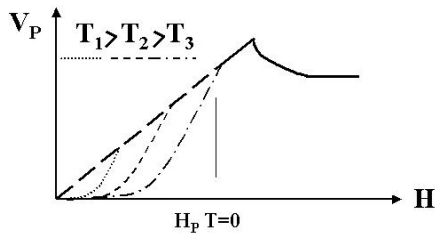


Figure 5.11 – Evolution générale de la vitesse de paroi en fonction du champ appliqué et de la température.

Dans un cadre général, on peut décrire l'évolution de la vitesse d'une paroi en fonction du champ appliqué et de la température comme présenté sur la Figure [5.11]. La vitesse maximum est définie par la pression magnétostatique sur la paroi due à la pression Zeeman et elle est linéaire en champ. A haut champ la vitesse de paroi sature due aux effets de précession. A basse vitesse et à température nulle, la paroi est piégée, elle ne peut se déplacer tant que $H > H_P$. L'activation thermique permet à la paroi de franchir statistiquement cette barrière. Dans les approximations les

plus simples¹, à basse vitesse la vitesse de paroi suit une dépendance exponentielle avec le champ $V \propto e^{\beta H}$. Le coefficient β dépend de la température tel que $\beta = V.M_S/kT$. La paroi passe d'un régime piégé à basse vitesse et basse température à un régime visqueux à haute température et à haut champ.

5.4 Modélisation complète des cycles d'hystérésis.

5.4.1 Modèle d'intégration des constantes de temps

Un modèle d'intégration des constantes de temps a été proposé par Bruno *et al.* [17] aux débuts des années 90 pour rendre compte des effets de traînage magnétique. Dans ce modèle, il considère la couche magnétique comme un ensemble de particules découplées ayant chacune leurs probabilités propres de renversement. Le renversement de l'aimantation correspond soit à un événement de propagation soit à un événement de nucléation auquel est associé un volume V_B . Ce modèle ne différencie pas entre le volume d'activation et le volume de Barkhausen.

La propagation (nucléation) est piégée par les défauts structuraux de la couche avec une hauteur de barrière d'énergie moyenne ΔE . Le modèle considère que l'activation thermique suit une loi classique Arrhenius-Boltzman. Le temps moyen de franchissement dépend de la hauteur de barrière et de la température, $\tau = \tau_0 e^{\Delta E/kT}$. τ_0 est appelé le temps caractéristique d'essai de franchissement. Sa valeur est délicate à déterminer, elle varie entre 10^{-12} et 10^{-10} s. Cette variation n'est pas critique dans les mesures car les temps caractéristiques sont plutôt de l'ordre de la μ s. Dans ce cas c'est la valeur de l'exponentielle qui gouverne majoritairement l'équation.

Lorsque l'on observe expérimentalement l'évolution temporelle de l'aimantation d'un échantillon magnétique soumis à un champ constant, elle suit en général une loi exponentielle. On peut donc écrire l'équation générique de la dynamique par :

$$\frac{dM}{dt} = -\frac{M - M_S}{\tau} \quad (5.20)$$

Lorsque l'on applique un champ avec une vitesse de balayage (dH/dt) constante, la barrière ΔE et donc le temps caractéristique τ va varier au cours du temps. Si l'on s'intéresse à l'évolution dynamique du cycle d'aimantation, les deux variables nécessaires sont H et dH/dt . On peut alors écrire 5.20 comme :

$$\frac{dM}{dH} = \frac{M - M_s}{\frac{dH}{dt} \tau(H)} \quad (5.21)$$

Dans le cas d'une propagation de paroi, on considère que la barrière d'énergie varie linéairement avec le champ. On peut écrire le temps caractéristique en fonction du champ comme :

$$\tau_P(H) = \tau_0 e^{\frac{V_B M_S (H + H_P)}{kT}} \quad (5.22)$$

Avec H_p le champ de piégeage de la paroi. En dessous de cette valeur et à température nulle, la paroi ne peut se propager. L'intégration de 5.21 donne :

$$M(H, dH/dt) = M_S [2 \exp\left(\frac{kT}{V M_S (dH/dt) \tau_{H=0}} [1 - \exp\left(-\frac{V M_S H}{kT}\right)]\right) - 1] \quad (5.23)$$

¹Ces approximations sont une activation thermique de type Néel-Brown et une dépendance linéaire en champ de la barrière d'énergie à franchir pour la propagation

Les conventions de signe utilisées sont pour la description de la branche descendante d'un cycle. On peut poser la condition $M = 0$ et déduire la dépendance du champ coercitif en fonction de dH/dt :

$$H_c = \frac{k_B T}{V_B M_s} \ln[(dH/dt) \ln(2) \tau_{H=0} \frac{V_B M_s}{k_B T} + 1] \quad (5.24)$$

Le modèle de Bruno est valable pour une seule barrière d'énergie. Cette approche permet d'extraire les valeurs moyennes des énergies et volumes d'activation ainsi qu'une bonne approximation des cycles d'aimantation et du phénomène de traînage. Afin de traiter les écarts au modèle des mesures expérimentales proches des champs critiques de propagation et de saturation, Bruno discute également les effets d'une distribution des barrières. Fondamentalement, il conclut sur le fait que l'approche à une barrière est valable. Cependant, l'utilisation d'une fonction de distribution lorentzienne est préférable pour une description fine des cycles d'aimantation.

Raquet *et al* [98] ont étendu cette approche à une dépendance quadratique en champ de la barrière d'énergie. Cette approche peut sembler être plus adaptée à la description de la nucléation dans le cadre où le renversement suivrait une dépendance type Stoner-Wolfarth.

5.4.2 Modèle d'accroissement de surface

Modèle de Fatuzzo-Labrune pour la relaxation de l'aimantation.

E. Fatuzzo, en 1962, a élaboré un modèle qui permet de rendre compte de l'allure des transitions de la polarisation dans les ferroélectriques [36]. Ce modèle a ensuite été adapté au magnétisme par Labrune *et al.* [67] en 1989.

Le modèle de Labrune suppose que l'aimantation dans la couche s'organise en domaines magnétiques dont les parois s'étendent sur toute l'épaisseur de la couche. Le calcul de l'aimantation de la couche se réduit alors à un calcul de surface en expansion. Supposons, par exemple, que toute la couche est saturée dans le sens \uparrow . Lorsque l'on applique un champ externe selon la direction opposée à l'aimantation, l'aimantation de la couche va évoluer vers un nouvel état stable. Le processus de retour à l'équilibre inclut la nucléation de domaines puis la propagation de parois. Ces domaines nouvellement créés vont croître puis coalescer.

Pour connaître l'aimantation de la couche à tout instant, il suffit de connaître la surface des domaines \uparrow et des domaines \downarrow au cours du temps. On peut facilement connaître l'aire des domaines en négligeant la coalescence, mais pour tenir compte de leur recouvrement, il faut faire appel au théorème d'Avrami [7].

Ce modèle suppose que des centres de nucléation apparaissent aléatoirement avec une probabilité R et un rayon initial r_c et que la vitesse de propagation des parois est v . La proportion de surface qui n'a pas encore été retournée (en blanc sur la figure 5.13) à l'instant t est donnée par :

$$B(t) = \exp \left[-2k^2 \left(1 - (Rt + k^{-1}) + \frac{1}{2}(Rt + k^{-1})^2 - \exp(-Rt)(1 - k^{-1}) - \frac{1}{2}k^{-2}(1 - Rt) \right) \right] \quad (5.25)$$

avec $k = v/Rr_c$

La relaxation de l'aimantation dépend donc du « rapport » entre nucléation et propagation :

– Dans le cas où la nucléation est dominante ($k \ll 1$), on peut simplifier l'équation 5.25 en :

$$B(t) \simeq \exp(-Rt)$$

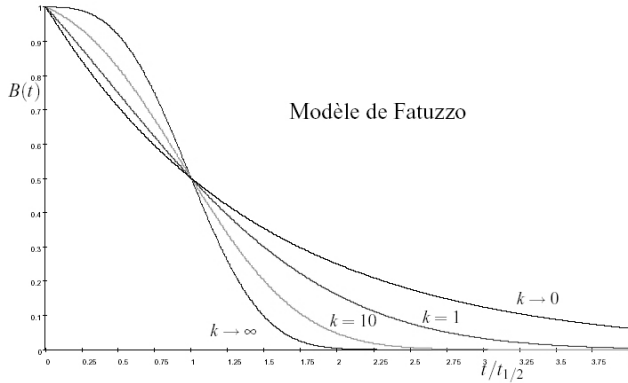


Figure 5.12 – Relaxation théorique d’après le modèle de Fatuzzo pour différents paramètres k . La surface non retournée B est ici tracée en fonction d’un temps réduit $t' = t/t_{1/2}$ de telle sorte qu’à $t' = 1$, la moitié de la surface totale a été retournée (aimantation macroscopique nulle).

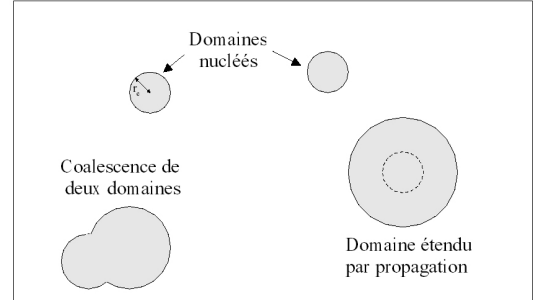


Figure 5.13 – Le retournement de l’aimantation vu comme un accroissement de surface

– Si la propagation de paroi domine ($k \gg 1$), on peut réécrire l’équation 5.25 en :

$$B(t) \simeq \exp(-k^2 R^3 t^3 / 3)$$

L’allure de la relaxation de l’aimantation en champ constant peut donc nous renseigner sur le processus qui domine le retournement de l’aimantation. Une limite fondamentale du modèle précédent est qu’il ne traite que de relaxation, l’excitation magnétique reste constante dans le temps. Le modèle de Bruno permet de décrire une évolution dynamique mais se limite à la propagation de paroi. Raquet *et al* [97] ont repris les idées de Labrunne et Bruno pour réaliser un modèle phénoménologique très général pour l’évolution dynamique des cycles d’aimantations $M(H, dH/dt)$.

5.5 Temps caractéristiques du magnétisme.

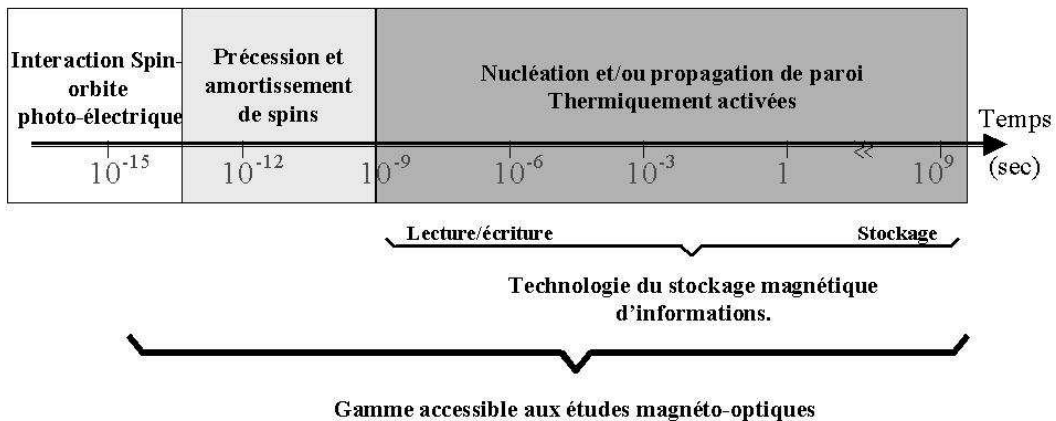


Figure 5.14 – Echelle des temps caractéristiques du magnétisme.

La Figure [5.14] résume les principaux temps caractéristiques des phénomènes magnétiques. Elle commence par les temps d'interaction spin-orbite. Nous avons vu au chapitre précédent que les interactions d'échange à l'origine du magnétisme nécessitent l'exploration des différentes orbites électroniques. Ce temps représente la valeur seuil pour l'existence de l'échange donc du magnétisme. Cette interaction se situe aux alentours de la femtoseconde. L'échelle de temps suivante est celle qui correspond à la précession de spins, couplée au temps d'amortissement qui correspond au transfert de l'énergie stockée dans la précession vers le réseau cristallin. La précession dépend fortement du rapport gyromagnétique du matériau ainsi que de son facteur d'amortissement. Les temps associés se situent entre la pico et la nanoseconde, voir la centaine de nanosecondes pour la relaxation spin-réseau. La gamme temporelle suivante est la plus importante, elle court de la nanoseconde aux millénaires... Elle est décrite par les processus thermiquement activés.

Troisième partie

Dynamique de renversement d'un film simple.

Chapitre 6

Dynamique d'un film à aimantation libre

Les Grenats sont des échantillons particulièrement intéressants pour une étude des propriétés dynamiques magnétiques fondamentales. Ce système a été largement étudié durant les années 70-80 car il était utilisé pour la fabrication de certaines mémoires à bulles magnétiques [35]. Les techniques d'élaboration particulièrement abouties permettent la création d'échantillons avec une très faible densité de défauts. Un deuxième avantage est un fort couplage magnéto-optique, tellement important qu'il permet de mesurer les propriétés dynamiques en temps réel. Le but premier de cette étude était le test des dispositifs expérimentaux sur un système connu. Nous avons pu reproduire un certains nombres de mesures classiques : comparaison entre la structure en domaines (grâce à la microscopie) et le cycle statique, ainsi que des mesures de vitesse de parois. L'instrumentation développée au laboratoire au cours de cette thèse a en outre permis de nouvelles mesures, telle que la microscopie et la magnétométrie dynamique en temps réel. Ces techniques ont permis la mise en évidence de la complexité du phénomène de nucléation ainsi que le désordre engendré par la précession dans une paroi de domaines. Je présente dans un premier temps les caractérisations statiques de l'échantillon, ainsi que la surprenante évolution dynamique de son cycle d'aimantation. Je présente ensuite une étude séparée de la dynamique des processus de renversement : la nucléation et la propagation de parois. Ces études permettent de conclure sur l'évolution dynamique des cycles. Un dernier chapitre, plus exotique, est consacré à la présentation des transitions de phases d'un réseau bi-dimensionnel de bulles magnétiques.

6.1 Caractérisation magnétique et cycle d'aimantation dynamique.

6.1.1 Structure cristallographique et aimantation.

Le terme grenat définit une large classe de composés basés sur la maille $RE_3^{3+}[Fe_2^{3+}](Fe_3^{3+})O_{12}$ ou RE désigne une terre rare magnétique. La maille du réseau est constituée de trois types de sites (deux de fer et un de terre rare) dans une matrice d'oxygène, Figure [6.1]. Il existe trois sous-réseaux magnétiques associés aux différents sites. Ces trois sous-réseaux sont couplés antiferromagnétiquement par superéchange via les atomes d'oxygène. Le cristal est ferrimagnétique mais il peut être traité comme un matériau ferromagnétique idéal à une température fixe. Le jeu des substitutions permet l'ingénierie des propriétés magnétiques des grenats. On peut ajuster avec pré-

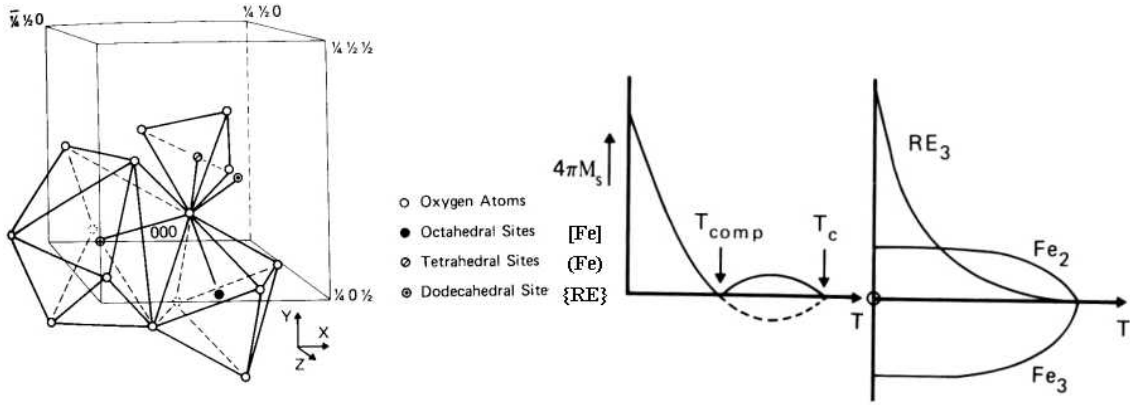


Figure 6.1 – Structure cristallographique et magnétique de $RE_3^{3+}[Fe_2^{3+}](Fe_3^{3+})O_{12}$ d'après [35]. Il existe trois sous-réseaux magnétiques associés aux trois différents sites cristallographiques. Ces réseaux sont couplés antiferromagnétiquement via la matrice d'oxygène. Les deux figures de droite présentent la dépendance en température de chacun des sous réseaux ainsi que l'aimantation totale résultante.

cision l'échange, l'anisotropie ainsi que l'aimantation. L'élaboration en epitaxie en phase liquide sur monocristal de YAG (Yttrium Aluminium Garnet) confère une excellente qualité cristallographique aux échantillons.

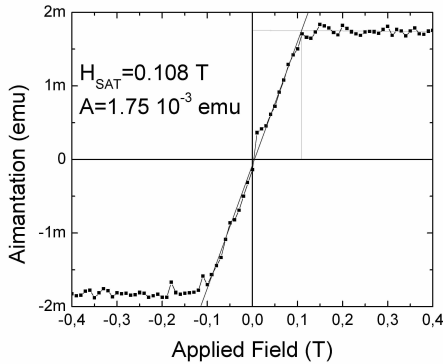


Figure 6.2 – Cycle d'aimantation selon l'axe difficile du Grenat par VSM

Le volume de l'échantillon est de $105.10^{-6} cm^3$. L'aimantation à saturation est $16,51 emu.cm^{-3} = 16510 A.m^{-1} = 207 Oe$. L'énergie du système (en C.G.S.) pour un champ H appliquée dans le plan s'écrit $E = -M_S H \sin(\Theta) + (K - 2\pi M_S^2) \sin^2(\Theta)$, où $2\pi M_S^2$ est le terme de champ démagnétisant et θ l'angle entre l'aimantation et la normale à la surface. On peut montrer que $K = \frac{M_S}{2}(H_{SAT} + 4\pi M_S)$, soit $K = 10628 erg/cm^3$. La constante d'échange $A = 3.26 \cdot 10^{-7} erg.cm^{-1}$ du matériau a été déterminée via la courbe générique $W_s/h = f(l/h)$ ([35], p38), où W_s est la largeur d'une bande, h , l'épaisseur de la couche, et $l = \sigma/4\pi i M_S^2$ la longueur caractéristique qui dépend de l'énergie de paroi $\sigma = 4\sqrt{AK}$ et du champ démagnétisant.

L'échantillon mesuré ici est un grenat complexe $(YTmGdBi)_3(FeGa)_5O_{12}$ à aimantation perpendiculaire à la surface. La Figure 6.2 présente le cycle d'aimantation dans le plan de l'échantillon, selon l'axe difficile. Il permet la mesure de l'aimantation absolue et de l'anisotropie du film.

6.1.2 Cycle d'aimantation statique

6.1.2.1 Energie d'une bulle, d'une bande, configurations en domaines.

La théorie micromagnétique a été appliquée avec succès sur les grenats pour définir leurs propriétés statiques. Pour déterminer l'évolution du cycle d'aimantation statique nous devons connaître l'énergie associée aux différentes structures en domaines possibles en fonction du champ appliqué. L'expérience, Figure [6.4], montre qu'il existe deux types de domaines : les bulles et les bandes. Il est évident que près du champ de saturation, il ne peut exister que des bulles. A aimantation macroscopique nulle, on peut supposer l'existence soit d'un réseau de bandes, soit d'un réseau de bulles. Il y a trois problèmes à résoudre : le premier est de déterminer le champ de création et d'annihilation d'une bulle. Le deuxième est de connaître l'évolution de cet objet après sa nucléation. Enfin il faut comparer les énergies d'interaction dipolaires entre un réseau de bulles et un réseau de bandes pour déterminer lequel sera énergétiquement favorable.

La première partie de ce problème a été traitée par Thiele [124][125], à la fin des années soixante. Il a dérivé les configurations d'équilibre d'une bulle isolée à partir de la théorie micromagnétique.

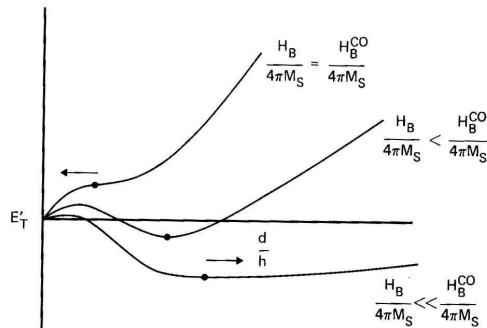


Figure 6.3 – Energie d'une bulle isolée en fonction de son diamètre (en unité réduite par l'épaisseur de la couche) et du champ externe appliqué H_B d'après [124][125].

L'énergie totale d'une bulle circulaire isolée est donnée par $E_T = E_W + E_M + E_H$, respectivement l'énergie de paroi, magnétostatique et Zeeman. Si on considère comme paramètre d'équilibre de la bulle son diamètre, les énergies magnétostatique et Zeeman varient avec le carré du diamètre, alors que l'énergie de paroi varie avec le diamètre seulement. Pour les faibles diamètres, l'énergie de paroi est toujours prépondérante. La Figure [6.3] présente les courbes de l'énergie en fonction du diamètre pour 3 champs différents, sur la base d'une bulle existante. La première est le cas de la disparition de la bulle lorsque le champ appliqué H_B devient supérieur au champ d'annihilation H_B^{CO} . On remarque que la bulle se trouve dans un état métastable avant d'arriver à H_B^{CO} . Lorsque l'on baisse légèrement le champ appliqué, la bulle devient l'état stable du système. Enfin lorsque $H_B \ll H_B^{CO}$ le diamètre de la bulle diverge et elle se transforme en bande. Cette bande est de largeur inférieure au diamètre de la bulle.

Le calcul des énergies d'interaction d'un réseau de bandes ou de bulles a été mené peu de temps après par Cape et Lehman [19] qui reprennent également les calculs de Thiele. Ils trouvèrent que ces énergies sont extrêmement similaires. Cependant, le réseau de bulles est favorisé à champ externe fort, le réseau de bandes est privilégié près de la rémanence.

6.1.2.2 Cycle facile d'aimantation

A champ nul, le système possède une rémanence nulle. Il existe un équilibre entre les énergies d'échange, d'anisotropie et magnétostatique. Le système tend à se subdiviser en N domaines afin

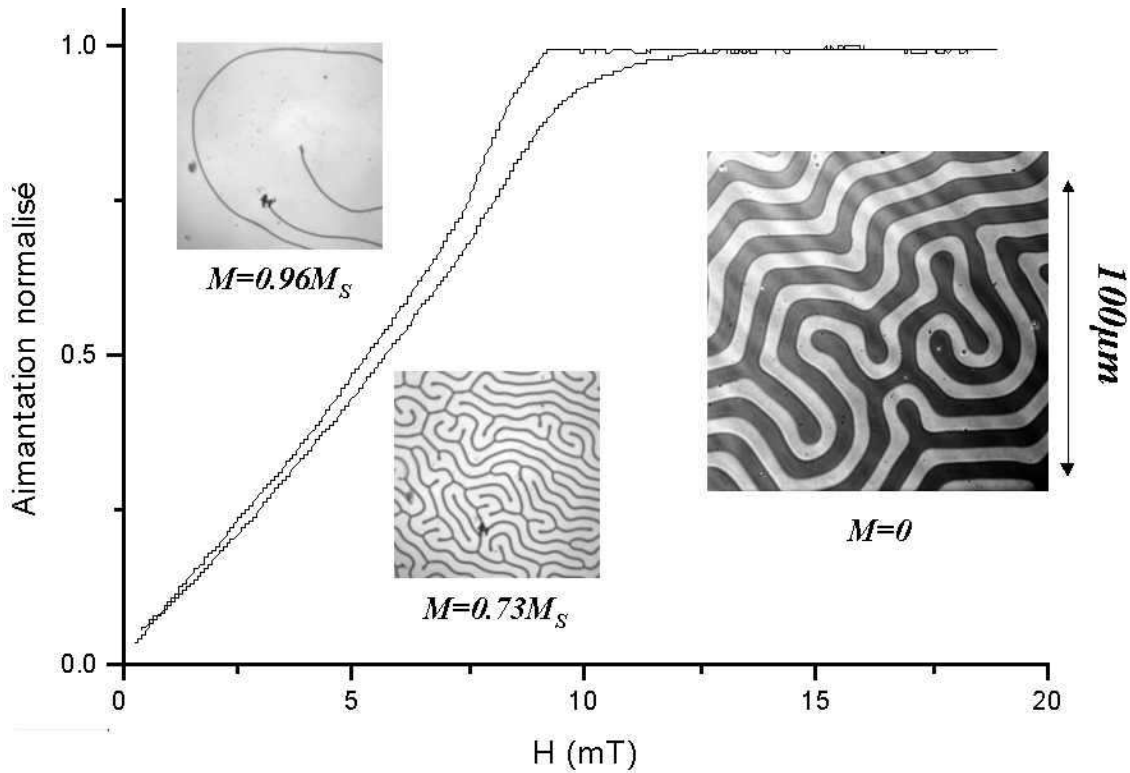


Figure 6.4 – Comparaison entre le cycle d'aimantation selon l'axe facile et la structure en domaines observée en microscopie Kerr.

de diminuer son énergie magnétostatique d'un facteur $1/N$ [60]. L'échange et l'anisotropie définissent une largeur ainsi qu'une énergie de paroi facilement calculable dans le cadre de la théorie micromagnétique, voir Figure [5.5]. La largeur moyenne des domaines dans notre grenat est de $6.4 \mu m$, elle est corrélée à l'épaisseur de la couche magnétique, ici $7 \mu m$.

En commençant en champ zéro, la première partie du cycle d'aimantation est réversible. Les parois de domaines se déplacent afin d'assurer l'équilibre magnétostatique du système. Une observation directe de la structure par microscopie Kerr a permis d'affirmer que la densité de parois (par mètre) ne varie pas, seule la largeur des domaines varie. Cette première phase se déroule sur une large plage de l'aimantation, de $M/M_S = 0$ à $M/M_S = 3/4$. Dans une deuxième étape, la largeur de paroi minimale est atteinte, le système commence à "rebobiner" ses bandes. Juste avant la saturation, il ne reste plus que quelques bulles, puis ces dernières s'annihilent. Lors du retour, le cycle est légèrement hystérétique dû au processus irréversible de nucléation de la première bulle. Cette dernière croît puis forme une bande qui se développe jusqu'à reformer la structure labyrinthique. On peut voir sur la Figure [6.5] que le nombre de lignes (donc de centres de nucléations) est extrêmement faible.

La structure en domaines usuellement observée des grenats est le réseau de bandes. La création d'un réseau de bulles nécessite l'utilisation de procédures particulières. La procédure la plus classique est l'application d'un champ dans le plan de l'échantillon jusqu'à saturation. Quand ce champ est coupé brusquement, une structure en verre de bulles de diamètres éparses se forme. Une deuxième technique est utilisée par les concepteurs de mémoires à bulles. Ils créent une bulle

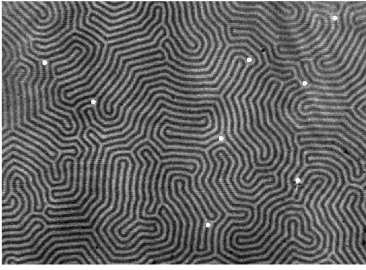


Figure 6.5 – Microscopie Kerr de l'état rémanent. Les points blancs correspondent aux points d'arrêt des lignes.

à l'aide d'un champ local puis la déplacent sur un réseau organisé par la lithographie des éléments magnétiques permettant le déplacement des bulles. Enfin, un refroidissement sous champ permet également de nucléer une mer de bulles magnétiques [82]. Une fois installé, le réseau de bulles est stable.

6.1.3 Cycle d'aimantation dynamique.

La mesure des cycles d'aimantation est effectuée grâce au magnétomètre magnéto-optique résolu en temps. L'accès aux paramètres dynamiques de l'échantillon se fait par la mesure des cycles d'aimantation en fonction de la vitesse de balayage du champ appliqué. Cela se traduit en pratique par la variation de la fréquence d'un champ bipolaire triangulaire d'amplitude constante.

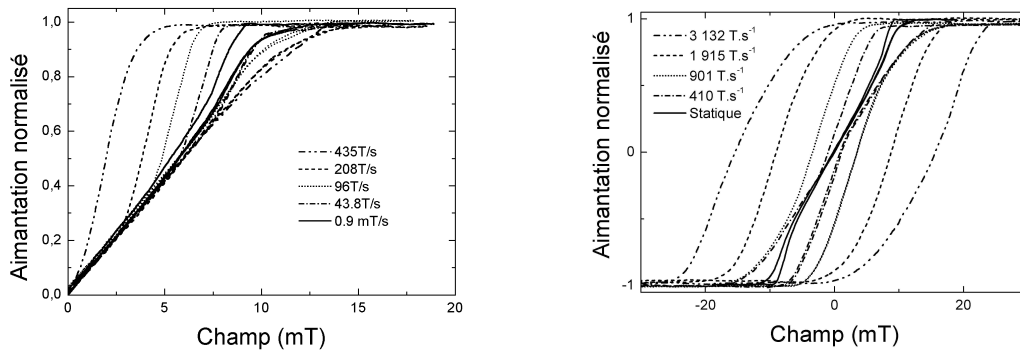


Figure 6.6 – Evolution dynamique du cycle d'aimantation du grenat en fonction de la vitesse de balayage du champ appliqué.

L'évolution du cycle d'aimantation lorsque l'on augmente la vitesse de balayage du champ (dH/dt) se traduit principalement par un élargissement du cycle. Ces variations apparaissent très tôt, dès une vitesse de balayage aux alentours du T/s . Si le champ maximum de mesure est de 25mT, cela correspond à une dizaine de Hz seulement. Cet élargissement est dû à la dynamique de la première nucléation. Lors de la descente en champ à partir de l'état saturé, le cycle est plat puis il chute brusquement jusqu'à retrouver le point d'équilibre magnétostatique équivalent au cycle statique. Après la première nucléation, le système est hors équilibre et la dynamique de paroi conditionne le retour à un état stable. Lors de la montée en champ à partir de l'état rémanent, les parois se déplacent afin de respecter la balance magnétostatique, sans aucun effet dynamique particulier. On peut également remarquer que l'annihilation des derniers domaines se produit également à un champ croissant regard à la vitesse de balayage. Lorsque l'on augmente encore la vitesse de

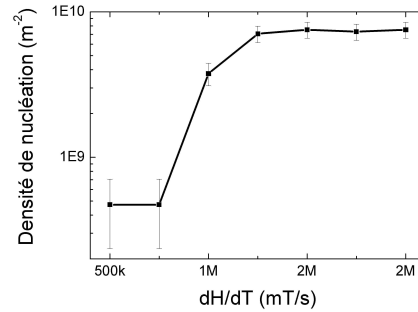
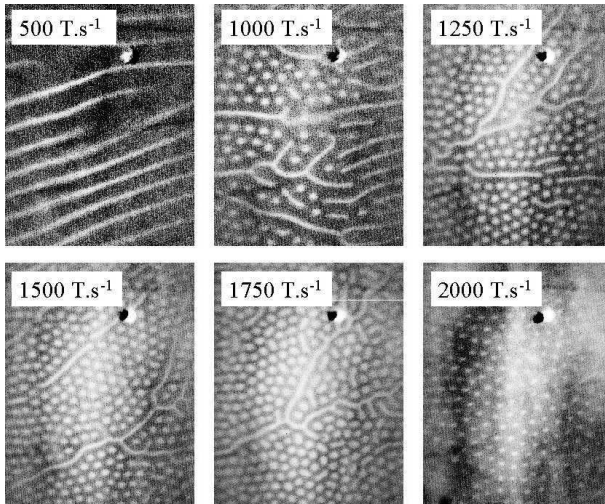


Figure 6.7 – A gauche, Microscopie 178 * 138 μm en mode mono coup lors du renversement de l'aimantation. Au dessus, mesure de la densité de centres de nucléation en fonction de la vitesse de balayage. (Mesure effectuée à fréquence constante)

balayage, $\gtrsim 1kT.s^{-1}$, le retard à la nucléation devient tellement important que le cycle tend à devenir carré ! La réalisation d'une étude en microscopie dynamique nous renseigne sur l'origine de cette évolution. A basse vitesse, quelques centres de nucléation apparaissent puis évoluent vers un état bande qui se développe. A haute vitesse la transition vers l'état bande ne s'effectue pas, de nouveaux centres de nucléation apparaissent, jusqu'à former un cristal de bulles¹. La densité de nucléation évolue rapidement de quasi nul vers un état saturé. La densité à saturation est déterminée par la maille du réseau et donc la taille d'une bulle. Afin de mieux comprendre les éléments de cette transition, je vais détailler les paramètres dynamiques des deux objets fondamentaux du renversement magnétique : la paroi de domaine et la nucléation de domaine.

6.2 Dynamique d'une paroi de Bloch.

Les parois de domaines dans notre grenat magnétique sont de type Bloch (rotation des moments dans le plan parallèle à la paroi)². L'excellente qualité cristallographique de l'échantillon nous a amené à utiliser ces parois de domaines comme système modèle pour la vérification de la théorie de Slonczewski présentée au Chapitre [5.3.1].

6.2.1 Dérivation des cycles d'aimantation

Une première approche pour déterminer expérimentalement les vitesses de paroi dans ce grenat fut l'utilisation des cycles d'aimantation dynamiques. On peut dériver l'aimantation normalisée par rapport au temps. La Figure [6.8] présente deux de ces dérivées, l'une en "quasi-statique", l'autre en dynamique. La dérivée le long d'une branche présente un premier pic important, un plateau et enfin un dernier pic qui disparaît à haute vitesse. Le premier correspond à la transition hors équilibre après la nucléation. Dans cette partie de la mesure, la configuration en domaines est trop

¹Nous ne savons pas si les bulles apparaissent les unes après les autres, ou si c'est une assemblée de bulles qui nucléent collectivement

²Je rappelle que la paroi est de type Néel près des surfaces afin de fermer le flux magnétique.

évolutive et il n'est pas possible de relier la vitesse de variation de l'aimantation aux vitesses de paroi.

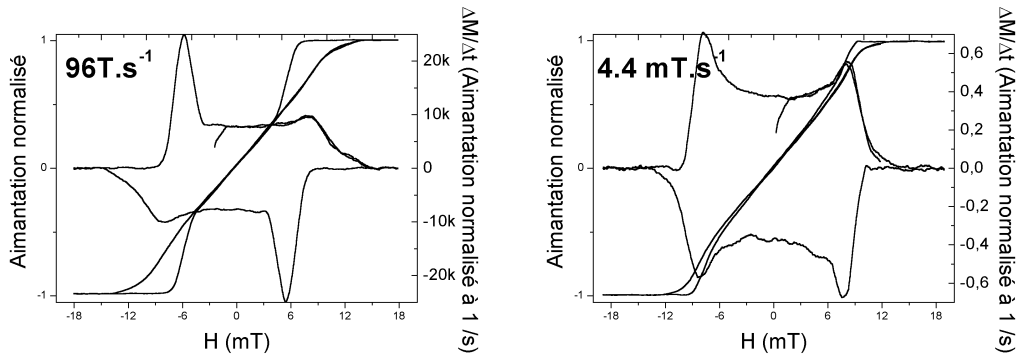


Figure 6.8 – Cycles d'aimantation et leurs dérivées temporelles pour deux vitesses de balayage

Une telle mesure est cependant fiable dans la région du plateau qui se situe dans la gamme $-0.75M_{SAT} < M < 0.75M_{SAT}$. Ici, la densité de parois est constante, et les variations de l'aimantation proviennent des variations de largeurs des bandes. La densité observée en microscopie est de $156.10^3.m^{-1}$ dans le cas de bandes parallèles. On peut donc chiffrer la vitesse de paroi en fonction de la vitesse de variation de l'aimantation normalisé à 1, $V = (dM_1/dt)/156.10^3$. Le plateau implique que les vitesses de paroi ne dépendent que du champ local qui est la somme du champ externe et du champ démagnétisant créé par les autres domaines. Un dernier pic apparaît lors de la transition (du "bobinage") des bandes vers les bulles. Enfin, la dérivée de l'aimantation décroît lentement vers zéro. La Figure [6.9] présente l'évolution de la vitesse de paroi en fonction de dH/dt

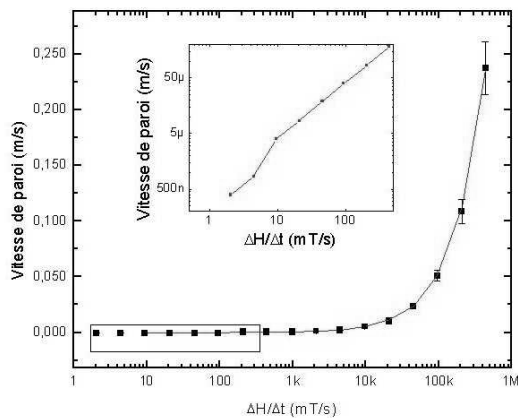


Figure 6.9 – Vitesse de paroi en fonction de la vitesse de balayage du champ.

La vitesse de paroi est linéaire en fonction de la vitesse de balayage du champ, $V_P = 538.10^{-6} * (dH/dT[T.s^{-1}])[m.s^{-1}]$. L'écart moyen à la linéarité est de 3% avec un maximum de 10%.

Si on s'intéresse aux mesures lentes, on s'aperçoit que la vitesse de paroi effectue un léger saut à $V_P \simeq 1 \mu m/s$. Ce saut est probablement dû au léger champ de piégeage des parois. Il provient des rugosités du substrat, de légères variations d'épaisseur ou encore de légères variations des substitutions chimiques lors de l'élaboration entraînant des variations locales d'anisotropie.

6.2.2 Vitesse de paroi en fonction du champ

Il est également intéressant de déterminer la vitesse de paroi en fonction du champ uniquement. Cette mesure est plus difficile, car elle requiert un temps de montée du champ plus rapide que les constantes de temps du système. Ceci a pu être réalisé grâce aux microbobines à champs pulsés. Ces dernières permettent la réalisation d'impulsions de champ magnétique carrées avec des temps de montée de quelques nanosecondes. La Figure [6.10] présente les différentes courbes associées à cette mesure.

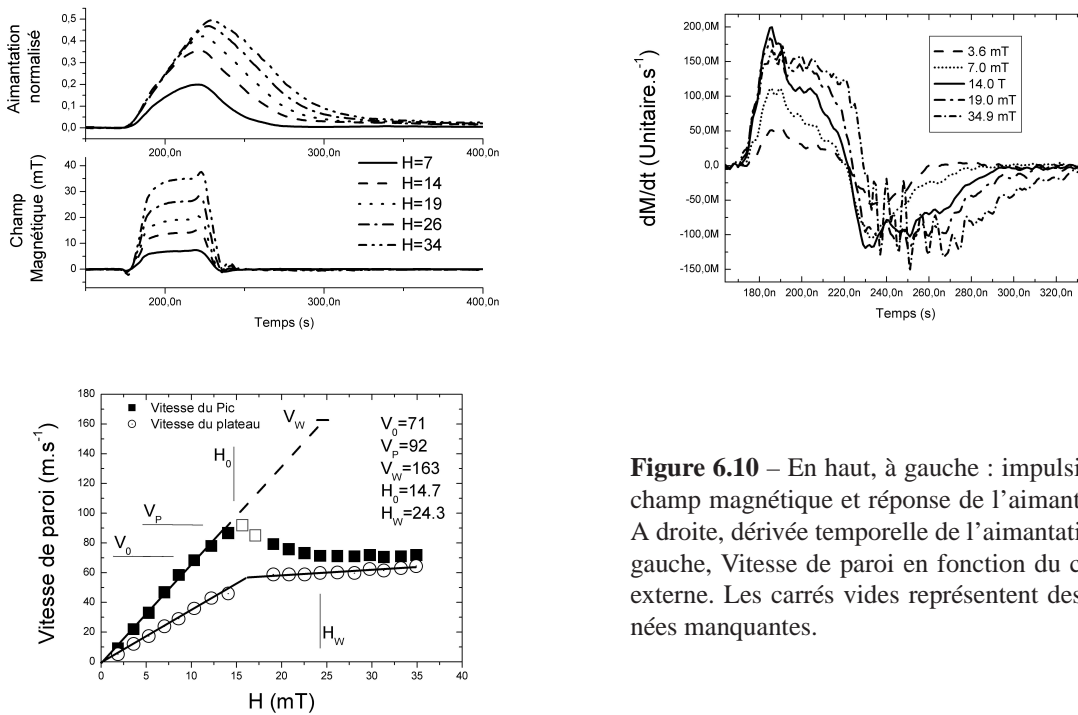


Figure 6.10 – En haut, à gauche : impulsion de champ magnétique et réponse de l'aimantation. A droite, dérivée temporelle de l'aimantation. A gauche, Vitesse de paroi en fonction du champ externe. Les carrés vides représentent des données manquantes.

Le grenat a été dans un premier temps désaimanté donnant lieu à une configuration de domaines en bandes. La variation M_{MAX}/M_S ne dépassera jamais $1/2$ au cours de l'expérience. On peut donc affirmer que la configuration micromagnétique reste stable au cours de la mesure. Chaque courbe est la moyenne de 1000 acquisitions. On applique une impulsion magnétique carrée de largeur 50 ns et l'on enregistre la réponse magnétique. Dans une première gamme de champs, la variation de l'aimantation est quasi-linéaire en temps pour un champ constant. Après l'arrêt de l'impulsion, le système est hors équilibre et relaxe vers l'état stable. Pour déterminer la vitesse de paroi, on dérive l'aimantation en fonction du temps. Depuis le début de l'impulsion, la vitesse augmente jusqu'à atteindre une valeur maximum qui correspond à la fin du temps de montée de l'impulsion, donc à la valeur stable du champ. Puis elle diminue sur une pente légèrement descendante durant le plateau de l'impulsion. Lorsque l'impulsion se termine, la vitesse s'inverse et prend des valeurs relativement symétriques par rapport aux vitesses de montée car le champ démagnétisant ressenti par la paroi est proportionnel à l'état d'aimantation final. La vitesse de paroi oscille fortement durant la relaxation pour les fortes impulsions : cela est dû à des rebonds électriques dans les cartes d'impulsions de courant et donc des oscillations en champ externe. La mesure de vitesse, Figure [6.10], est faite au niveau du pic ainsi que sur le plateau. La mesure réalisée sur le pic correspond

aux attentes théoriques. Les vitesses mesurées sur le plateau sont inférieures. Ce comportement se comprend si l'on prend en compte le champ démagnétisant. En effet si on applique un plateau de champ externe, l'aimantation va répondre pour tendre vers l'état stable défini par ce champ. Le champ exercé sur la paroi, somme du champ externe et du champ démagnétisant, va donc diminuer au fur et à mesure que la configuration en domaines progresse vers l'état d'équilibre magnétostatique.

On peut extraire de cette mesure des vitesses de paroi les ordres de grandeur des coefficients caractéristiques de la dynamique de l'aimantation : le facteur gyromagnétique γ , ainsi que le facteur d'amortissement α . La description théorique donne un ensemble complet de valeurs (vitesse ou champ) définis selon α , γ , K et A . Ici, les deux mesures les plus fiables sont la pente initiale de $V(H) = (\delta_W \gamma / \pi \alpha) H$ ainsi que V_0 , la vitesse à saturation. Les valeurs expérimentales sont $\alpha = 25.3$ et $\gamma = 22.1 \cdot 10^7 [\text{rad.s}^{-1} \cdot \text{Oe}^{-1}]$.

Ces valeurs sont dans la gamme (très large...) trouvée dans la littérature pour certains grenats magnétiques (particulier) [134][35]. Cependant elles sont très importantes pour des grenats "standards". Afin de confirmer ces valeurs nous avons réalisée une mesure de résonance ferromagnétique¹. Cette expérience est la mesure standard du facteur gyromagnétique et d'amortissement. Il a été mesuré : $\alpha = 0.08$ et $\gamma = 1.53 \cdot 10^7 [\text{rad.s}^{-1} \cdot \text{Oe}^{-1}]$, des valeurs très différentes de celles extraites précédemment. Ces valeurs sont beaucoup plus conformes à celles attendues pour notre Grenat.

Notre mesure de vitesse de paroi est donc en contradiction avec le modèle standard qui a été présenté au chapitre 5.3.1. Ce modèle a pourtant été largement vérifié expérimentalement, voir par exemple [14] ou [35]. Cependant les conditions expérimentales utilisées ici explorent une gamme de champs et de vitesse totalement différentes. Si on applique la théorie avec les valeurs extraites de la mesure de résonance ferromagnétique, on trouve par exemple que la vitesse à saturation $V_0 = 4.9 \text{ m.s}^{-1}$, ainsi que le champ de saturation $H_W = 0.8 \text{ mT}$. La mesure effectuée ici ouvre une fenêtre pour l'étude de la dynamique de paroi en champs fort.

6.3 Dynamique de la nucléation

6.3.1 Champ de première nucléation extrait des cycles d'aimantation dynamique.

La Figure [6.6] montrait clairement que le champ de première nucléation augmente avec la vitesse de balayage du champ. La Figure [6.11] présente l'évolution de ce champ en fonction de la vitesse. De 1 mT/s à 10 T/s , on ne note pas d'évolution regard à la précision expérimentale. Lorsque la vitesse augmente, le champ effectif de première nucléation² augmente dû au caractère thermiquement activé du processus. Cette première série de mesures a été effectuée avec un champ maximum constant de 20 mT en faisant varier la fréquence.

Afin d'augmenter encore la vitesse de balayage, on applique un champ maximum plus important, 100 mT , partie droite de la Figure [6.6]. Le report des champs de première nucléation en fonction de la vitesse conduit à une nouvelle courbe. Cette dernière chevauche en partie la première courbe réalisée. Elle démarre d'une valeur équivalente à celles mesurées en quasi-statique puis augmente fortement avec la vitesse de balayage.

¹Je remercie Hervé Hurdequint du Laboratoire de physique du Solide pour la réalisation de cette mesure de dernière minute.

²On considère ici le champ effectif, somme du champ appliqué et du champ démagnétisant

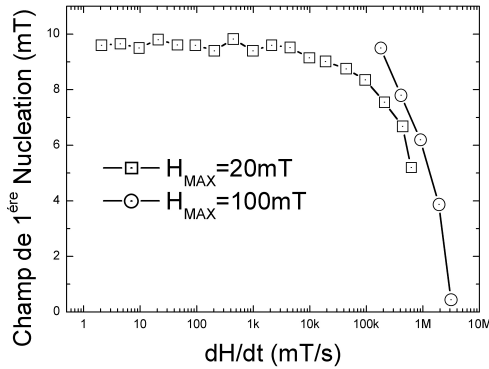


Figure 6.11 – Champ de première nucléation en fonction de la vitesse de balayage. Chaque courbe correspond à un mode de renversement différent : \square nucléation puis propagation de bandes, \odot nucléation en réseau de bulles.

Ce comportement est surprenant et particulièrement difficile à interpréter. Comment expliquer une diminution brutale du champ de première nucléation lorsque l'on augmente la vitesse de balayage ? Comment expliquer le chevauchement des deux courbes ? Un premier élément de réponse nous est donné par la forme des cycles d'aimantation associés à chacune des courbes. La Figure [6.12] compare les cycles d'aimantation selon le champ maximum appliqué pour deux valeurs de dH/dt . Les cycles comparés sont pris à la même vitesse de balayage mais la forme des cycles diffère. Nous pensons que cette variation dans la forme des cycles est à attribuer au changement entre une configuration de domaines en bandes et une configuration en bulles. Cela pourrait expliquer la diminution du champ de première nucléation. En effet les calculs de Cape et Lehmann [19] sur l'énergie d'interaction d'un réseau de bulles ou de bandes montrent que le premier est favorisé à champ externe fort. On peut penser que la première courbe à $H_{MAX} = 20mT$ correspond à un événement de nucléation isolé, alors que la deuxième courbe à $H_{MAX} = 100mT$ correspondrait à un événement de nucléation collective d'une assemblée de bulles. Cette description n'explique cependant pas pourquoi ces événements dépendent du champ externe maximal appliqué. Dans les deux cas, le système se renverse dans des temps identiques avec un état initial a priori saturé.

6.3.2 Distribution temporelle de la nucléation en fonction du champ

Afin d'essayer de mieux comprendre le processus d'activation thermique de la nucléation, nous avons réalisé une expérience de relaxation en champ statique. Le but de cette expérience est de mesurer les fonctions de probabilité de renversement en fonction du temps et du champ externe appliqué : on mesure la statistique associée au temps nécessaire après saturation du film pour nucléer.

L'échantillon est découpé ($3 * 0.8mm$) puis inséré dans une microbobine en U. Cette dernière est utilisée pour saturer rapidement l'échantillon (impulsion carrée de 380ns d'amplitude 300mT). Deux bobines en configuration d'Helmholtz sont placées de part et d'autre pour la création d'un champ statique homogène. La mesure est réalisée en configuration Faraday rapide (voir première partie, Figure [3.6]). Le signal magnéto-optique est assez important pour suivre l'évolution de l'aimantation en temps réel, Figure [6.14].

La première étape fut de cartographier la réponse temporelle moyenne sur l'échantillon. Cette mesure est effectuée en focalisant le laser sur la couche (taille du point $\simeq 50\mu m$, on a donc une mesure *moyenne* de l'aimantation *locale* puisque la taille caractéristique des domaines est de $6\mu m$)

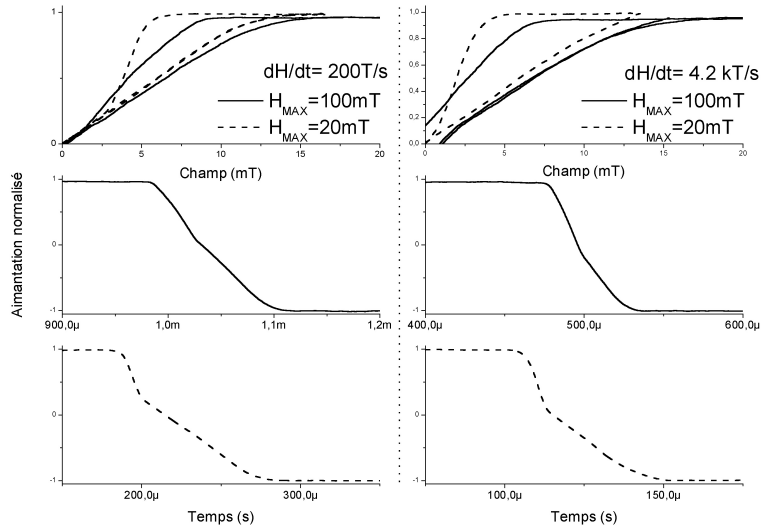


Figure 6.12 – Cycles d’aimantation et réponse temporelle du grenat pour deux vitesses de balayage et deux champs maximums. Bien que la couche se renverse dans des temps identiques pour un même dH/dt , un champ maximum appliqué fort induit un mode de renversement de type nucléation successive, un champ faible induit un mode de renversement par nucléation puis propagation de paroi. Le mode de renversement est déduit de la forme des cycles.

puis en déplaçant manuellement l’échantillon (résolution $100\mu m$). On réalise ainsi un scan de la réponse temporelle de l’échantillon, Figure [6.13].

Le constat est que notre grenat est bien moins homogène que prévu¹. Il existe une forte dispersion des temps de renversement de quelques centaines de nanosecondes à plusieurs microsecondes. Cette dispersion semble être intrinsèque aux propriétés locales du matériau et non pas due à des effets de nucléation à un endroit favorable puis propagation de paroi vers le reste de l’échantillon. Si c’était le cas, on devrait observer des lignes "isotemporelles" concentriques autour du centre de première nucléation. De plus, l’ensemble des mesures réalisées en microscopie rapide ($500 * 500\mu m^2$) n’a jamais montré la propagation de structure de type bandes à haute vitesse mais la génération d’un réseau généralisé et polycristallin de bulles lorsque l’on déplaçait l’échantillon. Pour effectuer les mesures suivantes, nous nous sommes placés dans une zone de temps minima ($y = 2mm, x = 650\mu m$) pour nous affranchir de toutes incertitudes sur le mode local de renversement.

L’échantillon reste saturé pendant une période longue après la fin de l’impulsion de saturation, de 850ns à quelques microsecondes selon le champ externe (Figure [6.15]) avant que la première nucléation ne prenne place. La Figure [6.14] présente quelques courbes de relaxation de l’aimantation en fonction du temps pour un champ externe de $3.32mT$. Cette figure montre le caractère

¹Cette forte dispersion est évidemment un fort handicap pour valider les mesures présentées ci-après. Cependant nous pensons que ces résultats sont assez intéressants pour être présentés même si la qualité générale de l’échantillon utilisé peut être qualifié de mauvaise.

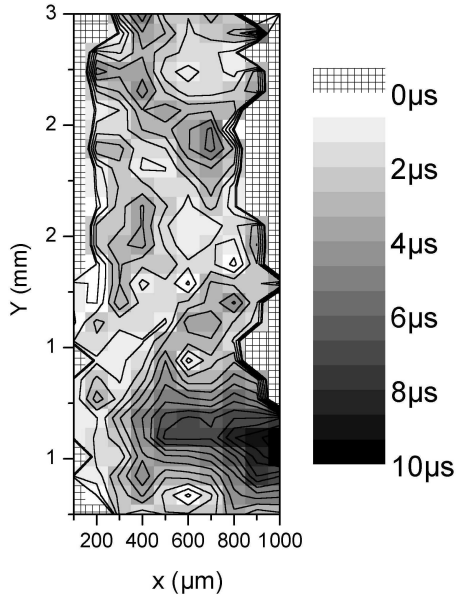


Figure 6.13 – Cartographie des temps moyen de renversement en champ externe nul.

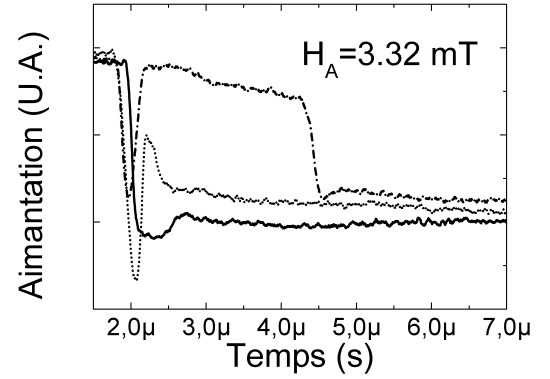


Figure 6.14 – Exemple de nucléations : aimantation en fonction du temps pour $H_A = 3.32 mT$.

hautement non reproductible de la nucléation. On voit notamment qu'elle peut se créer puis disparaître. Il y a souvent apparition de rebonds. Dans de rares cas, la nucléation se stabilise immédiatement vers le point d'équilibre magnétostatique final.

Le temps avant la première nucléation, montré en Figure [6.15], est légèrement distribué avec un rapport valeur moyenne sur largeur à mi hauteur autour de 10, la statistique est mesurée sur 100 événements. Cette fonction de distribution est du type de celles calculées Tomita par technique Monte-Carlo sur une assemblée de spin Ising, voir Chapitre [2] ou référence [129]. La dépendance du temps de renversement du champ appliqué renseigne sur l'évolution de la barrière d'énergie. Dans une première gamme, de $-7.5 mT$ à $0 mT$, le temps de nucléation décroît avec le champ. On ne peut ajuster de façon pertinente cette première partie avec une fonction de type $\tau = \tau_0 e^{\Delta E(H)/kT}$, où $\Delta E(H)$ est une fonction polynomiale de H . Dans une deuxième gamme, on assiste à un plateau de 0 à $12.5 mT$. Puis au dessus de cette valeur le temps de renversement diminue à nouveau. Entre la première et la deuxième gamme il semble y avoir une discontinuité. Une deuxième discontinuité est mesurée entre la deuxième et la troisième gamme. On peut voir sur la Figure [6.15], que à $H = 12.8 mT$, il existe deux temps caractéristiques distincts pour le renversement.

Nous ne pouvons interpréter quantitativement cette évolution. Nous donnons néanmoins une description qualitative des processus. Nous pensons que la première gamme est associée à la dynamique de nucléation d'une bulle unique. Lorsque l'on augmente le champ, la barrière est abaissée (cf Thiele). Dans la deuxième gamme, la barrière ne dépend plus du champ. On peut également remarquer que cette transition apparait pour un champ appliqué nul, le champ effectif est alors égal au champ démagnétisant $4\pi M_S$. C'est le champ pour lequel la barrière d'énergie pour la création d'une paire de parois de Bloch est nulle (cf Broz, Chapitre [5.2.1]). Cela expliquerait pourquoi il n'y a plus de dépendance du temps de renversement en fonction du champ appliqué. Dans ce

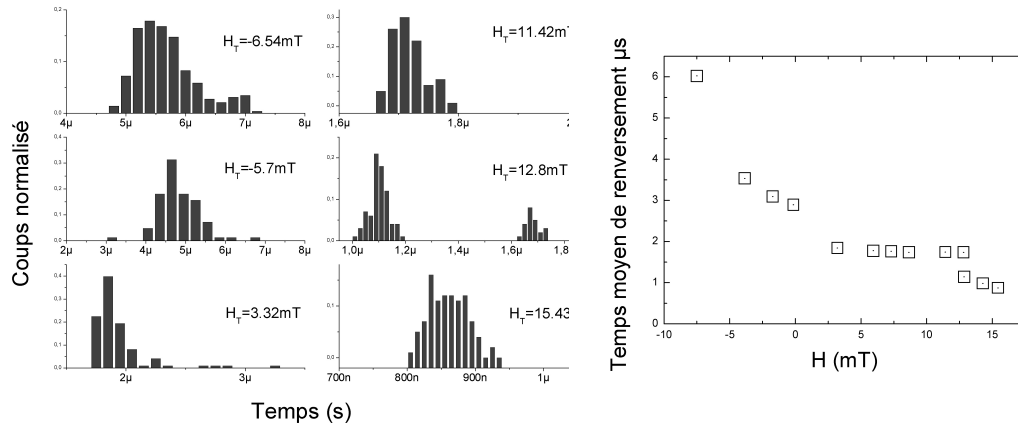


Figure 6.15 – Fonction de distribution sur 100 événements et temps moyen de renversement en fonction du champ externe pour $y = 2\text{mm}$, $x = 650\mu\text{m}$.

cas la barrière d'énergie pour la nucléation ne dépend plus du champ externe mais seulement de l'énergie de création des parois. Le temps de renversement est constant dans cette gamme, il est de 100ns . En 100ns une paroi de domaines peut couvrir la distance de $7\mu\text{m}$, soit la moitié de la distance entre deux centres de bulles. Ces éléments confirment l'hypothèse de la nucléation selon un réseau organisé de bulles dans cette gamme. Enfin dans la dernière partie, la nucléation est un peu particulière puisqu'elle se déroule directement d'un état saturé vers l'autre. Le temps de renversement reste constant à 100ns quelque soit le champ externe. Bien que le mode de renversement de la couche soit différent du précédent, nous ne connaissons pas son action précise. A titre de comparaison, le temps de renversement minimal pour un moment magnétique isolé est $\tau_R = \pi/\omega$, avec ω la vitesse angulaire. L'application numérique avec les valeurs α et γ extraites de la mesure de résonance ferromagnétique donne un temps de renversement de 2ns .

6.4 Cristaux de bulles magnétiques bidimensionnels

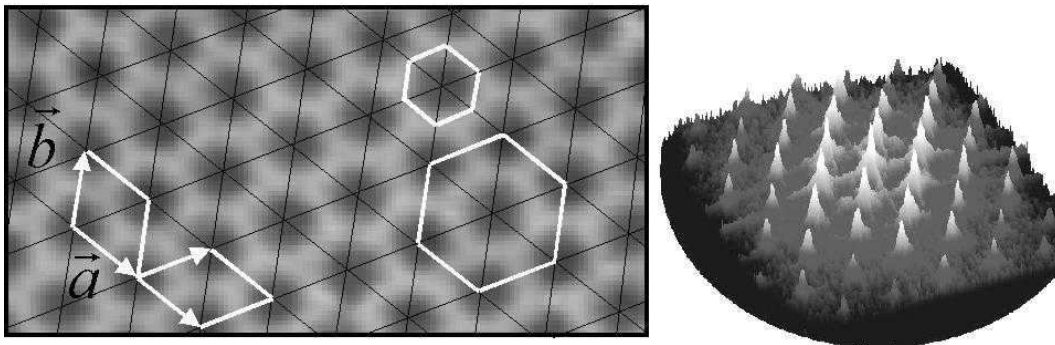


Figure 6.16 – Microscopie et transformée de Fourier spatiale d'un cristal bidimensionnel de bulles magnétiques

J'ai montré précédemment qu'une variation rapide de l'aimantation d'un grenat entraîne la formation d'une structure en réseau de bulles. Je présente ici quelques expériences possibles sur la physique des réseaux bidimensionnels. Je présente la procédure de génération puis de stabilisation d'un monocristal, puis une expérience de microscopie dynamique à l'échelle de la nanoseconde. Cette expérience met un peu plus en lumière les effets de précession et de désordre dans une paroi. La dernière partie est consacrée à une présentation des transitions de phase sur ce réseau.

6.4.1 Génération du cristal

Les expériences en microscopie précédentes ont montrés que soumis à une rampe de champ rapide, la configuration en domaines générée est un cristal de bulles. Ce cristal est stable à champ nul, mais il n'est malheureusement pas possible de stopper la rampe de champ à $H = 0$ tout en conservant un dH/dt suffisant pour la création de la structure en réseau de bulles. La méthode pour stabiliser le cristal est illustrée par la Figure [6.17].

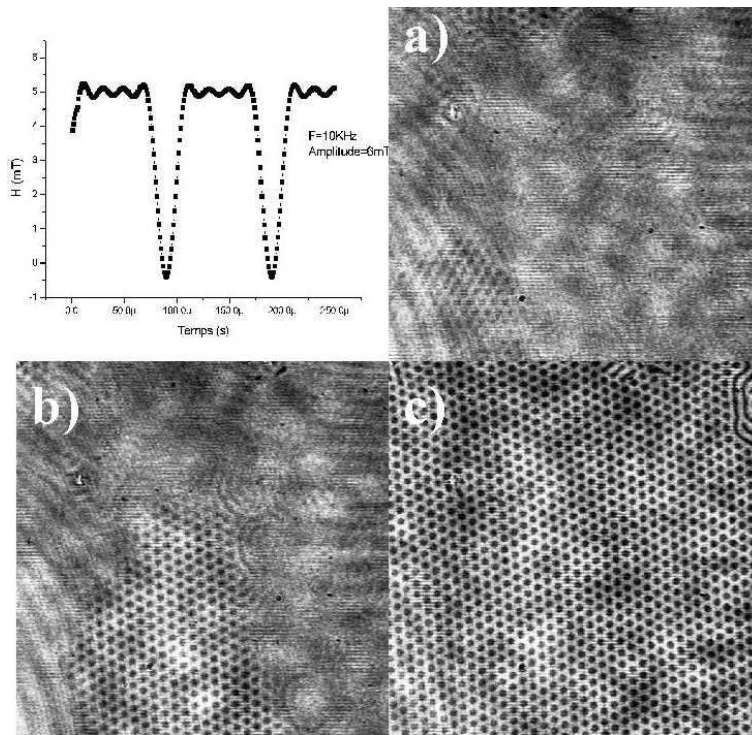


Figure 6.17 – Processus de stabilisation d'un cristal de bulles magnétiques. On applique un peigne d'impulsions de hauteur $6mT$. De a) \rightarrow c), on diminue lentement le champ statique associé.

Le champ magnétique externe utilisé est la somme d'un champ statique H_S , et d'un peigne d'impulsions de $6mT$ à $10kHz$. Dans un premier temps, on se place à $H_S > H_{SAT}$, Figure[6.17a)]. La microscopie est réalisée à une fréquence vidéo (dizaine de Hz) pendant l'application du champ alternatif. L'image est en grande partie incohérente par la non-reproductibilité des nucléations et des déplacements de parois. On remarque cependant deux germes de cristaux en partie stabilisés. Dans une deuxième étape, Figure [6.17b)], on baisse le champ statique. Un germe devient stable

et grandit. Il y a propagation d'un front¹. La vitesse de descente du champ statique est cruciale et doit être très lente. Une descente brutale donne une structure en bandes, rapide elle donne plusieurs germes de cristaux et donc un polycristal. Enfin on annule le champ statique, Figure [6.17c)], et on obtient ainsi un cristal stable, hexagonal, de paramètre de maille de $14.9\mu m$ présenté en Figure [6.16].

6.4.2 Dynamique nanoseconde du réseau

Nous avons utilisé ce réseau pour tester la microscopie stroboscopique avec la résolution temporelle maximale 50ps. Cette résolution est donnée par la largeur de l'impulsion du laser. La Figure [6.18] présente les images essentielles du film.

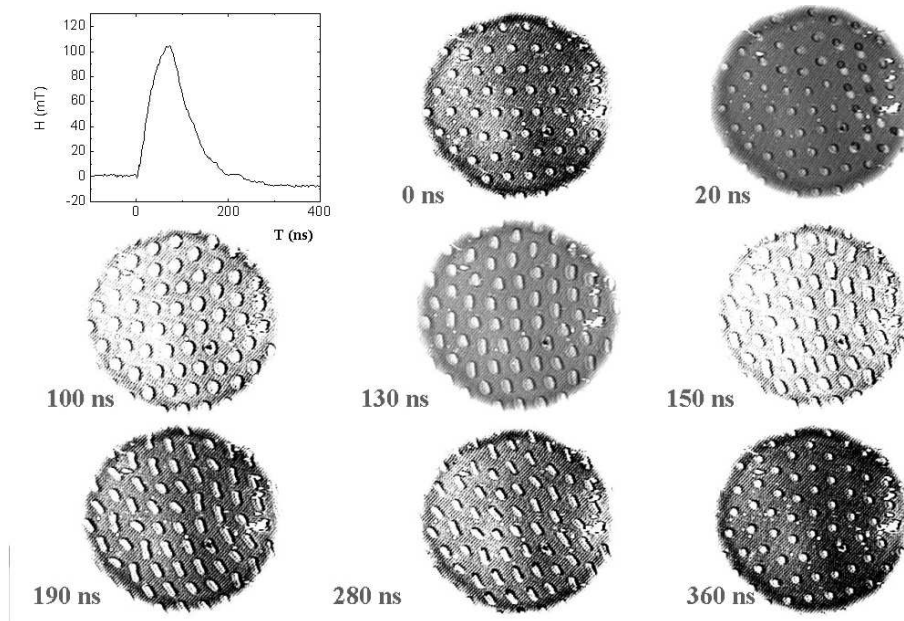


Figure 6.18 – Réponse d'un réseau de bulles magnétiques à une impulsion triangulaire de hauteur $H_{MAX} = 100mT$ et de largeur à la base $200ns$.

Une fois réalisé, le réseau est soumis à une impulsion de champ magnétique de $100mT$, soit près de 10 fois le champ de saturation statique ! Une image est prise sur une moyenne de 25 millions d'impulsions environ. Du départ de l'impulsion jusqu'à $100ns$, les bulles grossissent de façon circulaire. La vitesse de paroi associée est de $67m.s^{-1}$, en accord avec la vitesse à saturation $V_{Max} = 71m.s^{-1}$ mesurée précédemment de manière indirecte, Figure [6.10]. Le décalage des bulles à $t = 20ns$ à droite dans l'image correspond à un déplacement irréversible du réseau au cours de la mesure. Le stade de croissance des bulles s'arrête au maximum de l'impulsion. Les bulles commencent alors à se déformer puis à tourner. La rotation des bulles se termine dès la fin de l'impulsion. En statique, la forme des bulles en double cloche est un effet caractéristique d'une bulle saturée en lignes de Bloch verticales [76]. Patek *et al.* a montré que la ligne de Bloch horizontale cause de la saturation de la vitesse n'est pas fixe dans la paroi[93]. Une version sim-

¹on peut réussir à stabiliser ce front ; si on applique un champ externe alternatif on excite le système ; la partie organisée en réseau de bulles reste fixe alors que les bandes se mettent en mouvement de façon incohérente

plificatrice de ce phénomène complexe dirait que la ligne rebondit entre les deux surfaces¹. Ce phénomène peut entraîner la création de lignes verticales². On peut penser que dans l'étape de croissance les bulles se chargent en lignes, puis dans l'étape de décroissance les lignes collapser par paires. Les lignes de Bloch verticales sont également la cause de la rotation des bulles ! Cet effet existe à partir de l'existence de 2 lignes verticales de chiralité différente. Leur déplacement dans la paroi vers deux directions opposées déforme la bulle (l'allonge) et la font tourner.

6.4.3 Transitions de phase

La nature des transitions de phase entre un solide bidimensionnel et un liquide isotrope a été le sujet de nombreuse études durant les dernières décennies, voir l'article de revue de Standburg [120]. Les études théoriques s'intéressent particulièrement aux caractéristiques de l'ordre en 2D ainsi qu'à la nature de la transition entre les états ordonnés et désordonnés. Cette physique est applicable à de nombreux systèmes réels tel que des gaz adsorbés sur un substrat, des colloïdes de polystyrène, ou encore des réseaux de vortex dans les supraconducteurs de type II. Dans de nombreux cas, les détails structuraux microscopiques ne sont pas accessibles à l'expérience. Les bulles magnétiques dans les grenats ont l'avantage majeur de pouvoir suivre l'évolution de la structure en fonction du temps et de l'espace.

Modèle de Halperin et Nelson

La transition de la phase solide vers la phase liquide est décrite par la théorie HN (Halperin et Nelson [47]). L'idée maîtresse de cette théorie est que la fusion de la phase solide cristalline intervient via la dissociation de paires de dislocations. La disparition d'un élément du réseau entraîne la création d'une paire de dislocations. Les parties de cette paire tendent à s'éloigner l'une de l'autre. Il y a création d'îlots cristallins séparés les uns des autres. Cette nouvelle phase est appelée phase hexatique. On peut comparer une phase hexatique à une phase nématique (Figure [6.19]). Si on considère une assemblée de bâtonnets désordonnés, on a une phase liquide de bâtonnets. Si on les aligne selon une même direction, les bâtonnets sont alors dans une phase nématique. Il existe un ordre directionnel sans ordre translationnel. Une phase hexatique est une phase ou il existe un ordre rotationnel hexagonal sans toutefois avoir d'ordre translationnel.

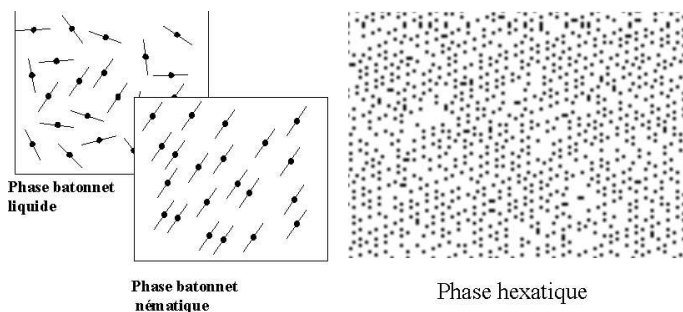


Figure 6.19 – Comparaison entre une phase nématique associée à des bâtonnets et une phase hexatique de bulles magnétiques. Dans la phase hexatique, il existe un ordre rotationnel sans ordre translationnel. On trouve également la définition de cristal surfondu...

¹Chaque rebonds correspond en fait à une avance de phase

²Les lignes sont créés par paires. Il existe donc autant de lignes de chiralité gauche que droite qui se déplacent vers la gauche ou la droite de leur point de naissance selon leur chiralité. Au fur et à mesure de la création des paires il y a un effet de bobinage. Les lignes adjacentes forment donc des "parois" à 360° et ne peuvent collapser. L'unique possibilité (continue) pour les éliminer et d'effectuer le travail inverse et de "passer le film à l'envers".

Au fur et à mesure que des éléments du cristal s'évaporent on diminue les longueurs de cohérence translationnelle ξ_T et rotationnelle ξ_O . Il y a une transition lente de la phase hexatique vers la phase liquide.

Transition hexatique vers liquide

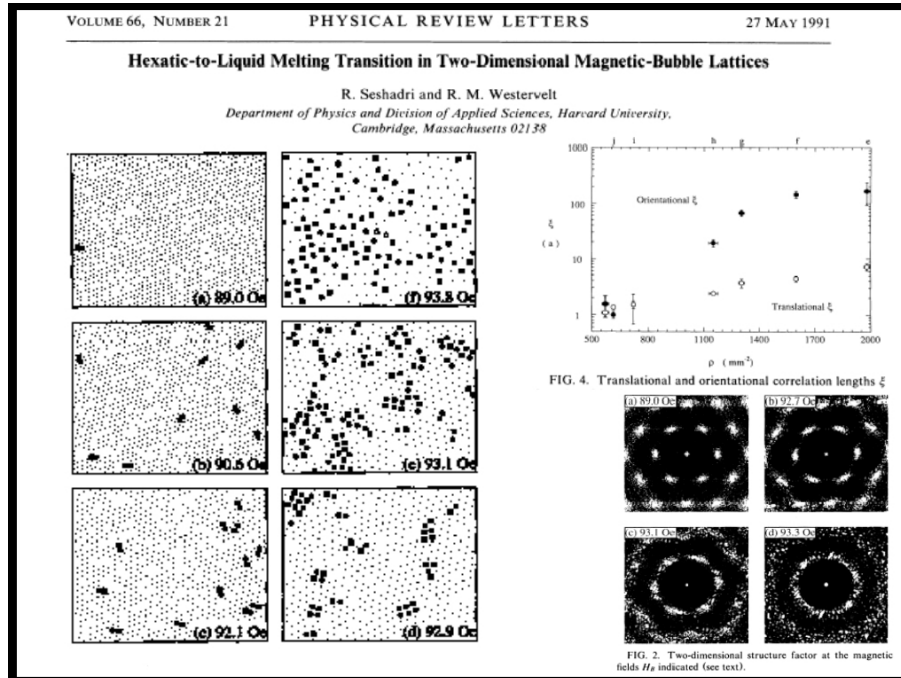


Figure 6.20 – Figures majeures des travaux de Seshadri et Westervelt sur la transition hexatique vers liquide. A gauche est présentée l'évolution microscopique du cristal, les points représentent les bulles, les carrés vides, carrés, cercles, cercles vides représentent le nombre de coordination dans la maille hexagonale (4,5,7,8). En bas à droite sont données les transformées de fourier spatiales calculées à partir des figures de microscopie. La figure en haut à droite présente l'évolution des longueurs de cohérence rotationnelle et translationnelle du système en fonction de la densité.

La transition de la phase hexatique vers la phase liquide a été vérifiée expérimentalement par Seshadri et Westervelt [107]. Leur protocole expérimental est le suivant : ils créent leur cristal à partir d'une mer de bulles désordonnées. Nous supposons qu'ils utilisent le mode de production usuel : saturation de l'échantillon dans le plan perpendiculaire puis une coupure instantanée du champ, ce qui entraîne une relaxation rapide vers une configuration en réseau de bulles polycristallins. Ils "recuisent" le cristal par l'application d'un faible champ alternatif de quelques dizaines d'Hertz. Ce champ reste appliqué tout le long de la transition. L'ajout d'un champ alternatif fait légèrement vibrer les parois de domaines. Elles peuvent alors explorer le potentiel de piégeage faible local de façon aléatoire ce qui accroît très fortement leur mobilité sur le substrat. Seshadri et Westervelt comparent cet effet à de l'agitation thermique pour un réseau cristallin atomique classique. La variable de transition est la densité de bulles, elle est réglée via l'amplitude du champ statique appliqué. Entre chaque saut du champ statique, il est laissé une demi heure au système pour relaxer. La phase hexatique est caractérisée par un ordre rotationnel fort $\xi_O \simeq 175a$, ou a est la maille

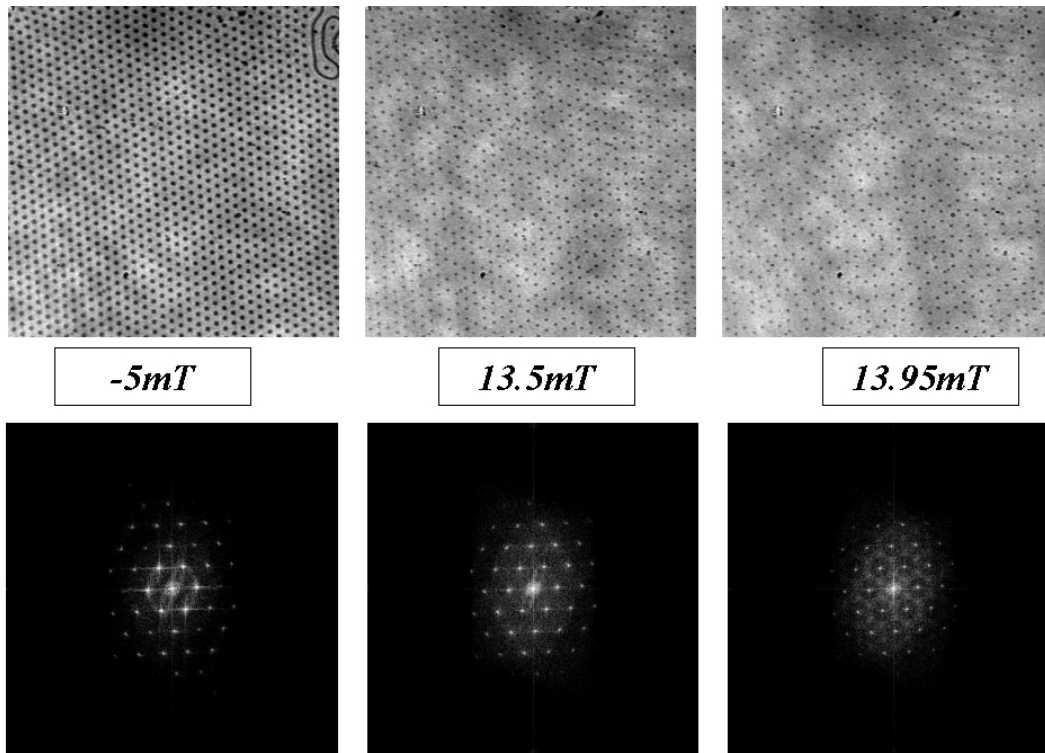


Figure 6.21 – Sublimation du cristal de bulles magnétiques.

du réseau, et un ordre translationnel faible $\xi_T \simeq 8a$. Lorsque la densité diminue, l'ordre rotationnel chute lentement entre $\rho = 1600$ et $\rho = 1100 \text{ mm}^{-2}$, la transition hexatique vers liquide s'effectuant à $\rho = 1300 \text{ mm}^{-2}$.

Ils concluent que la transition se fait sans apparition d'un front de fusion caractéristique d'une transition du premier ordre. Ils remarquent que la densité évolue doucement en fonction du champ appliqué. Ainsi, malgré la très importante augmentation de la densité de dislocations, la transition hexatique vers liquide se fait de manière continue. Enfin, leurs résultats sont en désaccord avec des simulations numériques où un potentiel en $1/r^3$ (le potentiel de répulsion dipolaire entre bulles) est utilisé. Ces simulations reportent des transitions du premier ordre [9] identiques cependant à celles que nous avons observé pour la transition solide-liquide.

Sublimation et liquéfaction d'un réseau de bulles magnétiques bidimensionnels

Nous avons mené ces expériences sur la base d'un monocristal parfait à l'échelle du champ de vue de notre microscopie $\simeq 1 \text{ mm}^2$. Le paramètre d'ordre principal de notre système est déterminé par la densité de bulles. Nous pouvons l'ajuster avec précision en faisant varier le champ statique extérieur.

Premièrement, nous avons évaporé le cristal en augmentant continûment le champ magnétique externe. L'évolution est donnée en Figure[6.21]. On part d'un monocristal, à gauche. Lorsque l'on augmente le champ, le diamètre des bulles diminue puis ne varie plus. Ensuite certaines bulles disparaissent de façon aléatoire, au centre. La mobilité étant trop faible, le cristal ne relaxe pas : chaque bulle est piégée. Dans une deuxième étape, les bulles ne s'évaporent plus de manière

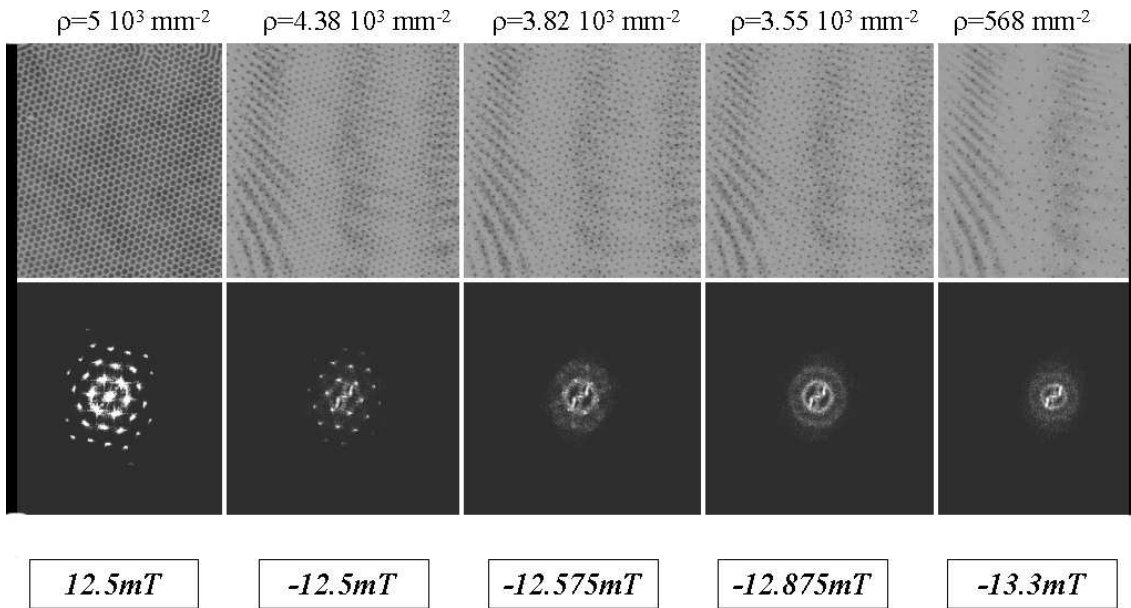


Figure 6.22 – Transition Solide-Liquide du cristal de bulles magnétiques.

aléatoire. Elles s'évaporent au centre des hexagones, là où le champ dipolaire est le plus important. Il y a création d'une deuxième phase cristallographique de symétrie inférieure caractérisée par l'apparition de pics de sur-structure visible sur la transformée de Fourier spatiale. La transition se termine par l'évaporation complète de l'ensemble des composantes du cristal.

Nous avons ensuite répété l'expérience en rajoutant de la mobilité aux bulles en appliquant un champ sinusoïdal $F = 10kHz$, $A = 1.25mT$, voir Figure [6.22]. La fréquence élevée de $10kHz$ permet au cristal de relaxer très rapidement grâce à la très forte mobilité des bulles. Lorsque l'on augmente le champ externe, la transition de solide vers liquide est brutale. Le système a transité en un unique pas de champ de $0.025mT$. La densité n'a que peu évolué (13%) alors que tout ordre est détruit. La nature liquide du système est mise en évidence par la transformée de Fourier spatiale¹, mais également par l'imagerie vidéo qui montre les bulles en mouvements incohérents. Lorsque l'on augmente le champ statique, la densité du liquide diminue puis on finit d'évaporer les dernières bulles.

Conclusion sur les transitions de phase

Nous ne sommes pas, loin de là, des spécialistes des transitions de phase bi-dimensionnelles, il est donc difficile de conclure sur ces expériences... Mais, ce système présente une multitude de phases magnétiques différentes : deux phases solides de bulles, une phase liquide de bulles. On peut aussi associer deux "phases" pour les bandes, une solide où elles sont fixes, ainsi qu'une phase liquide où elles sont mises en mouvement sous l'action d'un champ alternatif externe. Il existe aussi la phase hexatique, que nous n'avons pas pu révéler. Notre sentiment est que son apparition dépend de

¹Une TF circulaire est la mesure d'un système désordonné, la distance entre les cercles détermine la distance moyenne entre les objets.

l'amplitude et de la fréquence du champ alternatif qui donne de la mobilité aux bulles. Ce dernier peut être assimilé à une forme d'agitation thermique. Il serait intéressant de réaliser un diagramme des phases précis en fonction du champ statique appliqué ainsi qu'en fonction de l'amplitude et de la fréquence du champ alternatif.

6.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié la dynamique de renversement d'un film d'épaisseur micrométrique de grenat magnétique à aimantation perpendiculaire. Nous avons mesuré l'évolution du cycle d'aimantation selon la vitesse d'application du champ magnétique. Ces cycles ont mis en évidence l'activation thermique de la nucléation et de l'annihilation des domaines. Nous avons montré par microscopie résolue en temps qu'il existe une transition dans le mode de renversement, il est réalisé par une première nucléation puis par la propagation de bandes à basse vitesse et par la nucléation d'un réseau de bulles à haute vitesse¹.

Nous avons ensuite réalisé une étude séparée des processus de propagation de parois et de nucléation. L'étude sur la propagation a montré que la vitesse de paroi est proportionnelle au champ appliqué à basse vitesse, puis se sature due aux effets de précession de l'aimantation à haut champ². Cependant, la saturation mesurée est en dehors du cadre d'application des prédictions théoriques de Slonczewski et Malozemoff [76]. Il serait pertinent de poursuivre cette étude de la dynamique de paroi à haute vitesse et aux champs forts.

L'étude sur la nucléation montre des aspects très intéressants mais plus énigmatiques. Nous avons montré que la nucléation est un phénomène thermiquement activé. Cependant la fonction de distribution ne suit pas le modèle simple de Néel-Brown. Nous mesurons une distribution piquée après un temps d'attente jusqu'à plusieurs microsecondes. Ce résultat montre que l'on ne peut caractériser le renversement d'un système complexe à n degrés de liberté comme la nucléation par une fonction simple de type Arrhenius-Boltzmann. Il est en accord avec les simulations Monte-Carlo sur une assemblée de spins Ising réalisés par Tomita *et al.* [129]. Nous avons également montré que la barrière d'énergie pour la nucléation est gouvernée par la condition d'existence magnéto-statique d'une bulle à bas champ et qu'elle dépend du champ extérieur appliqué. A haut champ, nous avons montré que le concept de nucléation minimale par création d'une paire de parois de Bloch semble applicable à cet échantillon.

Sur la base de ces observations, nous pensons que la cause principale de la transition de propagation de bandes vers nucléation d'un cristal est à attribuer au retard à la première nucléation engendrée par l'activation thermique. Lorsque ce retard devient important, quand la montée en champ est très rapide, le champ effectif sur la couche est alors assez grand pour quasiment annuler la barrière d'énergie nécessaire à la nucléation. La nucléation prend alors place sous la forme d'un réseau organisé de bulles.

¹Bien qu'il existe une littérature extrêmement abondante sur les grenats magnétiques, nous n'avons pas trouvé de description de la transition du régime de propagation de paroi vers le régime de nucléation en cristaux de bulles. Il semblerait que l'étude dynamique des cycles d'aimantation et la transition du régime de propagation vers le régime de nucléation a déjà été réalisée par des équipes russes à la fin des années 80, nous n'avons cependant trouvé que les titres plus ou moins révélateurs des articles...

²Ce chapitre a montré, mais cela était déjà bien connu, que les grenats magnétiques sont un système modèle pour caractériser par exemple l'influence de la précession sur la propagation de parois. Ce matériau est toujours actuel, par exemple, il a encore été utilisé très récemment (2002) par C. Torres *et al.* afin d'affiner la connaissance des propriétés fréquentielles d'une paroi de Bloch [130].

Chapitre 7

Dynamique d'un film à aimantation piégée.

Le chapitre précédent sur les grenats magnétiques traitait les propriétés dynamiques de la nucléation et de la propagation d'une aimantation "libre" et gouvernée principalement par la précession. Dans ce chapitre nous nous intéresserons à la dynamique de renversement de l'aimantation de systèmes piégés, c'est à dire de couches ayant une grande densité de défauts structuraux. Nous étudierons trois systèmes dont le premier est une multicouche ultra mince de Cobalt/Platine. Ce système à aimantation perpendiculaire présente l'avantage d'avoir une très forte rotation Kerr, il est très facile de l'étudier par imagerie magnéto-optique. Lorsque l'on représente l'évolution dynamique du champ coercitif, les systèmes piégés présentent généralement une première dépendance en $1/\ln(dH/dt)$ puis à très haute vitesse le champ coercitif diverge. Nous avons principalement utilisé le système Co/Pt pour imager cette transition. Nous nous sommes également intéressés à la dynamique de renversement de systèmes planaires : un film de Cobalt polycristallin ainsi qu'une couche mince de manganite. Nous avons utilisé ces systèmes afin de pouvoir comparer les effets du temps et de la température sur un même système. Nous avons choisi d'étudier un film de cobalt polycristallin car il est un des matériaux standards du magnétisme. Le film de manganites nous a intéressé car il est caractérisé par une température de Curie relativement basse (comparée aux métaux de transition). Il nous a permis d'investir les propriétés dynamiques près du point de Curie. Ces résultats sont encore préliminaires. Mais nous pensons que leur interprétation complète pourra apporter beaucoup d'information sur les mécanismes précis du renversement de l'aimantation.

7.1 Multicouches cobalt platine.

Certaines multicouches métal de transition/métal non-magnétique ont la particularité d'avoir une direction d'anisotropie perpendiculaire lorsque l'épaisseur de la couche magnétique est de quelques plans atomiques seulement. Cet effet provient de la brisure de symétrie du cristal à la surface qui entraîne la création d'un fort moment orbital perpendiculaire. Il est préférable pour un électron d'avoir une orbite homogène dans le plan, plutôt qu'une orbite perturbée en dehors du cristal. Le couplage spin-orbite tend alors à aligner les moments magnétiques perpendiculairement à la couche. Cependant lorsque les films sont épais, ce terme est négligeable par rapport à l'anisotropie de forme qui tend à forcer l'aimantation dans le plan de la couche. D'une manière générale, l'anisotropie effective est déduite de la somme de l'anisotropie magnétocristalline, de forme et de

surface. L'effet de l'anisotropie de surface disparaît dès que l'épaisseur des couches dépasse une dizaine de plans atomiques. Le lecteur peut se référer à la référence [16] pour l'article de référence et à la référence [117] pour une revue assez générale de l'anisotropie d'origine microscopique.

Ces films ont été et sont toujours très étudiés car ils sont des candidats pour l'enregistrement magnétique en technologie perpendiculaire. En effet, la nature perpendiculaire de l'aimantation ainsi que la forte anisotropie de ces couches permet d'obtenir une plus grande densité de stockage, voir par exemple la référence [68]. Un autre avantage de ces systèmes est la forte rotation magnéto-optique [132]. Un dernier avantage est la possibilité de les coupler à un antiferromagnétique afin de réaliser une anisotropie unidirectionnelle perpendiculaire. Nous avons réalisé la partie dynamique d'une étude générale des multicouches à anisotropie perpendiculaire CoPt/FeMn qui n'est pas présentée dans cette thèse, voir la référence [42].

Les multicouches Co/Pt sont également d'un grand intérêt pour l'étude des propriétés fondamentales. Elles ont été utilisées pour vérifier les théories micromagnétiques statiques des configurations en domaines, de la même manière que les grenats mais pour des dimensions submicroniques [27][100]. Elles ont également été utilisées pour décrire les propriétés dynamiques de l'aimantation principalement basés sur l'activation thermique. On peut citer l'article fondateur de Bruno *et al.* sur le système Au/Co/Au [17] et le développement de cette théorie par Raquet *et al.* [97]. Ce même système a fait l'objet de très belles études par le groupe de Ferré sur la dynamique lente et la théorie de la reptation des domaines [37][71].

Nous avons choisi le système Co/Pt car il a la particularité d'avoir des centres de nucléation très bien définis. Il est donc possible de le mesurer de façon stroboscopique. Nous avons testé cette technique de mesure stroboscopique sur différents systèmes : FeSi, Grenat perpendiculaire, Co, FeNi et Co/NiO. Dans ces cas, si il est possible de trouver une structure en domaines en mesure statique, le passage à une mesure stroboscopique conduit à un dégradé de gris lors de la transition d'un état aimanté vers l'autre. Cet effet peut être la conséquence d'une structure en domaines de dimensions inférieures à notre résolution, mais nous pensons plutôt qu'il est associé à la non reproductibilité de la nucléation et/ou de la propagation car les configurations en domaines mesurées en statique diffèrent fortement d'un cycle d'aimantation à l'autre. L'échantillon présenté est une multicouche $(Co_{0.4}Pt_2) * 4 / Pt_2$ (en nm) fabriquée par pulvérisation cathodique. La croissance est polycristalline avec une taille caractéristique de grains de $7nm$. Les grains sont texturés [111], avec une rugosité moyenne inférieure à $0,15nm$. Ce type de croissance est cependant générateur d'une grande densité de défauts structuraux de toutes dimensions. Les tailles caractéristiques vont du joints de grains aux défauts macroscopiques visibles en microscopie optique.

7.1.1 Microscopie Magnéto-optique résolue en temps

Propagation lente d'une paroi piégée.

Nous avons premièrement réalisé une étude de propagation lente de paroi de domaines. La Figure [7.1] présente une illustration de la propagation de paroi en quasi statique par microscopie magnéto-optique. L'état de départ à champ nul est une fine ligne de dimension latérale inférieure à notre résolution qui s'apparente à une paroi à 360° . Ces lignes résultent du rapprochement entre deux domaines magnétiques de même direction. Lorsque l'on observe le cycle d'aimantation du film, on s'aperçoit que ces lignes s'annihilent pour un champ plus élevé que le champ de saturation global. Lemerle *et al.* ont démontré expérimentalement et théoriquement que ces lignes sont des

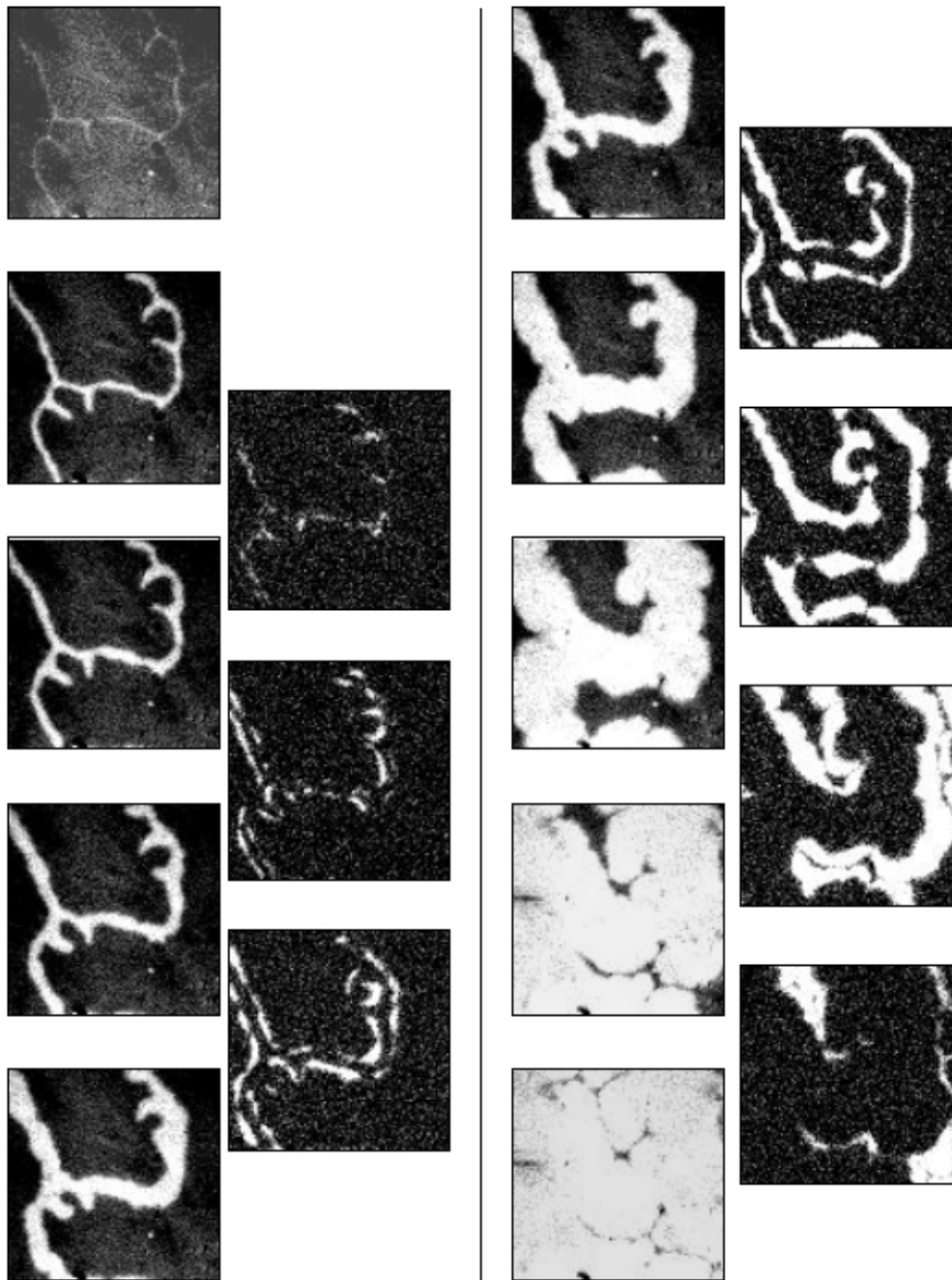


Figure 7.1 – Microscopie magnéto-optique $24 \times 24 \mu m$ de la propagation piégée d'une paroi de domaines. La partie gauche est l'image brute, la partie droite représente l'avancée de paroi entre deux images. La couche est soumise à une rampe de champ $dH/dt = 7.2 Oe/s$. La première image est à $H = 0$, la deuxième à $H = 70 Oe$, puis une image par seconde.

parois de domaines à 360° [70]. Ces parois sont la somme de deux parois classiques à 180° : si elles ont des chiralités opposées, les deux parois s'annihilent, sinon elles ont tendance à se repousser. La disparition de ces parois s'effectue par un bobinage équivalent à celui qui est observé aux échelles micrométriques sur les domaines en lignes des grenats magnétiques.

A partir de l'état en champ nul, nous appliquons une rampe lente de champ magnétique, $dH/dt = 7.2Oe/s$, tout en faisant l'acquisition d'une image par seconde. De $H = 0$ à $H = 70Oe$ le domaine initial s'élargit de façon progressive en 10 images car la largeur de ligne n'évolue pas et seul le contraste augmente. Cette évolution est irréversible car un retour en champ nul laisse le contraste intact. La distance minimale de saut pour une paroi est donc bien inférieure à 500nm, la résolution maximale de notre microscope. La propagation dans ce régime est dans le régime de reptation [71]. A partir de $H = 70Oe$, le processus de propagation devient quantifiable. Afin d'identifier les aires renversées, nous réalisons la soustraction numérique de deux images successives.

On constate qu'il existe une très grande densité de centres de piégeage car la paroi avance très lentement par sauts successifs très localisés. On remarque cependant que même lorsque certaines portions de paroi avancent d'autres portions restent piégées. Quelque soit l'aire renversée, la distance entre deux centres de piégeage reste grande devant la distance parcourue par la paroi. Cette dernière essaie donc de minimiser son énergie en gardant une configuration plane. L'aire renversée associée aux sauts augmente avec le champ appliqué. Ces observations sont cohérentes avec un processus de propagation de type avalanche. Une fois la paroi dépiégée, elle va pouvoir balayer un certain nombre de centres de piégeage avant de se piéger de nouveau, voir [144]. Enfin, lorsque l'on s'approche de la saturation, l'expansion des domaines tend à replier la paroi sur elle-même autour des centres de piégeage fort.

Microscopie résolue en temps.

Une condition nécessaire pour comprendre et pour pouvoir modéliser correctement le renversement de l'aimantation est de connaître la structure en domaines au cours du cycle d'hystérésis. A notre connaissance nous sommes les premiers à avoir pu imager la structure en domaines au cours du cycle d'hystérésis pour des dynamiques rapides sur ce type de systèmes. Usuellement le temps limitant l'acquisition est donné par la caméra. Comme les microscopes magnéto-optiques fonctionnent en analyseurs croisés, l'intensité lumineuse est très faible, ce qui conduit à des temps d'acquisition relativement long, $t_a \gg 100ms$. Afin de nous soustraire de cette contrainte, nous avons choisi d'utiliser une technique d'acquisition stroboscopique. Nous utilisons une source de lumière pulsée et synchronisée avec le champ appliqué. La source utilisée ici est une lampe flash de temps caractéristique $t < 1\mu s$.

La Figure [7.2] présente les résultats de cette étude. Le CoPt possède une rotation M.O. assez importante pour être imagé en mode mono-coup. Cependant, les centres de nucléation sont "reproductibles" sur cet échantillon. L'intérêt de faire une étude stroboscopique est de réaliser dans le même instant une mesure de la statistique associée à chaque centre. En effet, l'intensité du contraste sur un site permet de quantifier précisément la statistique associée. Une nucléation se réalisant à 100% des fois apparaîtra noire, une nucléation apparaissant une fois sur deux sera grise. Il est également possible de déterminer la distribution temporelle de l'événement. Si un centre nucléé la moitié du temps à $t + x$ puis l'autre moitié à t , le front de propagation de paroi aura eu le temps d'avancer d'une distance supplémentaire $v_{DW} * x$. On observera alors un contraste noir gris blanc.

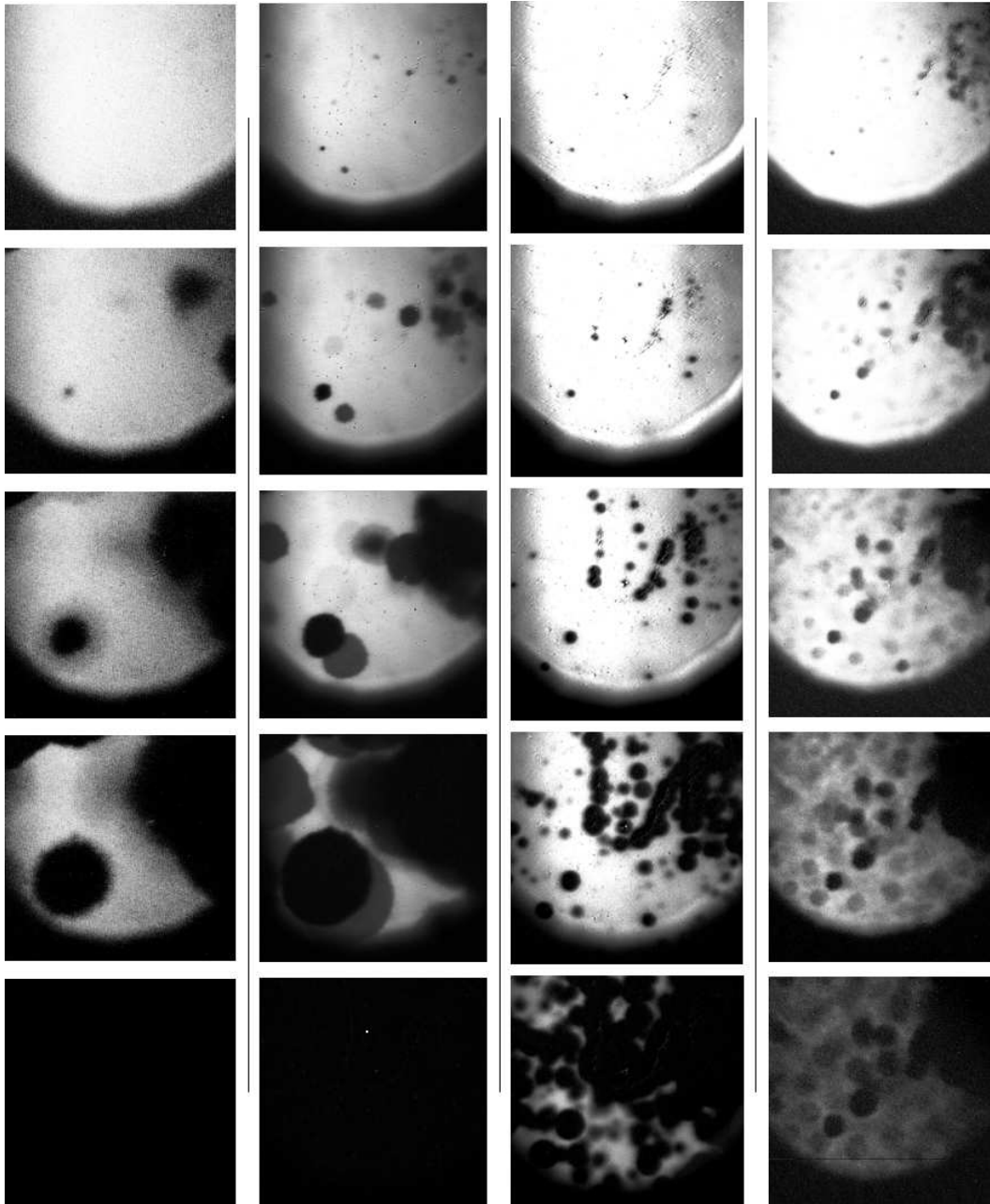


Figure 7.2 – Evolution dynamique de la configuration en domaines pour différentes vitesses de balayage du champ mesurée par microscopie Kerr résolue en temps. Le champ de vue est identique pour l'ensemble de la série : $245 * 245 \mu\text{m}^2$. De gauche à droite : $dH/dt = 20 \text{kOe/s}$, les images sont prises à $t = 8, 9, 10, 11, 12 \text{ms}$ après $H = 0$; $dH/dt = 600 \text{kOe/s}$, les images sont prises à $t = 400, 450, 500, 550, 600 \mu\text{s}$ après $H = 0$; $dH/dt = 4 \text{MOe/s}$, les images sont prises à $t = 52, 56, 60, 64, 68 \mu\text{s}$ après $H = 0$; signal carré d'amplitude 250Oe , les images sont prises à $t = 50, 70, 90, 115, 155 \mu\text{s}$ après $H = 0$.

A basse vitesse, $dH/dt = 20 \text{kOe/s}$, le nombre de centres de nucléation est faible, 4 centres sont visibles. Le front de propagation n'est pas net. La paroi est toujours dans un régime de minimi-

sation locale de son énergie. Sa progression reste très aléatoire. Les vitesses de front des parois varient de 4 à 14mm.s^{-1} entre le début et la fin du renversement.

Lorsque la vitesse de balayage augmente, $dH/dt = 600\text{kOe/s}$, le nombre de centres de nucléation augmente. La distribution spatiale des nucléi n'est pas particulièrement homogène sur l'échantillon, elle n'est pas corrélée aux défauts structuraux observables. L'origine thermiquement activée de la nucléation est clairement mise en évidence par l'apparition d'une forte gamme de contraste blanc, gris et noir. Certains sites se renversent toujours mais à des temps différents, d'autres semblent se renverser toujours au même instant mais pas systématiquement... Nous faisons remarquer que l'un des nucléi qui s'était retourné en premier à basse vitesse, celui en haut à droite, n'est pas celui qui se renverse en premier à une vitesse plus importante. Il semblerait donc qu'une hauteur de barrière faible n'est pas forcément corrélée avec un temps de renversement rapide... Une étude statistique précise est à réaliser.

Enfin à notre vitesse maximale de balayage ($dH/dt = 20\text{MOe/s}$), la densité augmente très fortement. L'influence de la structure se fait ressentir comme le montre le collier de nucléations au centre de l'image associé à une ligne de défauts visible optiquement. Les vitesses de parois mesurées sont de 19mm.s^{-1} en début de cycle à 2.2m.s^{-1} avant la saturation. On pourrait considérer cette expérience comme une affirmation de la transition d'un renversement par propagation vers un renversement par nucléation. Cependant, nous insistons sur le fait que même si la densité de nucléation augmente fortement avec la vitesse de balayage, la surface renversée par propagation de paroi est toujours très majoritaire par rapport à celle renversée par nucléations successives. En effet, le diamètre des nucléi est très largement inférieur à notre résolution. Si le renversement s'effectuait par nucléation pure, nous aurions dû observer une transition grise continue au cours du temps.

Ces expériences ont été réalisées avec une rampe de champ continue. Dans ce cas les centres de nucléation sont reproductibles. Nous avons également soumis notre échantillon à une marche de champ d'amplitude 250Oe , avec un temps de montée $25\mu\text{s}$. Lorsque l'échantillon est soumis à un champ constant la reproductibilité des centres disparaît ! Lemerle *et al.* ont montré que la nucléation d'un domaine dans un système similaire Pt/Co/Pt demandait le franchissement d'au moins trois barrières d'énergie [70]. On peut penser que si le système est soumis à une rampe de champ, une fois la première barrière franchie pour le centre de nucléation le plus faible (donc le plus reproductible), les autres vont suivre puisque le champ augmente. Par contre, si le champ est stable elles nécessiteront un deuxième temps d'attente avant le franchissement de la deuxième barrière. Dans ce cas, d'autres lieux de nucléation où la barrière première est plus importante auront eu statistiquement le temps de se renverser.

7.1.2 Mesures d'aimantation dynamique

Analyse des courbes de première aimantation.

L'étude en microscopie lente a confirmé la nature discontinue de la propagation de paroi. Notre résolution n'est cependant pas suffisante pour déterminer les volumes d'activation/Barkhausen. Nous avons utilisé le modèle de Bruno [17] pour quantifier les deux paramètres principaux de l'événement : le champ de propagation en champ nul H_P , ainsi que le volume de Barkhausen V_B . Pour ce faire nous avons mesuré l'aimantation de la couche en fonction de la vitesse de balayage du champ. Afin de pouvoir discriminer les basses vitesses de propagation de paroi du champ de première nucléation, l'expérience est réalisée à partir d'un état magnétique désaimanté.

La désaimantation est réalisée par l'application d'un champ alternatif $f = 10 \text{ kHz}$ d'amplitude exponentiellement décroissante. La structure en domaines est donnée en Figure [7.3].

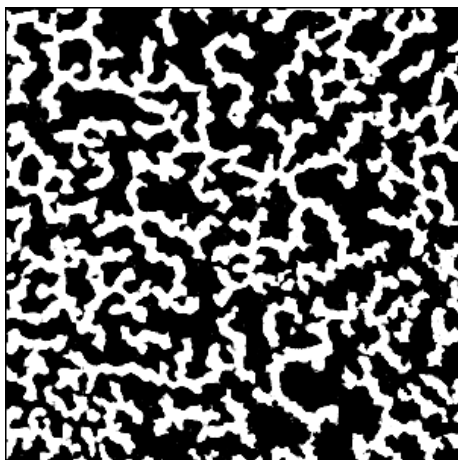


Figure 7.3 – Configuration en domaines après désaimantation alternative ($144 * 144 \mu\text{m}^2$).

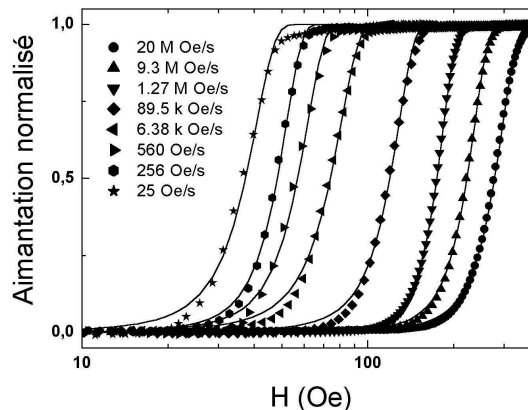


Figure 7.4 – Evolution de l'aimantation de l'état rémanent vers l'état saturé pour différentes vitesses de balayage du champ. Les symboles sont les données expérimentales, les lignes sont les ajustements aux moindres carrés du modèle de Bruno.

Le modèle de Bruno est basé sur deux assomptions principales : une activation thermique suivant une loi Arrhenius-Boltzmann et une barrière d'énergie unique. Si on suppose que l'aimantation varie de $M = 0$ à $M = 1$, on peut montrer que l'évolution dynamique de l'aimantation suit :

$$M(H, dH/dt) = 1 - \exp\left(-\frac{kT}{V_B M_S (dH/dt) \tau_0 e^{\frac{V_B M_S H_P}{kT}}} [1 - e^{-\frac{V_B M_S H}{kT}}]\right) \quad (7.1)$$

L'ajustement du modèle sur les données expérimentales est donné en Figure [7.4]. Il est excellent sur les courbes mesurées à très haute vitesse. Cependant à basse vitesse, la propagation réelle est légèrement retardée par rapport à la prédiction du modèle. Cet effet peut être corrigé en incluant une distribution des volumes d'activation ou de champs de propagation dans le modèle. Cependant, la qualité générale des ajustements ne nécessite pas l'ajout d'un degré de liberté supplémentaire. En effet, un inconvénient majeur de cette méthode d'ajustement est la très forte interdépendance des paramètres V_B et H_P , le coefficient de corrélation donné par nos ajustements est de 99.2% ! Notre programme de minimisation des moindres carrés ne permet pas le calcul de l'ellipse de confiance permettant de quantifier précisément les incertitudes du couple de paramètres. Nous estimons les erreurs autour de 20%, car si on fixe un paramètre à plus de 20% de sa valeur optimum, il n'est plus possible d'ajuster finement les données par une variation du deuxième. La Figure [7.5] présente l'évolution dynamique de ces paramètres. Le fort facteur de corrélation est visualisable lorsque l'on représente $1/V_B = f(H_P)$.

L'ordre de grandeur du volume d'activation est $V_B = 2.10^{-18} \text{ cm}^3$. Si on considère l'épaisseur magnétique effective de l'échantillon $t_{Co} = 1.6 \text{ nm}$, l'aire d'activation équivalente est $(35)^2 \text{ nm}^2$. V_B diminue fortement avec la vitesse de 4.29 à 0.910^{-18} cm^3 et parallèlement le champ de piégeage augmente fortement de 200 à 800 Oe. Ces résultats concordent avec ceux mesurés avec la même méthode par Raquet *et al.* [97] sur un système similaire Au/Co/Au. Cependant ils discréditaient ce comportement en supposant que le volume de Barkhausen et les champs de propagation

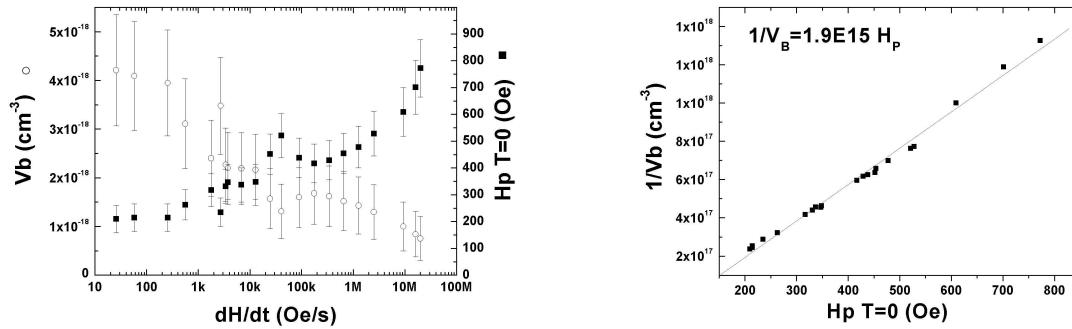


Figure 7.5 – A gauche, évolution dynamique du volume élémentaire et du champ de piégeage à température nulle. A droite, corrélation entre le champ de propagation à température nulle et le volume élémentaire.

et de nucléation sont a priori intrinsèques au matériau et ne peuvent donc pas dépendre d'une sollicitation extérieure.

Ils changent leur méthode d'analyse à haute vitesse et utilisent un modèle de nucléation pure. Ce modèle est équivalent au modèle de propagation de paroi hormis une dépendance quadratique de la barrière d'énergie. Les expériences de microscopie dynamique nous informent que la densité de nucléation augmente effectivement fortement avec dH/dt . Cependant même à très haute vitesse de balayage le renversement est très majoritairement d'origine propagatif. Nous ne pouvons donc pas discréditer cette évolution dynamique de V et de H_P .

Evolution dynamique du champ coercitif.

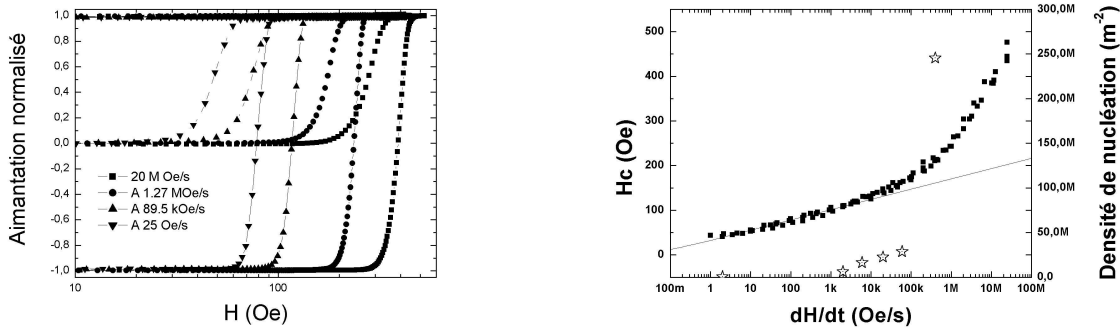


Figure 7.6 – A gauche, Comparaison entre le cycle d'aimantation complet et la courbe de première aimantation pour différentes vitesses de balayage. A droite, évolution du champ coercitif avec la vitesse de balayage du champ. La ligne représente l'ajustement dans le régime basse vitesse avec le modèle de Bruno.

Nous avons également mesuré avec précision l'évolution des cycles d'aimantation complets et du champ coercitif en fonction de la vitesse de balayage, Figure[7.6]. Au début, le champ coercitif suit une tendance en $\ln(dH/dt)$. Seulement une tendance car on peut très bien considérer que cette droite est simplement la tangente à une hyperbole de grand diamètre... Selon la disposition de cette tangente, nous retrouvons logiquement les variations de V_B et de H_P en fonction de dH/dt mesurés précédemment sur les cycles de première aimantation.

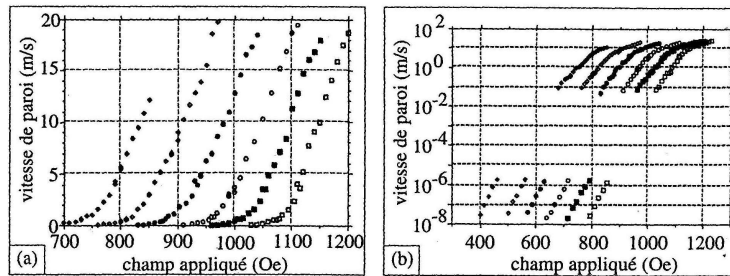


Figure 7.7 – Vitesse de paroi en fonction du champ appliqué et de la température pour un échantillon Au/Co/Au. De gauche à droite $T=45, 0, -30, -60, -123^{\circ}\text{C}$. D'après [59].

Dans une gamme de vitesses plus rapide, le champ coercitif diverge de cette approximation linéaire. Le report des densités de nucléation mesurées en microscopie (étoiles dans la Figure [7.6]) nous indique que ce décrochage coïncide avec une forte augmentation de la densité de nucléation.

Discussion

Raquet *et al* ont également développé un modèle d'accroissement de surface [97]. Ce modèle conjugue les idées de nucléation/propagation thermiquement activées à un modèle d'accroissement de surface. Le modèle est basé sur cinq paramètres reliés aux caractéristiques physiques du matériau qui sont : le nombre de centres nucléables, le taux de nucléation (supposé exponentiel), la vitesse de paroi (supposé linéaire ou exponentielle en champ), le diamètre des nucléi, et le volume élémentaire. Avec l'aide de l'imagerie, on peut déterminer quantitativement certains des paramètres, comme la vitesse de paroi ainsi que le taux de nucléation. Ceci permettra d'augmenter sensiblement la qualité des ajustements et de vérifier ainsi la pertinence de ce modèle.

Qualitativement, Raquet attribue la transition dans l'évolution du champ coercitif en fonction de la vitesse de balayage à deux possibilités : soit une transition vers un régime de nucléation pure, soit une transition des vitesses de paroi d'un régime thermiquement activé vers un régime visqueux. Notre expérience d'imagerie démontre sans ambiguïté que si la transition s'accompagne effectivement d'une augmentation importante de la nucléation, la propagation reste le vecteur dominant du retournement. Nous attribuons donc la transition plutôt à un changement vers le régime visqueux des vitesses de parois pour cet échantillon. A titre d'exemple, la Figure [7.7] présente l'évolution de la vitesse de paroi en fonction du champ et de la température pour un film assez similaire Au/Co/Au. On peut voir clairement que la vitesse de paroi est de type exponentielle à bas champ et linéaire à haut champ.

L'extraction de données quantitatives précises sur la base du modèle de Bruno et des cycles d'hystérésis ou de la dépendance dynamique du champ coercitif est sujette à caution. Le principal inconvénient de ce modèle est une mauvaise prise en compte de la variation d'aimantation en fonction de la surface de paroi développée. Cependant, Raquet *et al.* ont comparé les volumes mesurés selon les deux approches : intégration des constantes de temps (Bruno) et l'approche par accroissement de surface. Les deux outils donnent un même ordre de grandeur pour ces paramètres. Le modèle de Bruno est plus simple et fournit donc un outil intéressant pour pouvoir facilement comparer les propriétés intrinsèques d'échantillons similaires.

7.2 Influence de la température sur la dynamique de renversement de l'aimantation

7.2.1 Couche mince de Cobalt à aimantation planaire

Un film de cobalt polycristallin avec une épaisseur de $10nm$ a été réalisé par pulvérisation cathodique DC sous vide sur un substrat de Si partiellement oxydé. Cette technique d'élaboration est la plus simple, la plus rapide et la moins coûteuse. Ce film est donc représentatif de ceux qui peuvent être réalisés à grande échelle pour l'élaboration des composants spintroniques. Lors du dépôt, le film est soumis à un champ magnétique dans le plan de l'échantillon qui induit une anisotropie uniaxiale.

Réponse dynamique

Nous avons mesuré les cycles d'hystérésis dynamique du film par effet Kerr longitudinal. La région de mesure est de $500\mu m$, les cycles représentés dans la Figure [7.8] sont la moyenne de 1000 cycles. Il existe un inconvénient à ce fort moyennage. Nous disposons usuellement de plus de cent points de mesure lors de la transition d'un état saturé vers l'autre. Cependant nous ne pouvons pas faire la différence entre deux cas différents : soit la taille des domaines est inférieure à notre région de mesure, dans quel cas notre mesure est équivalente à une mesure macroscopique classique. Soit, la transition se fait par un balayage "instantané" de notre champ de vue ($500 * 500\mu m^2$) par une paroi de domaine. Dans ce cas la largeur de la transition après moyennage nous informe sur la distribution statistique de l'événement. Une mesure en microscopie quasi-statique montre une (quelquefois plusieurs) longue paroi plane qui balaie très rapidement notre champ de vue. Il est difficile de disposer une de ces parois dans notre champ de vue. La propagation semble très peu piégée par rapport à la multicouche Co/Pt étudiée précédemment. Des mesures en microscopie PEEM que nous avons récemment effectuées sur une vanne de spin *Co/Cu/FeNi* déposée sur un substrat plat de *SiO₂* montrent que la densité de domaines augmente fortement lorsque l'on applique des impulsions de quelques dizaines de nanosecondes de larges. La taille caractéristique des domaines (après une légère propagation) est de quelques microns. A haute vitesse les cycles sont donc probablement plus représentatifs de l'aimantation macroscopique.

La Figure [7.8]¹ présente l'évolution dynamique du champ coercitif du film. Une première partie est linéaire en $\log(dH/dt)$, de $10Oe.s^{-1}$ à $10kOe.s^{-1}$. Les variations de champ coercitif sont particulièrement faibles, H_c passe de $6,56Oe$ à $7,48Oe$ entre $6mOe/s$ et $9,2kOe/s$. Un ajustement de cette courbe par le modèle de Bruno permet de connaître la surface d'activation $A = V_B/t = (80nm)^2$ et la barrière d'énergie moyenne $\Delta E = 3,97.10^{-12}erg = 95,9kT$. La pertinence de l'application de ce modèle sur cet échantillon est très discutable étant donné le caractère très faiblement piégé de la propagation à basse vitesse.

Comme dans le système Co/Pt et d'autres systèmes étudiés dans les chapitres suivants, à plus haute vitesse il y a une transition vers une augmentation beaucoup plus rapide de la coercitivité. Nous avons essayé d'appliquer la méthode d'imagerie stroboscopique pour élucider la nature de la transition dans cet échantillon mais sans succès. Nous n'observons qu'une transition "grise"

¹Les rebonds observés sur le cycle d'aimantation le plus rapide sont dus à l'électronique de mesure. Le renversement de la couche de Co se fait dans des temps proches de la fréquence de coupure de notre électronique, sur un pic de suramplification, ce qui entraîne une légère oscillation.

lors du renversement de l'aimantation dû à un effet de moyenne. Cet effet est un signe de la non-reproductibilité du(des) centre(s) de nucléation primaire et/ou des propagations de paroi ou d'un renversement par nucléation successive avec des nucléi de tailles inférieures à notre résolution.

Nous avons attribué la transition de $H_c = f(dH/dt)$ pour le film de Co/Pt à un changement de régime pour les vitesses de paroi. Nous pensons que sur cet échantillon de Cobalt la divergence de $H_c = f(dH/dt)$ est plutôt à attribuer à une transition vers un régime de nucléation successive. Premièrement les mesures PEEM précédemment citées confirment une très haute densité de nucléation $d_n \simeq 0,5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$ à haute vitesse $dH/dt \simeq 100 \text{ GOe/s}$. Deuxièmement la nature de la transition est beaucoup plus brutale dans le cas du film de Co que dans le cas de la multicouche Co/Pt. Nous pensons donc qu'il y a également une transition brutale du mécanisme principal du renversement.

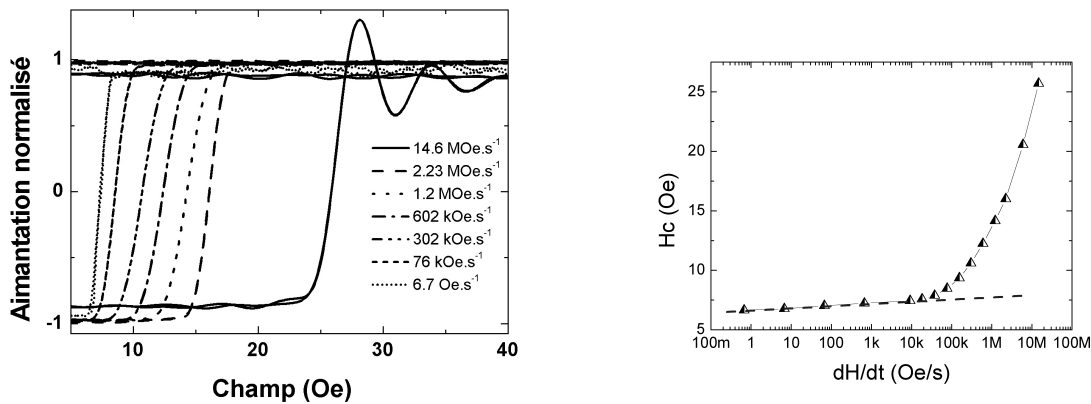


Figure 7.8 – A gauche, Evolution des cycles d'aimantations ; A droite, Evolution du champ coercitif en fonction de la vitesse de balayage du champ .

Comportement en température

Nous avons mené une étude des propriétés thermiques et dynamiques du film de Co en comparant la réponse dynamique du champ coercitif pour différentes températures. La Figure [7.9] présente les résultats de cette étude. L'effet de la température est un décalage de l'ensemble de la réponse dynamique vers un champ coercitif plus important lorsque la température diminue. Ce comportement met en évidence l'activation thermique des processus de propagation et de nucléation. La température ne semble pas avoir d'influence sur la transition d'un mode vers l'autre. L'origine de cette transition semble être purement dynamique.

L'évolution du champ coercitif en fonction de la température est beaucoup moins importante que celle causée par la dynamique. Il est difficile de faire la part des choses entre les variations des propriétés intrinsèques comme l'aimantation ou l'anisotropie, et l'augmentation du champ coercitif due à la baisse d'activation thermique. Les variations des propriétés magnétiques de la couche de cobalt sont *a priori* peu importantes dans cette gamme de température, M_S varie de 10% seulement dans la gamme de températures explorée, l'anisotropie varie usuellement plus rapidement que l'aimantation.

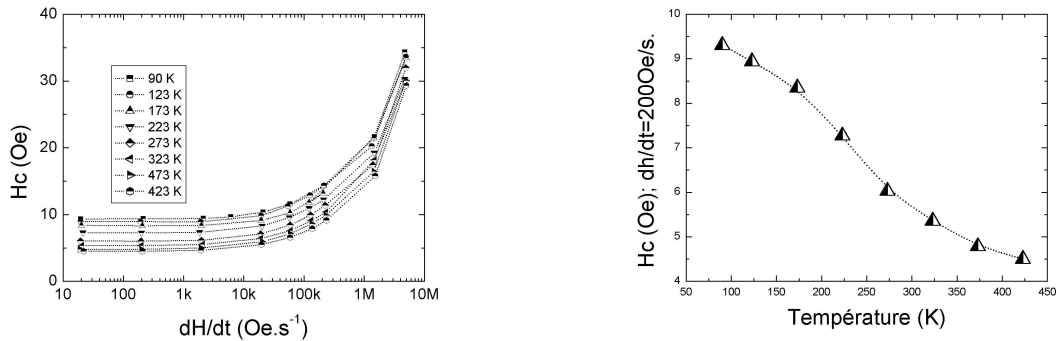


Figure 7.9 – A gauche, évolution du champ coercitif en fonction de la température et de la vitesse de balayage. A droite, évolution du champ coercitif quasi statique en fonction de la température, les pointillés sont un guide pour les yeux.

7.2.2 Couches minces de manganites : $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$

Certains membres de la famille des perovskites de manganèse ferromagnétiques présentent une forte magnétorésistance (dite magnétorésistance colossale ou CMR) au voisinage de la transition ferromagnétique-paramagnétique. Des calculs de structure électronique placent le composé étudié *LSMO* dans la classe des demi-métaux ferromagnétiques, c'est à dire à bande de conduction entièrement polarisée en spin. Plus que la CMR, cette propriété est d'un intérêt fondamental pour l'électronique de spin.

Le LSMO conduit usuellement à deux types d'études : d'un côté l'étude expérimentale de la demi-métallicité, de son existence et de sa robustesse vis à vis des excitations thermiques. De l'autre, la tendance est à l'incorporation de ce type de matériaux dans des structures magnétorésistives afin de mieux comprendre les dessous de certains mécanismes (spin tunnel par exemple) et éventuellement de les amplifier car ils sont à l'origine de dispositifs d'intérêt majeur pour l'industrie de l'enregistrement magnétique (tête de lecture à magnétorésistance géante ou mémoire non volatile MRAM à base de jonctions tunnel). Le film étudié ici peut constituer par exemple l'électrode inférieure d'une structure magnétorésistive.

$La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ peut être décrite comme un dopage en trous de la phase parent $LaMnO_3$. La valence mixte (Mn³⁺/Mn⁴⁺) ainsi créée induit un couplage ferromagnétique par le mécanisme de double échange. Ce mécanisme est une résonance des configurations Mn³⁺-O-Mn⁴⁺ et Mn⁴⁺-O-Mn³⁺, ce qui, outre le couplage ferromagnétique, conduit aussi à une délocalisation d'un électron. Pour une substitution du lanthane de 30% par un cation divalent, l'optimum de ferromagnétisme est atteint, la température de Curie est de 370 K en massif.

Le film étudié ici a été épitaxié par la technique de dépôt laser pulsé sur un substrat perovskite adapté $SrTiO_3(001)$. L'écart de paramètre de maille entre ce manganite et le substrat est légèrement inférieur à 1%. Le film a une épaisseur de 60 nm, ce qui est inférieure à l'épaisseur critique de relaxation. La croissance est donc pseudomorphe et le film est uniformément contraint (contrainte extensive). L'anisotropie magnétoélastique induite renforce le caractère facile du plan du film et dans ce plan crée une légère anisotropie d'ordre 4 avec pour axes faciles les axes binaires du plan. En quasi-statique, la rémanence est de 100% selon les axes binaires et de 70% ($= \cos \pi/4$) suivant les axes quaternaires.

Plus particulièrement, ce type de film est intéressant pour l'étude de la dynamique de reverse-

ment pour deux raisons : premièrement il possède une température de Curie facilement accessible. Contrairement au film de Co présenté précédemment, nous pouvons réaliser l'étude sur une très grande plage de variation de l'aimantation à saturation. Deuxièmement, ce film est d'une très grande qualité cristallographique car il est épitaxié sur un monocristal, l'aimantation devrait être "libérée" des contraintes structurales comme les joints de grains.

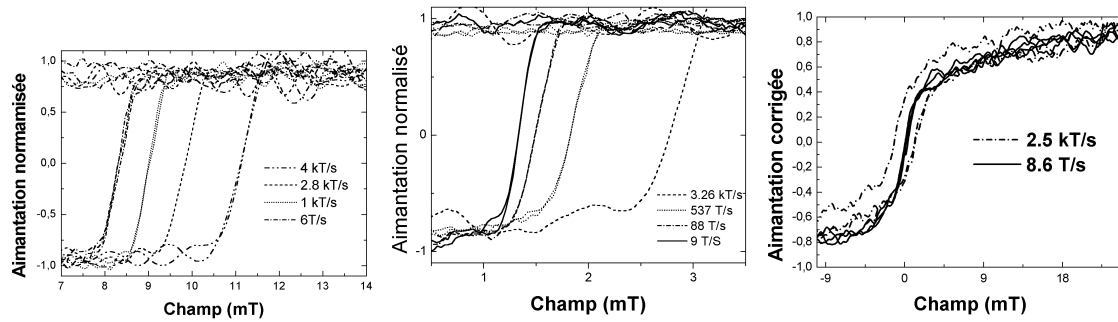


Figure 7.10 – Evolution des cycles d'aimantation de $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ en fonction de la température et de la vitesse de balayage. De gauche à droite : $T = 95, 320, 350 K$.

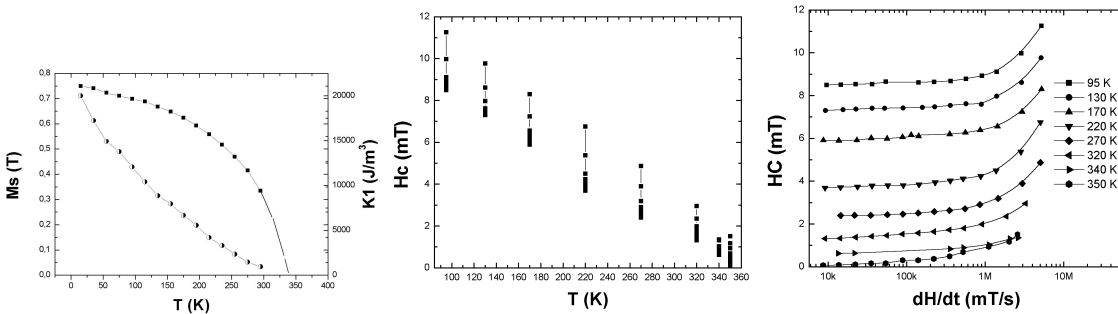


Figure 7.11 – Propriétés magnétiques statiques et dynamiques en fonction de la température de $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$. A gauche, variation d'anisotropie et d'aimantation. Au milieu, évolution du champ coercitif en fonction de la température, les points verticaux sont la projection pour les différentes vitesses de balayage. A droite, évolution du champ coercitif en fonction de la vitesse de balayage pour différentes températures.

La Figure [7.10] présente l'évolution comparée des cycles d'aimantation en fonction de la température et de la vitesse de balayage mesuré par effet magnéto-optique. A basse température, $T = 95 K$, et en quasi-statique, le cycle n'est pas complètement carré. Le champ coercitif est de $8.3 mT$, la transition se déroule sur $0.8 mT$. L. Ranno a mesuré par V.S.M. des cycles de reculs sur le même échantillon macroscopique $10 * 10 mm^2$. Cette mesure implique l'existence d'une structure en domaines lors du renversement. Cependant nous ne connaissons pas les tailles caractéristiques de la structure. L'évolution dynamique du champ coercitif présente une première gamme caractéristique linéaire en $\log(dH/dt)$. La pente est extrêmement faible, nous sommes en limite de résolution mais l'effet de traînage est perceptible. Le champ coercitif augmente de $0.5 mT$ entre 10 et $500 T/S$. Comme toujours à haute vitesse, le champ coercitif diverge avec la vitesse de balayage. Les cycles d'aimantation gardent pourtant une pente constante.

Lorsque l'on augmente la température, de 95 à $320 K$, le comportement général est équivalent à

celui mesuré sur l'échantillon de cobalt, c'est à dire un décalage vertical des courbes dynamiques. Cependant, contrairement au film de Co, le champ coercitif est beaucoup plus dépendant de la température que de la dynamique comme le montre la Figure [7.11]. Son évolution est linéaire en fonction de la température. Cette linéarité apparente est surprenante quand on compare l'évolution de $H_C(T)$ à M_S et $K(T)$. En effet, que l'on considère que le champ coercitif soit relié à la propagation où à la nucléation, les barrières d'énergie sont fonction de l'activation thermique qui est une fonction exponentielle de la température, de l'aimantation à saturation et de l'anisotropie qui elles aussi sont loin d'être des fonctions simples de la température.

A 350K, lorsque l'on s'approche de la température de Curie, la mesure devient difficile car l'amplitude de la rotation Kerr est fortement liée à l'aimantation à saturation. En quasi-statique, le cycle d'aimantation peut être approché par deux pentes. Ce type de cycles est usuellement caractéristique de particules superparamagnétiques faiblement couplées. Le cycle s'élargit à haute vitesse ce qui pourrait être le signe de la subsistance d'une structure en domaines dont l'évolution serait thermiquement activée. Nous restons cependant prudent en regard à l'amplitude du signal mesuré.

7.3 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié des films ferromagnétiques simples où la dynamique de l'aimantation est gouvernée par l'activation thermique et le piégeage de parois de domaines. L'ensemble de ces travaux est encore préliminaire et demande à être approfondi mais ils ouvrent de très intéressantes perspectives.

Nous avons utilisé la microscopie résolue en temps pour pouvoir comparer la structure en domaines et le cycle d'aimantation lorsque la vitesse de balayage du champ augmente sur une multicouche Co/Pt à aimantation perpendiculaire. A basse vitesse nous avons montré que les parois sont très fortement piégées par les défauts structuraux et avancent par sauts discrets. A bas champ, il existe des processus évolutifs dont les dimensions mesurées sont inférieures à $500nm$ et certainement beaucoup plus petites encore. A haut champ, les sauts de parois mesurés deviennent beaucoup plus importants. Il faudra faire la part entre des processus de type reptation de domaines [71] et des processus de type avalanche [144].

A plus haute vitesse, la propagation de paroi devient isotrope et les domaines sont circulaires. L'évolution dynamique du champ coercitif montre qu'une dépendance logarithmique de $H_C = f(dH/dt)$ reste une approximation contestable sur cet échantillon. Il présente une divergence de H_C à très haute vitesse. Si cette divergence s'accompagne effectivement d'une très forte augmentation de la densité de nucléation, nous avons montré que sur *cet* échantillon, la transition est dû à la dynamique de paroi. Celle-ci semble évoluer d'un régime de propagation piégé à un régime de propagation visqueux. Le régime piégé et activé thermiquement suit une loi de type $v \propto e^{\beta H}$, le régime visqueux une loi de type $v \propto \beta H$.

Nous avons également mesuré la dépendance en température des cycles d'aimantation dynamique sur un film de cobalt polycristallin et sur un film épitaxié de manganite. Le comportement est similaire pour les deux échantillons. Ils présentent une divergence de H_C à haute vitesse. Nous attribuons cette divergence de H_C à une transition d'un régime de propagation de paroi à basse vitesse à un régime de nucléation successive à haute vitesse pour le film de Co. L'effet de la température est un décalage vertical des courbes $H_C = f(dH/dt)$, plus la température diminue, plus H_C augmente. On remarque cependant que les effets dynamiques sont beaucoup plus importants

que les effets de la température sur le film de Co et inversement pour le film de manganites. Cependant les propriétés intrinsèques du magnétisme (aimantation, anisotropie) varient beaucoup plus fortement dans le cas du film de manganite que dans le cas du film de Co.

Quatrième partie

Dynamique de renversement d'un système couplé.

Chapitre 8

Les bicouches F/AF à base de NiO et Co.

Comme montré dans les chapitres précédents, le renversement des films uniaxiaux ferromagnétiques se fait principalement par la nucléation de domaines, puis par la propagation des parois. L'évolution dynamique du cycle d'aimantation permet la caractérisation de certains paramètres du renversement tels que le volume de Barkhausen ou la mesure des énergies de barrière associées à la nucléation ou à la propagation. Nous avons utilisé les techniques de mesures dynamiques de l'aimantation afin d'obtenir une meilleure compréhension des aspects fondamentaux de l'interaction d'échange F/AF. Après une description générale du couplage d'échange F/AF, je présente dans un premier temps les caractérisations statiques des bicouches cobalt(F)/oxyde de nickel(AF). Nous avons également étudié des tricouches couplées à 90^0 cobalt/oxyde de nickel/permalloy. Je présente les résultats de cette étude car elle nous renseigne sur les propriétés microscopiques du couplage. Une deuxième partie est consacrée aux propriétés dynamiques des bicouches Co/NiO. Ces mesures dynamiques nous ont permis la mise en évidence de la dépendance en champ externe appliqué du couplage d'échange.

8.1 Introduction au couplage ferro-antiferromagnétique.

Les effets de l'interaction d'échange à l'interface entre une couche ferromagnétique et une couche antiferromagnétique ont été découverts expérimentalement il y a plus de quarante ans. Les effets les plus notables sont une augmentation de la coercitivité et un décalage du cycle d'aimantation par rapport à $H=0$. En dehors de l'intérêt purement fondamental, ces systèmes ont été largement étudiés ces dix dernières années pour les applications spintroniques car ils permettent un excellent contrôle des propriétés de coercitivité ou d'anisotropie d'une couche ferromagnétique par exemple. Néanmoins, la physique de cette interaction est toujours controversée. J'introduis dans ce chapitre les effets génériques de cette interaction ainsi que les principaux modèles associés.

8.1.1 Aspects génériques.

La première mise en évidence du couplage magnétique existant à l'interface entre un matériau ferromagnétique et un matériau antiferromagnétique est attribuée à Meiklejohn et Bean sur une particule de Co oxydée en surface [79]. Les oxydes de métaux de transition comme le CoO sont antiferromagnétiques. L'effet a été nommé l'anisotropie d'échange. Les trois principales propriétés magnétiques associés au couplage F/AF sont :

Une anisotropie unidirectionnelle.

Cette anisotropie *unidirectionnelle* est rarement spontanée. Elle nécessite un refroidissement sous champ externe lors du passage de la température d'ordre du matériau AF. Ce mode de préparation permet de polariser le dernier plan atomique AF selon une même direction imposée par la direction de l'aimantation de la couche F adjacente. L'anisotropie unidirectionnelle apparaît comme un décalage horizontal du cycle d'aimantation.

Une augmentation du champ coercitif associé à la couche Ferromagnétique.

Cette augmentation du champ coercitif est spontanée. Elle ne nécessite aucune préparation magnétique particulière sur l'échantillon. Son amplitude peut être très importante.

Une valeur intégrée non nulle du couple dans une mesure rotationnelle du couple en champ fort.

Dans cette expérience, l'échantillon est placé dans un champ fort puis tourné à 360° . La mesure des variations angulaires du couple permet la détermination de l'anisotropie d'un échantillon. Si l'intégration du couple sur 360° donne une valeur non nulle, de l'énergie a été dissipée dans l'échantillon. Pour une couche F seule, l'intégration du couple donne une valeur nulle. Cela n'est pas le cas lorsque elle est couplée avec une couche AF, ce qui démontre que des processus irréversibles ont eu lieu dans la couche AF.

Cette interaction d'échange a été mesurée dans un très grand nombre de systèmes : des particules oxydées, des films F déposés sur des mono- ou polycristaux AF ou même ferrimagnétiques. L'échange existe dans des systèmes à aimantation planaire et perpendiculaire. Les caractéristiques de l'échange sont très dépendantes du système, voire même de l'échantillon étudié. Ce point met en exergue l'importance de la structure F/AF à l'interface par rapport aux propriétés de l'échange. Le lecteur peut se référer à la thèse de C. Mocuta pour une large revue bibliographique [81], ou à l'article de revue de Noguès et Schuller [88].

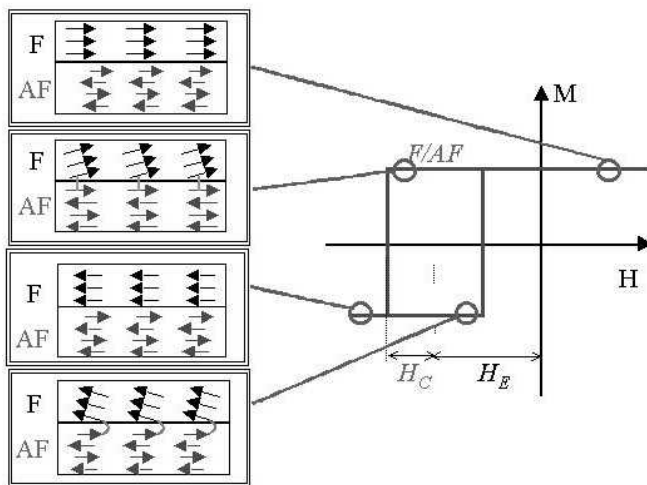


Figure 8.1 – Cycle d'aimantation d'une bicouche F/AF ainsi que les configurations micromagnétiques pour une interface idéale et $J < K_{AF}$.

La Figure [8.1] illustre le concept idéalisé de l'anisotropie d'échange défini par Meiklejohn et Bean. Les deux sous-réseaux magnétiques sont alignés parallèlement à l'interface. Cette dernière est parfaitement plane. Le moment net de l'AF est nul, mais le moment du dernier plan est maximum, on parle alors de plan non-compensé. Ce dernier plan est couplé ferromagnétiquement au

premier plan F d'une valeur J_C . Les deux sous-réseaux ont une anisotropie propre K_F , K_{AF} . Sur la base de ce simple modèle, on peut discuter l'importance relative des paramètres d'anisotropie et de couplage. :

Couplage faible, anisotropie AF forte :

Le point de départ du cycle est la configuration alignée parallèle après un refroidissement à travers la température de Néel de l'AF effectué sous champ positif. Lorsque le champ appliqué s'inverse, la couche F tend à s'aligner avec ce dernier. Le champ nécessaire au renversement est augmenté d'une valeur $H_E = \frac{\sigma}{M_F.t_F}$ où σ est l'énergie surfacique d'échange, M_F et t_F l'aimantation et l'épaisseur de la couche F. Lorsque l'on remonte la branche ascendante du cycle, on observe une hystérèse due à l'anisotropie de la couche F. Le couplage avec l'AF va permettre un renversement plus aisé sur la branche retour. Le champ de renversement dans ce sens est diminué d'une valeur H_E .

Couplage fort, anisotropie AF faible :

Dans ce cas, on observe un cycle d'aimantation symétrique. Le couplage est suffisamment fort pour entraîner derrière lui le renversement de la couche AF lors de chaque renversement de la couche F. Dans ce cas, on observe une très forte augmentation du champ coercitif dépendant linéairement de l'épaisseur et de l'anisotropie de la couche AF.

Dépendance en température :

Les variations de l'énergie d'anisotropie avec la température sont usuellement beaucoup plus importantes que les variations de l'énergie d'échange. Une variation de température est équivalente à une variation du rapport J_C/K_{AF} .

Limites de cette approche

Les valeurs prévues du couplage par cette approche sont 2 ordres de grandeur supérieures aux valeurs mesurées, $\sigma \sim 0.1 \text{erg.cm}^{-2}$ au lieu de $\sigma \sim 10 \text{erg.cm}^{-2}$. Les différents modèles présentés ci-après explorent plusieurs voies possibles pour expliquer cette diminution du couplage sans toutefois renier un couplage fort entre les deux couches à l'échelle atomique.

8.1.2 Approches théoriques

La modélisation du couplage F/AF reste un sujet difficile. Aucun modèle n'a réussi pour l'instant à décrire l'ensemble de la phénoménologie quelque soit le type d'échantillon. Nous présentons ici les principaux concepts utilisés pour décrire le couplage entre un F et un AF.

Création d'une paroi AF parallèle à l'interface.

Pour expliquer la différence entre la valeur attendue et mesurée du couplage d'échange, Mauri propose un concept simple [77]. Lorsque l'aimantation de la couche F est antiparallèle aux moments du dernier plan atomique de la couche AF, la frustration à l'interface est minimisée par la création d'une paroi de domaine parallèle à l'interface dans l'AF. La création d'une telle paroi a un coût $4\sqrt{A_{AF}K_{AF}}$. Le champ d'échange peut alors s'écrire $H_E = \frac{4\sqrt{A_{AF}K_{AF}}}{M_F.t_F}$. L'énergie d'échange est diminuée d'un facteur 100 par rapport au modèle initial.

Champ aléatoire

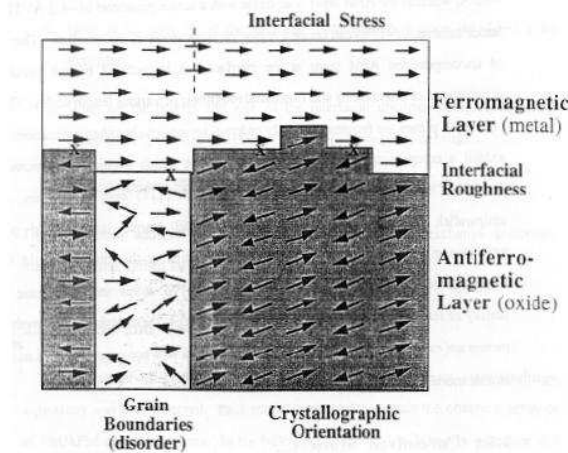


Figure 8.2 – Illustration de la complexité micromagnétique à l'interface entre une couche F et un polycristal AF. La couche F est soumise à un stress mécanique dû à la différence de paramètres de maille. L'interface est rugueuse, ce qui crée des frustrations locales. Le plan de croissance de l'AF peut-être aléatoire donc différent d'un grain à l'autre. Il existe un désordre fort dans les joints de grains...

Le modèle précédent était toujours basé sur une interface non-compensée ce qui est manifestement loin d'être le cas d'un système réel comme illustré par la Figure [8.1.2]. Un cristal AF comme l'Oxyde de Nickel, par exemple, possède une structure simple de type NaCl. Selon le plan cristallographique de l'interface, l'ordre des moments magnétiques pourra être soit F soit AF, donnant lieu à une interface purement compensée ou non-compensée. Mais même dans le cas d'un dernier plan cristallographique non-compensé, la rugosité atomique aléatoire sera génératrice d'un plan globalement compensé.

Afin de traiter le problème de la rugosité et de la frustration des interactions qu'elle implique, Malozemoff propose un modèle de champ aléatoire qui inclut la rugosité d'interface [74][75]. Les défauts atomiques à l'interface induisent un équilibre entre les différentes directions des moments de l'AF mais cet équilibre est générateur d'une grande frustration des interactions d'échange à l'interface. De manière statistique, l'énergie de frustration $E_F \propto \sigma/\sqrt{N}$, où N est le nombre de sites atomiques par unité de surface. L'effet de la rugosité est d'induire des zones de l'interface favorables à un alignement, et des zones favorables à l'alignement inverse. La couche AF se divise alors en domaines pour minimiser cette énergie. La taille de ces domaines sera donnée par l'équilibre entre l'énergie de frustration à l'interface et l'énergie de création de paroi de domaines perpendiculaire à l'interface dans l'AF. Malozemoff montre que le champ d'échange dans ce cas est $H_E = \frac{2\sqrt{A/K_{AF}}}{\pi^2 M_F t_F}$. Ce résultat est finalement très proche du modèle de Mauri pour des considérations micromagnétiques pourtant très différentes.

Couplage spin-flop

Comme mentionné avant, la rugosité est génératrice d'un dernier plan AF globalement compensé. Cette compensation implique une très grande frustration. N.C. Koon [64] propose un couplage de type spin-flop sur la base de calculs micromagnétiques. Le terme spin-flop signifie que les moments de l'AF se mettent à 90° des moments du F. Si cette forme de couplage permet d'expliquer l'augmentation de la coercitivité, il est cependant plus difficile d'expliquer la présence d'un champ d'échange.

Systèmes polycristallins

Les modèles précédents considéraient toujours un monocristal AF. McMichael et Stiles ont réalisé plusieurs modèles prenant en compte la nature polycristalline possible pour l'AF. L'idée principale de ces modèles est l'application du concept de superparamagnétisme aux grains AF [114][115][116]. Un grain ferromagnétique est superparamagnétique lorsque le désordre associé à la température n'est pas suffisant pour détruire l'ordre ferro à l'intérieur du grain, mais suffisamment important pour renverser l'aimantation du grain de façon aléatoire en fonction du temps. La fréquence de renversement doit être grande devant le temps de mesure. Ce concept permet principalement l'explication de l'augmentation de la coercitivité. Lorsque l'on renverse la couche F, on entraîne avec elle le renversement de la couche AF. Si on considère une distribution de tailles des grains dans l'AF, les petits grains superpara seraient générateur de la coercitivité, les gros grains fixes seraient générateur de l'anisotropie unidirectionnelle. Ce modèle décrit également assez bien les propriétés en fonction de la température.

8.2 Propriétés statiques du couplage d'échange de Co/NiO

8.2.1 Croissance

Nous avons étudié des bicouches Co/NiO ainsi que des tricouches Co/NiO/FeNi. Ces multicouches ont été réalisées au CEA Grenoble. Le procédé de croissance est similaire pour chaque échantillon [22]. Les différentes couches de métaux de transition et d'oxyde sont déposées à partir de cibles stoechiométriques par pulvérisation cathodique DC et RF, respectivement, sur un substrat Si [100] oxydé en surface. Les couches d'oxyde de Nickel ont la particularité d'être déposées à incidence oblique. Cet incidence a une très grande influence sur la microstructure de la couche déposée. Son effet est visualisé grâce aux propriétés magnétiques de la couche ferromagnétique déposée au dessus. Le dépôt en incidence oblique induit une direction de facile aimantation parallèle au plan d'incidence, indiquée par une flèche noire sur la Figure [8.3]. La croissance du NiO est colonnaire oblique et légèrement texturé [111] avec une distribution des tailles de grains entre 4 et 7 nm, Figure [8.4]. Nous pensons que le dépôt sous incidence oblique introduit une contrainte uniaxiale qui combiné au fort couplage magnéto-élastique du NiO confère à chaque grain une même direction d'anisotropie magnétoélastique. L'anisotropie magnetocristalline associée à chaque grain est plus importante que l'anisotropie magnétoélastique. Cependant, la couche de Co est sensible à une anisotropie effective qui est la somme des anisotropies conjuguées magnétoélastique et élastique. Il n'est donc sensible qu'à l'anisotropie magnétoélastique car la moyenne de l'anisotropie magnétoélastique est nulle due au caractère aléatoire des axes cristallographiques du NiO.

8.2.2 Cycles d'aimantation

Les propriétés statiques ont été mesurées sur des bicouches Co/NiO avec des épaisseurs de Co de 2,3,6 et 12nm, et de NiO 4,6,8,10,15 et 25nm. La Figure [8.5] présente les cycles d'aimantation caractéristiques des bicouches en fonction des épaisseurs relatives de Co et de NiO. La même figure présente également l'évolution de l'anisotropie mesurée du film de Co ainsi que le champ coercitif de la couche F en fonction des épaisseurs des couches F ou AF.

Les cycles d'aimantation selon l'axe facile sont carrés et symétriques. Il n'y a pas d'apparition d'un champ de décalage du cycle, seulement une forte dépendance du champ coercitif en fonction des épaisseurs relatives des deux couches. On observe une dépendance du champ coercitif en $1/t_{Co}$ pour une épaisseur de NiO donné. Cela se comprend parfaitement si on considère que l'éner-

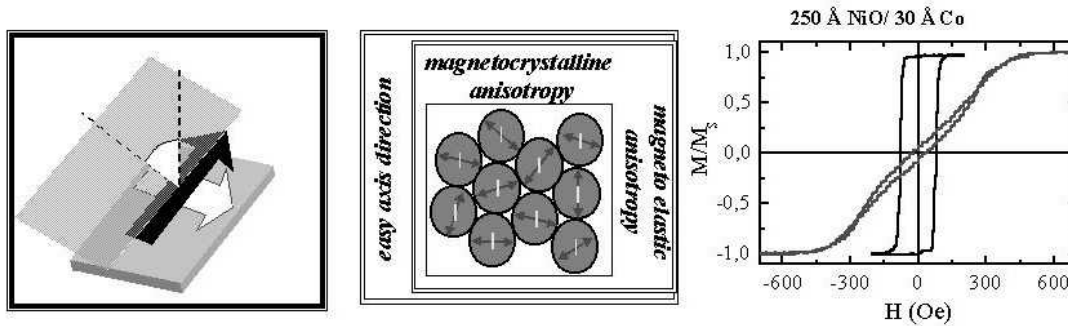


Figure 8.3 – Le dépôt en incidence oblique, à gauche, induit une forte anisotropie magnétoélastique commune à tous les grains (\parallel à la flèche noire). Cet effet est visualisé aux travers des propriétés de la couche F déposée, à droite.

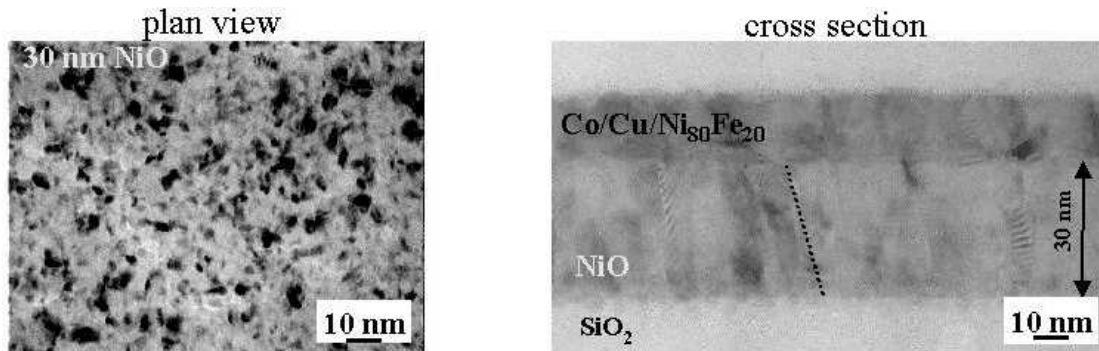


Figure 8.4 – Microscopie électronique à transmission perpendiculairement (à gauche) et parallèlement (à droite) à la surface, d'après les travaux de thèse de M. Cartier [21].

gie d'anisotropie provient de l'interaction à l'interface uniquement. Si cette énergie est constante, alors $H_c \propto \sigma/M_s t_{Co}$. Le champ coercitif semble évoluer quasi linéairement avec l'épaisseur de NiO pour une épaisseur de cobalt faible, $3nm$. Cette augmentation linéaire, ainsi que l'absence d'anisotropie d'échange peut s'expliquer par une réorganisation de l'AF à chaque renversement. Si le couple imposé à l'AF par la couche F est supérieur à l'anisotropie de l'AF, le renversement de la couche F entraînera avec elle la couche AF. L'énergie dissipée est alors proportionnelle au volume AF renversé, donc à l'épaisseur de la couche. Une autre hypothèse est une variation de l'anisotropie avec l'épaisseur de NiO. Alders *et al.* ont mesuré la dépendance de la température de Néel selon l'épaisseur de NiO[4]. T_N se stabilise vers la valeur du massif seulement après 50 monocouches, soit une vingtaine de nanomètres. L'anisotropie étant fortement corrélée à l'aimantation, on peut supposer que l'anisotropie varie également fortement avec t_{NiO} . Dans ce cas, on peut penser que la rotation des moments du Co entraîne la création d'une paroi dans le NiO. L'énergie de paroi dépend de l'anisotropie donc de l'épaisseur.

Les couches de Co déposées sans NiO sont isotropes. L'évolution de l'anisotropie de la couche de Co en fonction de l'épaisseur de NiO suit les mêmes variations phénoménologiques : $K_{Co} \propto 1/t_{Co}$. On peut donc affirmer que l'anisotropie de la couche de Co provient de l'interface uniquement. Puisque l'anisotropie dépend également de l'épaisseur de NiO, $K_{Co} \propto t_{NiO}$, on peut conclure sur le fait que l'interaction de couplage à l'interface est plus grande que l'anisotropie du

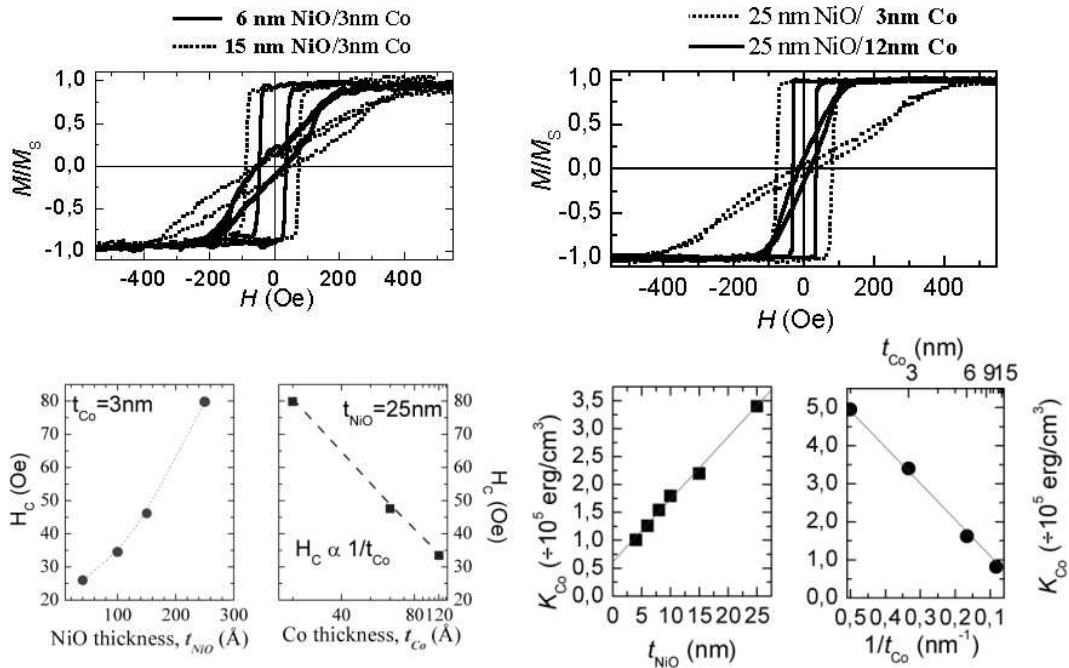


Figure 8.5 – Cycles d'aimantation facile et difficile des bicouches. L'évolution du champ coercitif ainsi que de l'anisotropie en fonction de l'épaisseur des différentes couches sont similaires. Une dépendance quasilineaire en fonction de l'épaisseur de NiO, en inverse de l'épaisseur de Co.

NiO. La nature de l'axe difficile proviendrait de la rotation des spins de l'AF forcée par le couplage à l'interface. Cette rotation peut soit entraîner l'ensemble du grain, soit provoquer la création d'une paroi de domaine dans le NiO.

8.2.3 Dépendance en température

Nous avons mesuré les cycles d'aimantation en fonction de la température pour l'échantillon où l'effet du couplage est le plus important : $t_{NiO} = 25$ nm, $t_{Co} = 3$ nm, Figure [8.6](a). Les cycles sont mesurés par VSM, la descente en température se fait à partir d'un état saturé de la couche ferromagnétique. On remonte à température ambiante entre chaque mesure.

Lorsque l'on diminue la température le premier effet est une augmentation de la coercitivité, Figure [8.6](c). Cette augmentation est attendue également pour un film ferromagnétique simple en raison du caractère thermiquement activé du renversement. Cependant en dessous de 200 K, il y a apparition d'une anisotropie unidirectionnelle. Cette transition correspond à la température de blocage des grains antiferromagnétiques. Lorsque l'on continue la descente en température le champ d'échange continu à progresser. Stiles et McMichael ont calculé numériquement la dépendance théorique de l'anisotropie unidirectionnelle en fonction de la température [115]. Leur approche est basée sur une dépendance en température de la probabilité de renversement d'un grain AF. Le renversement est de type nucléation d'une paroi parallèle lors du renversement de la couche F puis propagation. La loi de probabilité est de type Boltzmann avec une barrière d'énergie dépendante

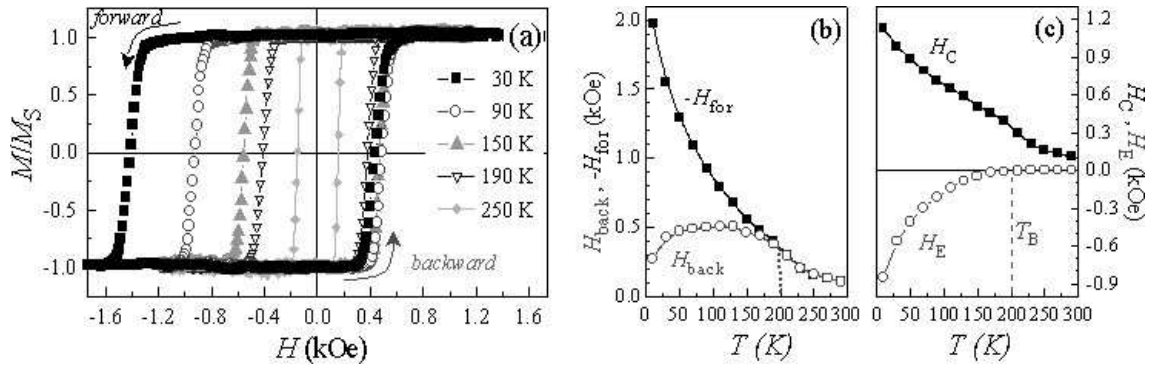


Figure 8.6 – A gauche, Evolution des cycles d’aimantation avec la température. Au milieu évolution du champ coercitif des branches ascendantes et descendantes du Co. A droite, évolution du champ coercitif et du champ d’échange avec la température.

de l’énergie de création de paroi. Les paramètres principaux du modèle sont :

$$r_0 = \frac{2J_{int}}{\sigma_{\delta w} a^2} \sqrt{\frac{2}{\pi N}} \text{ et } b = \frac{Na^2 \sigma_{\delta w 0}}{kT_N} \quad (8.1)$$

Où J_{int} est l’échange direct entre paires de spins à l’interface, $\sigma_{\delta w} = \sigma_{\delta w 0} (1 - T/T_N)^{5/6}$, l’énergie de paroi par unité de surface dans l’AF en fonction de la température, a la distance interatomique et N le nombre de spins à la surface d’un grain. r_0 représente le ratio entre l’énergie d’interaction à l’interface et l’énergie d’une demi paroi de domaines. L’énergie d’interaction à l’interface est pondérée par la distribution statistique des moments à l’interface et est proportionnelle à l’inverse de la racine de N , la taille d’un grain. Le deuxième paramètre b est le critère de stabilité thermique du grain. Il correspond au ratio entre l’énergie d’une paroi de domaine (multiplié par la taille du grain) divisée par l’énergie d’échange AF. Une comparaison simple entre nos données expérimentales et ce modèle nous donne $r_0 \sim 1$ et $b \sim 30$. Cela correspond à des grains de petites dimensions, fortement couplés à la couche F mais peu stables thermiquement.

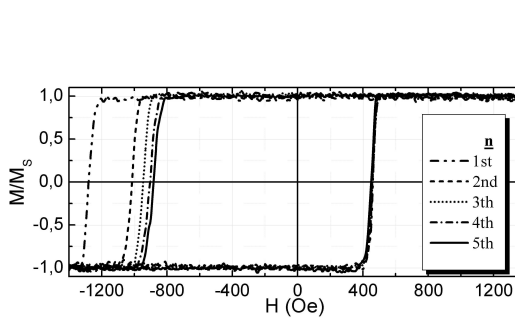


Figure 8.7 – Evolution des cycles d’aimantation avec le nombre de cycles effectués à $T = 50K$.

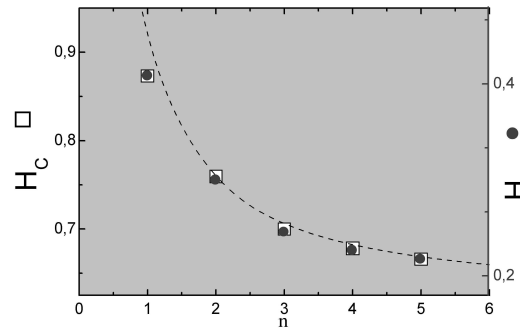


Figure 8.8 – Evolution du champ coercitif et du champ d’échange avec le nombre de cycles d’aimantation effectué à $T = 50K$. Les deux courbes suivent une loi en $1/N$.

A basse température, lorsque l’anisotropie unidirectionnelle est effective, la mesure de plusieurs cycles d’aimantation successifs met en évidence le phénomène de traînage magnétique. Lors de

la transition de la température de blocage, certains grains se fixent dans la direction privilégiée par la couche F. Mais cet état n'est pas l'état d'équilibre. Lorsque l'on cycle successivement la couche F on tend vers la configuration d'équilibre du système AF à cette température. Le champ coercitif, ainsi que le champ d'échange décroissent en $1/n$. Ce phénomène a été mesuré expérimentalement dans un grand nombre de systèmes avec un AF polycristallin, et jamais sur des AF monocristallins, voir [88] pour une revue. Cet effet est donc clairement associé à la relaxation des grains entre eux vers une configuration d'équilibre comprenant les frustrations à l'interface, et les frustrations inter-grains. Il est assez surprenant que cette relaxation n'est pas un effet symétrique. On remarque en effet que la relaxation agit seulement sur la branche descendante du cycle, lorsque le renversement de la couche F s'oppose à la couche AF. Cet effet non symétrique est également visible dans la dépendance en température des champs coercitifs des branches ascendantes et descendantes du cycles d'aimantation en Figure [8.6](b). Le champ coercitif de la branche ascendante (branche couplée positivement) augmente légèrement jusqu'à la température de blocage des grains AF (200K), puis se stabilise pour même diminuer en dessous de 50K. Le champ coercitif de la branche descendante continue à progresser lorsque la température diminue. On peut se référer à Suess *et al.*[121] pour explication récente basée sur des simulations micromagnétiques.

8.3 Couplage statique à 90° dans les tricouches FeNi/NiO/Co

Le couplage entre couches magnétiques séparées par une couche non-magnétique (NM) reste un des sujets importants de la physique des couches minces magnétiques, autant du point de vue fondamental, que du point de vue appliqué. Le premier type de couplage découvert fut le couplage peau d'orange, un chapitre lui est consacré dans cette thèse. Un autre exemple est le couplage RKKY (Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida) qui existe dans les multicouches métalliques. Les interactions d'échange magnétiques dans les métaux sont supportées par les électrons de conduction. Leur action est à très longue portée. Cette interaction est oscillante, et conduit à un couplage F ou AF selon l'épaisseur de la couche NM [18]. Dans le cas d'une couche non-magnétique isolante, il existe une interaction qui décroît exponentiellement avec l'épaisseur. Cette interaction est portée par les électrons qui tunnelent à travers l'isolant. Dans le cadre d'une couche interstitielle AF, il est évident que le couplage aux interfaces et la structure micromagnétique dans l'AF seront les acteurs principaux du couplage [140][112]. Des études expérimentales récentes ont démontré l'existence d'un couplage à 90° dans les multicouches F/AF/F, en utilisant Mn [38][24] ou NiO [133] comme AF. Deux autres expériences réalisées avec FeMn comme AF ont montré une dépendance en fonction de l'angle entre les directions d'aimantation des couches F et l'épaisseur de l'AF [141][142]. Un inconvénient de ces études (excepté [142]) est l'utilisation du même matériau F pour la couche supérieure et inférieure. Cette situation complique la mesure dans le sens où il est difficile de séparer les contributions magnétiques des différentes couches.

L'étude présentée ici démontre l'existence d'un couplage à 90° dans des multicouches FeNi/NiO/Co mesuré par effet magnéto-optique et confirmé par dichroïsme des rayons X. Des simulations micro-magnétiques confirment que la rugosité à l'interface ainsi que les anisotropies relatives aux différentes couches magnétiques sont les paramètres essentiels du couplage.

8.3.1 Mise en évidence du couplage à 90°

Les tricouches ont été réalisées durant le même cycle de dépôt par pulvérisation cathodique, Figure [8.9]. Le substrat utilisé est un monocristal de Si (100) oxydé en surface. Une première couche

tampon de Cu est utilisée pour favoriser une texture [111] et éviter un mode de croissance tri-dimensionnel du $Fe_{20}Ni_{80}$ sur un substrat amorphe [21]. L'épaisseur de la couche magnétique inférieure de FeNi est de 10nm . La couche de NiO est déposée sous incidence oblique pour des épaisseurs de 4 à 25nm . La couche magnétique supérieure est constituée de 2nm de Co. La tricoche est protégée de l'oxydation par une couche de Cu de 4nm . Aucune anisotropie n'a été observée lors du dépôt d'une couche unique de FeNi sur Cu. La mesure précédente des bicouches NiO/Co a montré que le dépôt en incidence oblique de NiO induit une direction d'anisotropie sur la couche de cobalt.

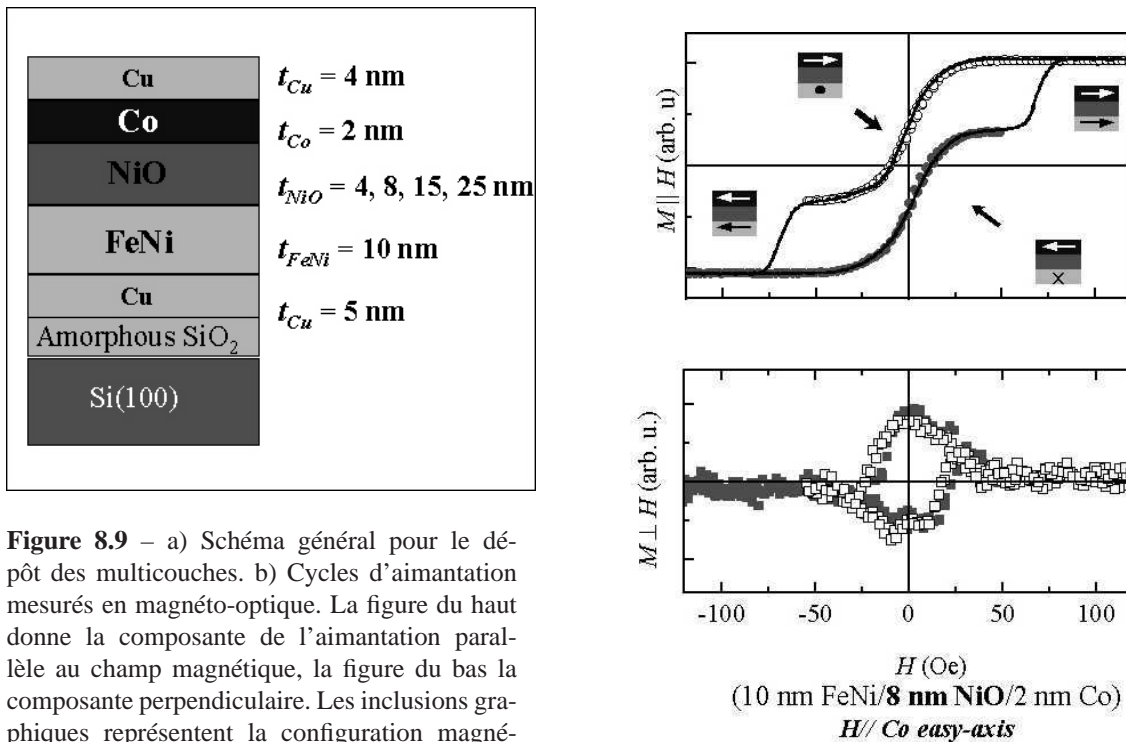


Figure 8.9 – a) Schéma général pour le dépôt des multicouches. b) Cycles d'aimantation mesurés en magnéto-optique. La figure du haut donne la composante de l'aimantation parallèle au champ magnétique, la figure du bas la composante perpendiculaire. Les inclusions graphiques représentent la configuration magnétique de la tricoche au cours du cycle.

La Figure [8.9] présente les cycles d'aimantation de la tricoche $FeNi/NiO\ 8\text{nm}/Co$ selon les directions parallèle et perpendiculaire au champ. Aucune anisotropie unidirectionnelle n'est mesurée, que ce soit pour la couche de Co ou de FeNi, à température ambiante. La réponse de l'aimantation parallèle au champ correspond à la somme entre un cycle réversible selon un axe dur (rotation cohérente) pour le FeNi et un cycle irréversible (nucléation/propagation) selon un axe facile pour la couche de Co. L'aimantation perpendiculaire change de sens lorsque le Co se renverse. On remarque que l'aimantation du FeNi décrit un cercle pour chaque cycle effectué sur le Co. Dans un cas idéal, l'aimantation du FeNi pourrait a priori pointer dans la même direction quelle que soit la direction d'aimantation dans la couche de Co. Cependant, un léger désalignement entre la direction du champ appliqué et l'axe d'anisotropie du FeNi aura cet effet de renverser la direction d'aimantation du FeNi pour chaque cycle effectué sur le Co. Une mesure identique sur un échantillon pivoté à 90° dans le plan de la surface décrit la situation inverse, un cycle difficile pour la couche de Co et facile pour la couche de FeNi.

Pour confirmer le couplage à 90° , nous avons réalisé une mesure XMCD, sur la ligne de lumière

ID 8 de l'ESRF. Cette mesure permet d'obtenir les cycles d'aimantation spécifique à un élément chimique. Cette mesure directe confirme ce que nous avons pu mesurer de façon indirecte en technique magnéto-optique, voir Figure [8.10].

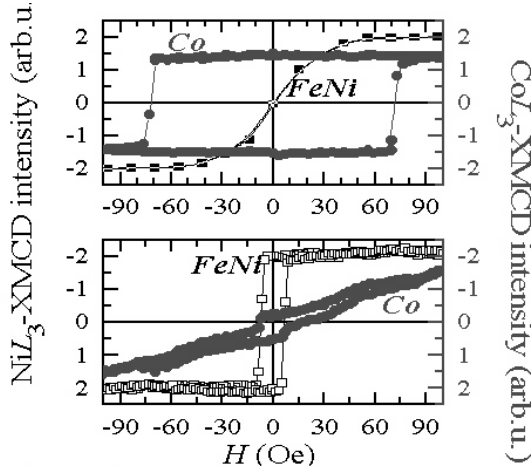


Figure 8.10 – Cycles d'aimantation de $FeNi_{10nm}/NiO_{8nm}/Co_{2nm}$ avec sélectivité chimique pour un champ appliqué parallèle à l'axe facile du Co en haut, puis perpendiculaire à ce même axe, en bas.

8.3.2 Propriétés magnétiques en fonction de l'épaisseur de NiO

Nous avons ensuite mesuré les cycles d'aimantation pour différentes tricouches en fonction de l'épaisseur de l'AF. Les résultats sont présentés en Figure [8.11] et [8.12]. On observe une augmentation quasi linéaire du champ coercitif du Co lorsque t_{NiO} augmente. La pente de cette droite est le double de celle qui a été mesurée pour les bicouches. Nous avons montré précédemment que l'augmentation du champ coercitif avec t_{NiO} était causée par le renversement des grains de l'AF. Dans le cas d'une tricouche, l'énergie de renversement des grains est augmentée car la partie inférieure de la couche AF n'est plus libre comme dans le cas précédent. L'énergie de renversement d'un grain doit être augmentée d'un facteur équivalent à la relaxation des moments AF à l'interface avec le FeNi.

L'intensité du couplage entre les deux couches F est mesurée via le champ de saturation H_S , nécessaire pour aligner les couches de FeNi et de Co. Le couplage diminue inversement avec l'épaisseur de NiO. Cette dépendance peut être caractéristique de la création d'une paroi de domaine à 90° parallèle à l'interface dans la couche AF. Si on reprend l'analogie avec les systèmes F, avec un terme d'anisotropie négligeable et une couche constituée de N plans :

$$E_{DW} \approx J_{AF} \sum_{i=1}^N [1 - \cos(\Theta_{i+1} - \Theta_i)] \quad (8.2)$$

Pour une paroi à 90°, $\Theta_{i+1} - \Theta_i = \frac{\pi}{2N}$. L'énergie de paroi dérivée est alors $E_{DW} = J_{AF}\pi^2/8N$. On peut poser $N = t_{AF}/d_{AF}$, avec d_{AF} la distance entre plans atomiques. Finalement :

$$H_{SAT}^{FeNi} M_S^{FeNi} t_{FeNi} \approx J_{AF} \frac{\pi^2 d_{AF}}{8 t_{AF}} \quad (8.3)$$

A titre d'exemple, l'énergie de paroi calculée à partir du champ de saturation du FeNi pour $t_{NiO} = 5nm$ est de $0.12erg/cm^2$.

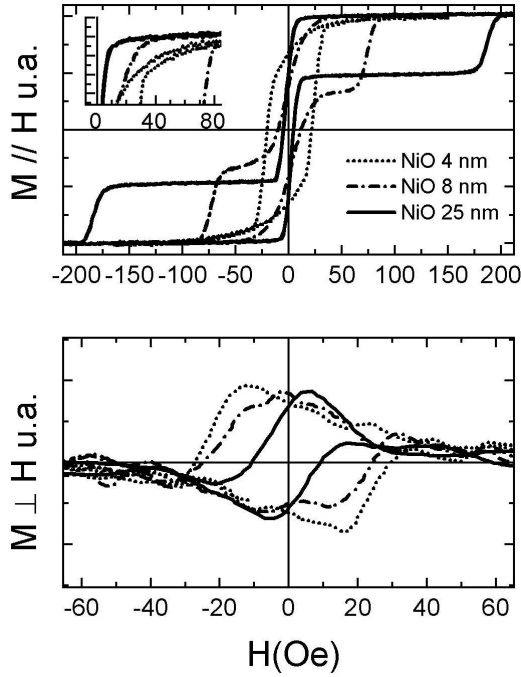


Figure 8.11 – Cycles d'aimantation selon l'axe facile du Co en fonction de l'épaisseur de NiO

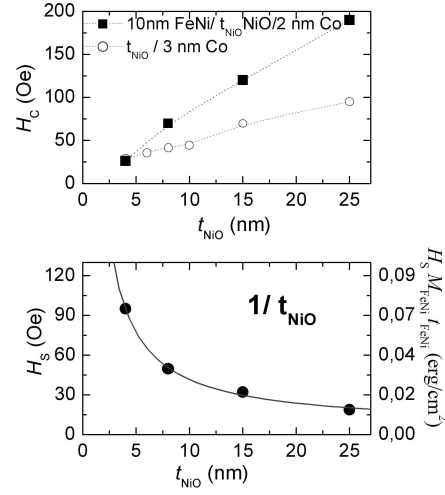


Figure 8.12 – Dépendance des propriétés magnétiques des couches F en fonction de l'épaisseur de la couche AF. En haut, comparaison de la dépendance en t_{NiO} du champ coercitif de la couche de Co entre les tricouches ■ et les bicouches ○, en trait plein l'ajustement réalisé pour $H_s \propto 1/t_{NiO}$. En bas, dépendance du champ de saturation de la couche de FeNi en fonction de l'épaisseur de NiO.

8.3.3 Comparaison avec les calculs micromagnétiques

Afin de mieux comprendre les différentes interactions dans la multicouche comme les interactions aux interfaces et l'évolution micromagnétique de la couche AF, nous avons mené une modélisation micromagnétique de la tricouche. Ce travail est une partie de la thèse de F. Ernult [32] sur l'anisotropie d'échange des multicouches basés sur Co, FeNi et NiO. Le système est décrit comme un réseau parallélépipédique tridimensionnel de spins Heisenberg de côté 50×32 et de hauteur 34 spins. 13 couches sont associées au FeNi, 14 au NiO et 7 au Co. Une rugosité aléatoire est introduite aux deux interfaces F/AF. L'énergie du système est la somme usuelle des termes d'échange, d'anisotropie et Zeeman :

$$E = - \sum_{i, F_1, AF, F_2}^N \vec{H} \cdot \vec{S}_i + K_{(F_1, AF, F_2)} \sum_i (\vec{n}_{(K)} \cdot \vec{S}_i)^2 - J_{(F_1, AF, F_2)} \sum_{i, j \neq i} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j - J_{F/AF} \sum_{i, j \neq i} S_{i, F} \cdot S_{j, AF} \quad (8.4)$$

L'énergie du système est minimisée en utilisant un algorithme basé sur la technique du gradient-conjugué. Les constantes d'échange des différentes couches sont extrapolées à partir des températures d'ordre.

Les anisotropies utilisées sont celles mesurées. On considère que l'anisotropie de FeNi est nulle. L'anisotropie du Co est définie grâce aux mesures statiques sur les bicouches. L'anisotropie du NiO est dérivée de l'anisotropie du massif associé au modèle de champ aléatoire, $K_{eff} = K_{massifs} / \sqrt{N}$, où N est le nombre de grains d'axe d'anisotropie aléatoire associés à la taille caractéristique des

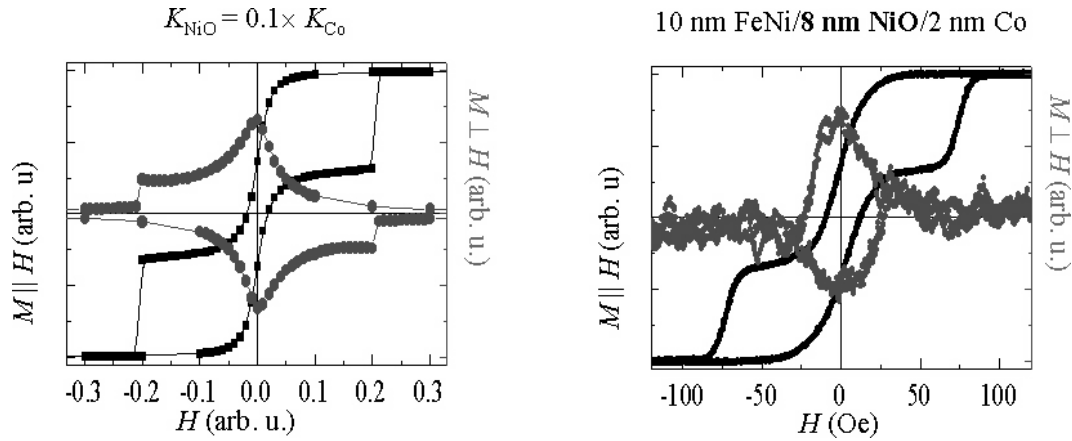


Figure 8.13 – Comparaison entre un cycle d'aimantation calculé à droite, et un cycle mesuré à gauche.

domaines dans la couche F, $40 < N < 500$ extrait des mesures dynamiques présenté ci-après. Le modèle utilisé ici est un modèle de spins atomiques, c'est à dire un modèle applicable à un monocristal. Il ne rend pas compte de certaines caractéristiques réelles de notre échantillon, telle que la forte interdiffusion des éléments chimiques aux interfaces, la nature polycristalline de l'AF ou les frustrations aux joints de grains AF. Néanmoins ces simulations décrivent qualitativement les résultats obtenus (Figure [8.13]), pour la condition nécessaire suivante : $K_{Co} \gg K_{NiO} \gg K_{FeNi}$.

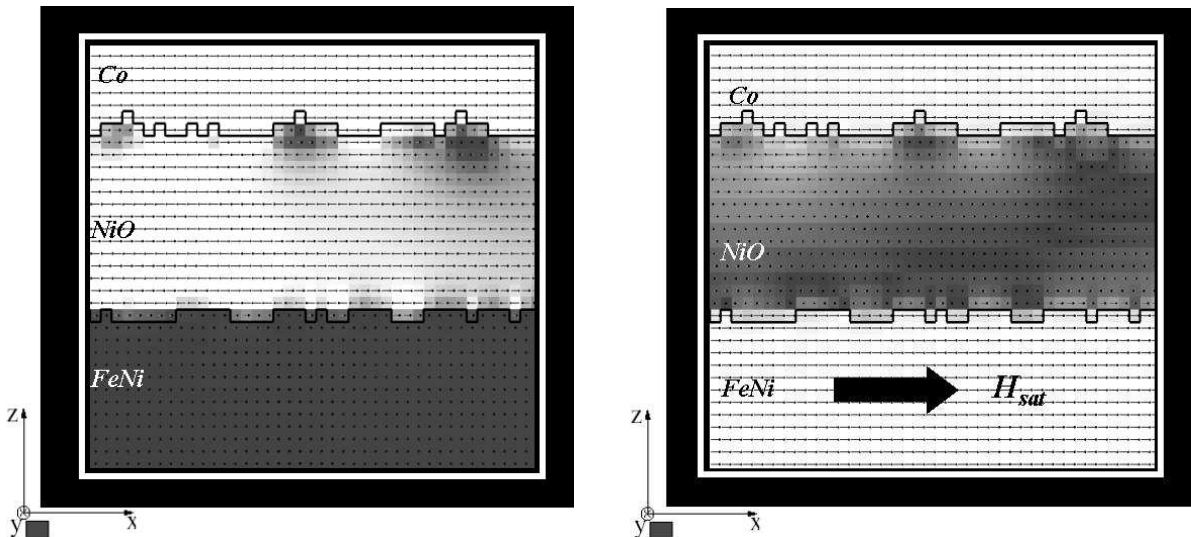


Figure 8.14 – Configuration micromagnétique de la tricoche en champ externe nul à gauche, et à H_{SAT} à droite.

Il est intéressant de visualiser les configurations micromagnétiques du système pour les deux cas limites, $H = 0$ et $H = H_{SAT}$ présenté en Figure [8.14] :

En champ nul, le couplage entre la couche de FeNi et de NiO est de type spin-flop. Afin de limiter l'énergie de frustration induite par les rugosités, la couche de FeNi se place perpendiculairement à la couche de NiO. Cette énergie de frustration est cependant inférieure à l'énergie d'anisotropie

de l'AF car à l'interface entre le Co et le NiO, l'effet de la rugosité est relaxé extrêmement rapidement, quelques plans atomiques seulement. Les deux couches ont donc tendance à s'aligner parallèlement.

Lorsque l'on applique un champ supérieur au champ de saturation des deux couches F, le type de couplage aux interfaces est identique. Les spins du NiO à l'interface avec le FeNi se retrouvent à 90° de ceux à l'interface avec le Co. Il y a alors création d'une paroi à 90° . Cette dernière est loin de prendre la forme d'une paroi idéale. Il y a plutôt formation de diverses parois selon la position. Néanmoins, l'énergie de ces parois devraient dépendre de l'épaisseur de la couche AF de la même manière qu'une paroi idéale.

8.4 Influence du couplage d'échange sur la dynamique de renversement des bicouches Co/NiO.

8.4.1 Cycles d'aimantation dynamiques

Afin de mieux comprendre la nature du couplage d'échange, nous avons réalisé une étude de la dynamique de renversement de l'aimantation dans les bicouches NiO/Co. L'apport de ce type d'étude est la connaissance du mode de renversement. Le mode du renversement nous informe sur la nature du couplage, sa force et ses dimensions caractéristiques. L'étude est similaire à celle qui a été présentée dans la deuxième partie de cette thèse sur les couches simples de Co. Elle utilise le modèle de renversement thermiquement activé de Bruno.

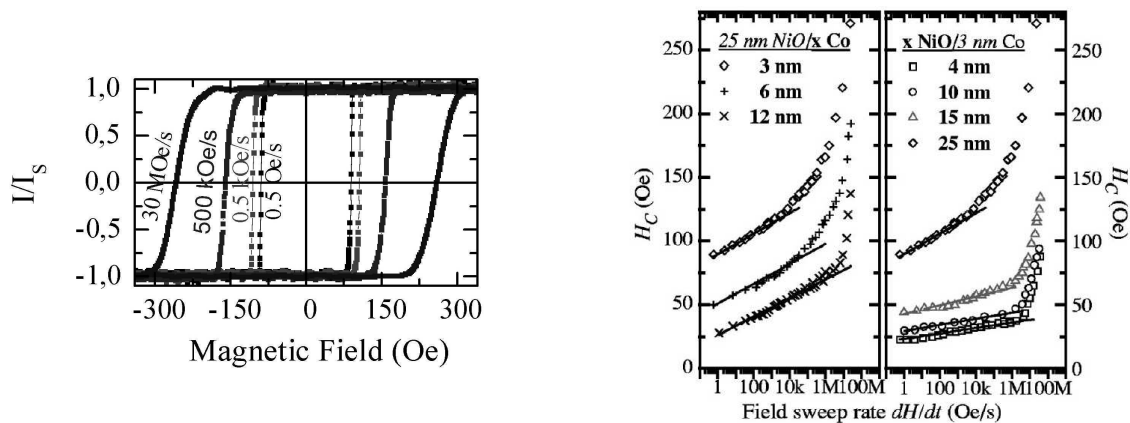


Figure 8.15 – Evolution dynamique du cycle d'aimantation de NiO_{25nm}/Co_{3nm} à gauche, dépendance en vitesse de balayage du champ du champ coercitif des différents échantillons à droite. Les symboles sont les données mesurées, les lignes sont les ajustements linéaires utilisant le modèle de propagation de paroi thermiquement activée.

La Figure [8.15] présente les résultats bruts de cette étude. Les cycles qui sont carrés en quasi-statique s'élargissent fortement et se lissent. Il n'y a pas d'apparition d'anisotropie unidirectionnelle comme le proposait Stamps [113]. Son idée était que comme l'absence de champ d'échange était due au renversement thermiquement assisté, lorsque la vitesse de balayage augmente on devrait atteindre un point où l'on ne laisse plus assez de temps aux grains pour relaxer et donc voir apparaître le champ d'échange. Nous avons également mesuré la réponse dynamique de

8.4. INFLUENCE DU COUPLAGE D'ÉCHANGE SUR LA DYNAMIQUE DE RENVERSEMENT DES BICOUCHES

Co_{3nm}/NiO_{10nm} jusqu'à $100GOe/s$, soit des temps caractéristiques de $10ns$ sans voir apparaître de tels effets, voir en Figure [8.17].

Le nombre total de cycles effectués sur les bicouches lors des expériences est très important, jusqu'à $n \simeq 10.10^6$. On peut donc supposer que les configurations en domaines dans l'AF ont eu le temps nécessaire pour relaxer comme dans les mesures de traînage présentées en Section [8.2.3].

Lorsque l'on représente l'évolution dynamique du champ coercitif en fonction de la vitesse de balayage du champ, on s'aperçoit que le mode de renversement diffère fortement selon les épaisseurs relatives des couches F et AF. Les couches peu piégées avec une faible épaisseur de NiO ont une évolution très nette en deux étapes. Une première étape est une évolution linéaire en $\ln(dH/dt)$, puis une brusque transition. Ce comportement est identifiable à un renversement contrôlé par la propagation de paroi dans la première gamme, puis à la nucléation successive dans la deuxième. Pour les couches fortement couplées, la zone de transition est moins nette, l'évolution générale rappelle les courbes caractéristiques du système fortement piégé des multicouches Co/Pt. Chopra *et al* ont montré par microscopie magnéto-optique que le couplage à l'interface entraînait une forte augmentation du nombre de centres de nucléation [28]¹. Le renversement est plutôt de type nucléation successive, même si à basse vitesse la dynamique de paroi reste un facteur important.

8.4.2 Affirmation du modèle de champ aléatoire

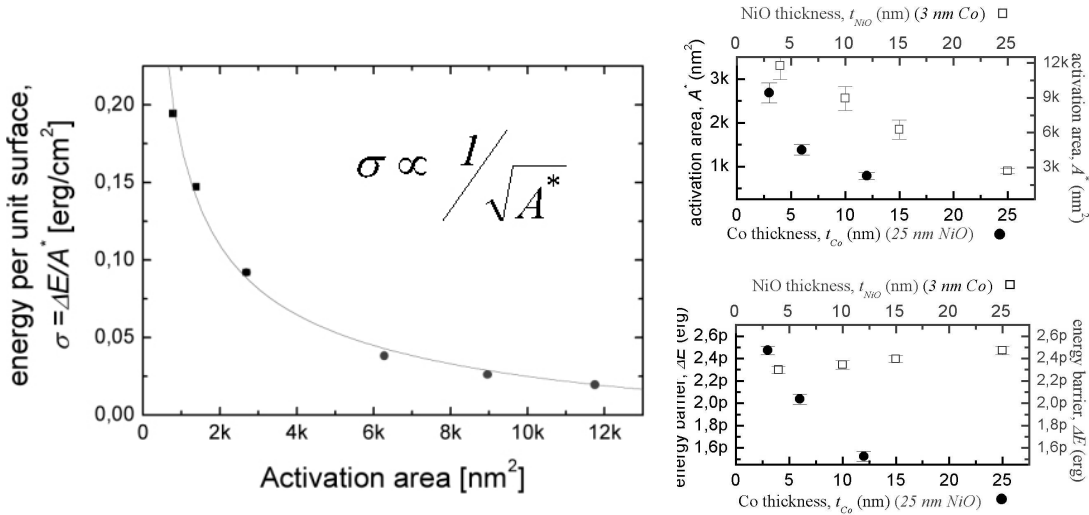


Figure 8.16 – Energie de surface en fonction de l'aire d'activation

Nous avons utilisé le modèle de Bruno et les ajustements linéaires de la Figure [8.15]² afin d'estimer les surfaces d'activation ainsi que les barrières d'énergie en champ nul pour la propagation de parois. Ces résultats sont représentés en Figure [8.16]. La surface d'activation pour le saut de paroi diminue lorsque t_{Co} ou t_{NiO} augmente. La gamme de variation se situe entre $(55nm)^2$ et $(30nm)^2$. La barrière d'énergie diminue fortement lorsque t_{Co} augmente. On peut donc attribuer

¹Nous avons également mesuré ce comportement sur des multicouches $(Co/Pt)_n/FeMn$ (Non publié)

²Lorsque nous réalisons l'ajustement linéaire de $H_c = f(dH/dt)$, nous entrons dans les limites de validité de notre modèle de propagation de paroi pour les échantillons fortement couplés.

la barrière d'énergie pour la propagation à l'échange à l'interface. Cette énergie augmente faiblement avec l'épaisseur de NiO. Une manière originale de présenter ces résultats est de définir l'énergie d'échange par unité de surface σ comme l'énergie de barrière divisée par la surface d'activation A^* . On peut représenter cette dernière en fonction de la surface d'activation, on trouve alors $\sigma \propto 1/\sqrt{A^*}$. Cette dépendance est une affirmation forte des idées de Malozemoff de champ aléatoire [74][75]. Cette dépendance suit la loi statistique de Poisson, plus N, le nombre de grains AF associés au saut de paroi de la couche F diminue, plus le couplage augmente. La surface d'activation de la couche F englobe entre 40 et 500 grains AF.

Si on extrapole la courbe pour $N = 1$ on trouve que l'énergie d'échange par unité de surface est de 100 erg.cm^{-2} , ce qui équivaut à un couplage effectif de $10^{-2} eV$, ($1159K$), par paire d'atomes. Cette valeur est médiane entre les températures d'ordre du Co ($1400K$) et du NiO ($520K$). Ce résultat correspondrait au modèle de couplage idéal d'une surface non compensée. Pour que cette interprétation soit valable dans le cadre du modèle de champ aléatoire, elle demande les conditions d'application suivantes. Premièrement, l'orientation des grains doit être distribué aléatoirement et le couplage à l'interface d'un grain AF et du film F identique au modèle de Meiklejohn et Bean d'une surface idéale non compensée pour voir expliquer la très forte valeur de l'interaction par paires d'atomes. Deuxièmement, il faut que les grains AF soient piégés pour pouvoir considérer que l'énergie d'interface provient des frustrations du couplage. Ces deux assumptions semblent peu réalistes aux vues des données expérimentales, qui démontrent une interface complexe (rugosité, interdiffusion, absence d'épitaxie, axes cristallins peu définis) ainsi que le renversement des grains AF (dépendance en t_{AF} de H_F , apparition d'une température de blocage, effet de traînage magnétique lors de plusieurs cycles magnétiques). Cependant, nous montrerons lors du chapitre sur la dépendance en champ maximum appliqué qu'une partie au moins des moments AF sont piégés à température ambiante.

Une deuxième voie pour interpréter la dépendance $\sigma \propto 1/\sqrt{A^*}$ tout en conservant l'argument de renversement des grains AF est d'appliquer le modèle de champ aléatoire à l'anisotropie de l'AF. Le concept est le suivant : la barrière d'énergie à franchir pour le renversement de la couche F est associé à l'anisotropie *effective* de la couche AF. Nous allons montrer que la barrière d'énergie à franchir pour la rotation des moments de l'AF pour une distribution angulaire aléatoire d'anisotropie suit effectivement une dépendance Poissonienne. Cet argument a été utilisé par Taylor et al. [123], sans argumentation précise pour la validité de son application. Ils considèrent que l'anisotropie effective d'une assemblée de N grains d'aire A_G est $K_{NiO}^{eff} = K_{NiO}/\sqrt{N}$. Nous pensons que l'argumentation peut être donnée comme tel :

L'hypothèse essentielle est qu'un grain est monodomaine, il n'y a pas de paroi entre l'interface et le volume. En raison du couplage avec la couche F, son aimantation forme un angle Θ avec l'axe dur. Dans le cas d'un grain à anisotropie uniaxiale l'énergie d'anisotropie en fonction de Θ est $E_K = KV \sin^2(\Theta)$, lors du renversement, son aimantation tourne de π , la barrière d'énergie entre son état initial, Θ_i , et final est donc $\Delta E = KV(1 - \sin^2\Theta_i)$. Si on considère maintenant une assemblée de grains avec une distribution aléatoire de Θ_i , la valeur statistique moyenne de la hauteur de barrière va effectivement suivre une loi de Poisson.

On peut alors écrire que la barrière d'énergie de renversement associée à la couche F est $\Delta E = K_{NiO}^{eff} * V_{NiO}$, et $V_{NiO} = N * A_G * h_{NiO}$ est le volume AF renversé lors du retournement de la

couche F (aire d'activation $A^* = N * A_G$). On peut alors écrire la barrière tel que :

$$\Delta E = K_{NiO} A_G \sqrt{N} h_{NiO}, \quad \Delta E / (N A_G) = \frac{K_{NiO} * h_{NiO}}{\sqrt{N}} \quad (8.5)$$

On retrouve la loi de dépendance suggérée par la mesure. Nous ne réalisons pas d'application numérique de ce simple modèle car les incertitudes sur l'anisotropie et sa fonction de distribution angulaire sont trop importantes pour rendre pertinente toute analyse quantitative...

8.4.3 Dynamique de renversement mesuré sur 12 décades en dH/dt .

Nous disposons de deux montages expérimentaux pour mesurer la réponse dynamique dans deux gammes temporelles différentes. Le premier est celui utilisé précédemment où le champ dynamique est réalisé avec un électroaimant. Nous disposons également des sources de champs à microbobines. Ces dernières permettent des vitesses de balayage beaucoup plus importantes. Nous avons mesuré un même échantillon de Co_{3nm}/NiO_{10nm} avec ces deux instruments afin de connaître la réponse dynamique sur une très large gamme. La couche F est relativement peu couplée à la couche AF, sa réponse dynamique générale est certainement très proche de celle d'un film Ferromagnétique isolé. La Figure [8.17] présente les résultats de cette étude.

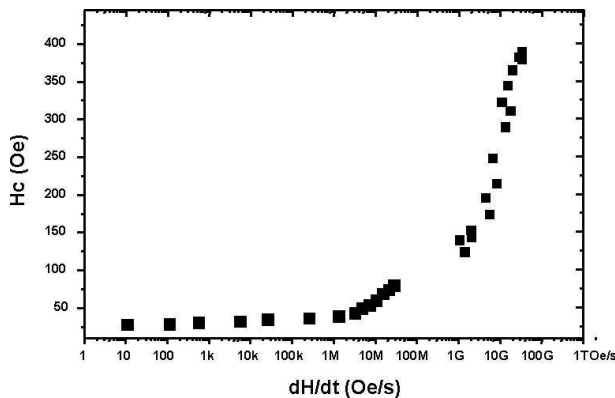


Figure 8.17 – Evolution dynamique du champ coercitif de Co_{3nm}/NiO_{10nm} sur douze décades de vitesse de balayage en champ.

Entre la mesure à basse vitesse et la mesure la plus rapide, le champ coercitif a été multiplié par un facteur 20 ! H_c évolue très peu jusqu'à 10 MOe/s. Ensuite une première pente se dessine jusqu'à 6 GOe/s. De 6 à 20 GOe/s le champ coercitif passe de 200 à 350 Oe. Ce champ correspond au champ de saturation selon l'axe difficile de cet échantillon. A partir de ce point le champ coercitif continue à progresser mais moins fortement. Nous sommes malheureusement arrivés aux limites de notre générateur de champ. Il serait intéressant d'utiliser un échantillon avec une coercitivité et une anisotropie plus faible pour connaître le renversement d'aimantation lorsque le champ appliqué dépasse le champ d'anisotropie. Dans ce cas, on serait certains d'avoir annulé la barrière séparant les deux états magnétiques et la nucléation ne devrait plus être thermiquement activée.

8.5 Dépendance en champ externe maximal appliqué du couplage d'échange.

Il ne fait aucun doute que l'association entre un AF polycristallin et couche F conduit à un système hautement frustré. Les lieux de frustration se situent tant à l'interface qu'à la jonction entre les

grains AF. Dans ce chapitre nous démontrons que l'application d'un champ extérieur de faible amplitude ($\simeq 100\text{Oe}$) peut influencer fortement sur la relaxation des frustrations dans l'AF. L'ensemble des mesures présentées a été réalisé sur l'échantillon le plus fortement couplé : $\text{NiO}_{25\text{nm}}/\text{Co}_{3\text{nm}}$, mais un même comportement a été observé pour l'ensemble des échantillons.

8.5.1 Mise en évidence

Il faut avouer que la découverte d'un phénomène nouveau est parfois aléatoire. Afin de réaliser un cycle d'aimantation à dH/dt constant, nous pouvons jouer soit sur le paramètre amplitude soit sur le paramètre fréquence. Usuellement une série de mesures est réalisée en deux parties : on varie la fréquence pour une amplitude constante et faible pour la partie basse vitesse, puis pour une amplitude toujours constante mais plus importante pour la haute vitesse. Nous nous sommes trouvés dans l'impossibilité de superposer les deux mesures ! Ceci nous a conduit à mener l'expérience présentée en Figure [8.18]. Les cycles sont réalisés à dH/dt et H_{MAX} constant pour différentes valeurs d'offset tout en saturant toujours la couche F.

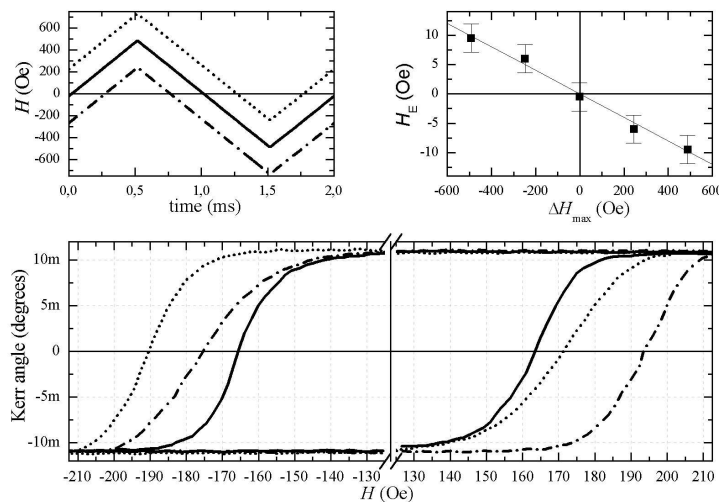


Figure 8.18 – Mise en évidence de la dépendance en champ externe du couplage d'échange.

Nous avons eu alors la surprise de voir apparaître un champ d'échange unidirectionnel dont la force et la direction dépendent de la valeur de l'offset ! La forme générale est caractéristique des cycles à anisotropie unidirectionnelle, avec une branche ascendante différente de la branche descendante. Il y a une dépendance linéaire entre le champ de polarisation appliqué et le champ d'échange. La pente de cette droite est négative. Nous montrerons que l'origine de cette anisotropie unidirectionnelle provient des moments non-compensés du NiO. Il semblerait donc que le couplage entre la couche F et AF est de nature ferromagnétique. On remarque que l'apparition du bias est couplée à une augmentation nette du champ coercitif.

8.5.2 Discrimination entre une dépendance en temps et en champ.

Dans un premier temps, nos avis ont convergé sur la nature dynamique de cette augmentation. En effet, lorsque à $dH/dt = cst$, on augmente l'amplitude H_{MAX} , le temps pendant lequel la couche

F reste saturée augmente. Comme les processus de renversement de "l'aimantation" de la couche AF sont thermiquement activés, elle aurait donc plus de temps pour se relaxer et son influence serait alors plus importante. Ce phénomène a été souvent observé et également sur nos échantillons mais à des échelles de temps plus importantes, voir par exemple les références [21][123][53]. Afin de confirmer (ou d'infirmer) cette hypothèse nous avons réalisé l'expérience suivante, montrée en Figure [8.19] :

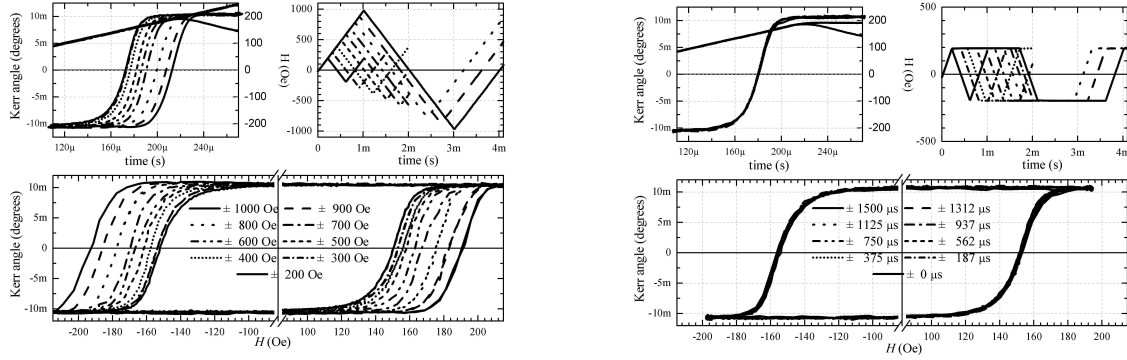


Figure 8.19 – Démonstration de la dépendance de la coercitivité en champ maximum appliqué et non en temps. A gauche, évolution des cycles d'aimantation avec le champ appliqué pour $dH/dt = 1MOe/s$. A droite, (non)évolution des cycles d'aimantation avec le temps d'attente, pour $dH/dt = 1MOe/s$ et $H_{MAX} = 200Oe$.

A $dH/dt = 1MOe/s$, nous avons mesuré les cycles d'aimantation pour différentes valeurs de $200Oe < H_{MAX} < 1000Oe$. Nous observons une forte augmentation symétrique du champ de renversement. Toujours à $dH/dt = 1MOe/s$, mais cette fois-ci à amplitude $H_{MAX} = 200Oe$ constante nous avons fait varier le temps pendant lequel la couche F reste saturé, de $300\mu s$ (le temps minimum), à $300 + 1500\mu s$, soit un temps d'attente équivalent à celui généré par l'augmentation d'amplitude. Il n'y a aucune évolution mesurable. Cette expérience confirme sans ambivalence que le couplage dépend du champ maximum appliqué et non du temps d'attente, au moins dans cette gamme de temps assez courts.

8.5.3 Etude en fonction de dH/dt et H_{MAX}

L'évolution du champ coercitif avec le champ maximum appliqué a été réalisée pour différentes valeurs de dH/dt , comme montré en Figure [8.20]. Le champ coercitif augmente linéairement comme $H_c = H_0 + \alpha_{SR}H_{MAX}$, mais l'effet est beaucoup plus sensible à haute vitesse, $\alpha_{SR} = \beta dH/dt$ ce qui pourrait expliquer pourquoi il n'a jamais été mesuré avant. On peut généraliser l'évolution quelque soit dH/dt , tel que :

$$H_C = H_0(1 + \alpha H_{MAX}) \quad (8.6)$$

où H_0 seulement dépend de dH/dt , et $\alpha = 3.44 \cdot 10^{-4} Oe^{-1}$.

8.5.4 Mesure de l'aimantation résiduelle du NiO par XMCD.

Les changements du champ coercitif du film de Co apparaissent pour des champs bien supérieurs au champ de saturation du Co. Il est donc évident que la structure micromagnétique du

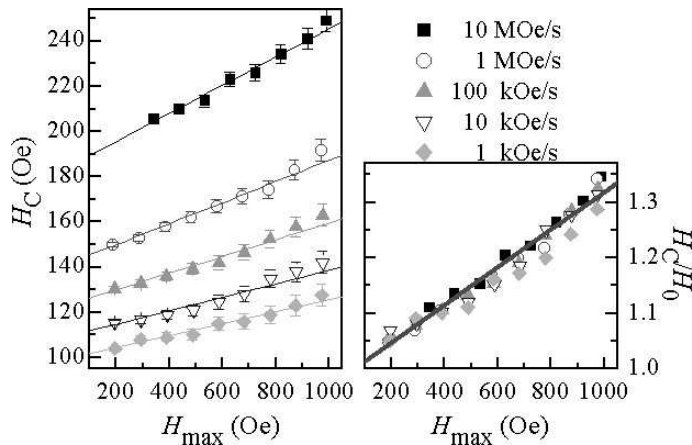


Figure 8.20 – Evolution du champ coercitif avec le champ maximum appliqué. A gauche, la variation pour différents dH/dt , à droite la généralisation de la dépendance : $H_c = H_0(1 + \alpha H_{Max})$

NiO change selon le champ magnétique appliqué. Afin de déterminer cette évolution, nous avons réalisé une expérience de XMCD sur cet échantillon. Cette technique permet l'acquisition séparée des cycles d'aimantation associés au Co et au Ni. L'expérience a été menée sur l'instrument FLIPPER (Chapitre [3.4.2.1]) de la ligne de lumière ID8 de l'ESRF à Grenoble. Les mesures XAS (X-ray Absorption Spectroscopie) ont été réalisées par la mesure du rendement total d'électrons (mesure du courant de fuite dû aux électrons émis par la surface) pour différents champs. Les cycles d'aimantation ont été mesurés par fluorescence au seuil L_3 .

Le signal XMCD est la différence entre les spectres d'absorption mesurés pour les deux hélicités circulaires ($\sigma+$, $\sigma-$) ou pour les deux états d'aimantation. Afin d'augmenter la sensibilité de nos mesures, les spectres sont recueillis pour les deux polarisations et les deux états d'aimantation en inversant l'aimantation pour chaque point en énergie. Cette technique nous permet une sensibilité de 0.01% sur le signal XMCD.

La Figure [8.21] compile les résultats de cette étude. Les spectres XAS ont été mesurés avec un champ de $\pm 200 Oe$. Les deux spectres sont ceux attendus pour les matériaux purs. On remarque cependant un léger double pic sur le seuil L_3 du Co caractéristique d'un élément oxydé. Cela démontre qu'il existe une interdiffusion non-négligeable entre le Co et le NiO à l'interface. Les spectres XMCD ont une asymétrie (XMCD/ $\langle XAS \rangle$) maximum de 2% au seuil L_3 du Ni. Cette mesure prouve qu'une partie du Ni est polarisée, le signe nous renseigne sur le fait que cette polarisation est parallèle au Co. Il est cependant difficile d'extraire un ratio entre Ni (AF) et Ni (F) car on ne connaît pas les moments magnétiques associés aux Ni non polarisés. Une mesure équivalente en XAS et microscopie PEEM avait déjà été réalisée par Ohldag *et al.* [89]. Elle montrait que les spins ferromagnétiques de Ni étaient associés aux domaines dans le Co.

Les cycles d'aimantation (un cycle est la différence entre deux balayages en champ pour les deux hélicités enregistrés au seuil L_3 de l'élément) avec sélectivité chimique confirment que l'aimantation du Ni est associée à celle du Co. Les moments de Ni se renversent au même champ que la couche de Co. On ne mesure pas d'évolution du signal associé au Ni à fort champ, probablement dû à un ratio signal sur bruit trop faible.

Afin d'obtenir des informations plus précises sur une évolution probable du magnétisme associé au Ni à champ fort, nous avons recueilli les spectres XMCD complets du Co et du Ni pour différents champs. La Figure [8.21] présente l'évolution des variations de l'asymétrie XMCD du Co et du Ni normalisée par l'asymétrie à $H = 200 Oe$. C'est une méthode particulièrement sensible pour comparer les différents spectres. On ne mesure aucune variation pour le Co, comme attendu

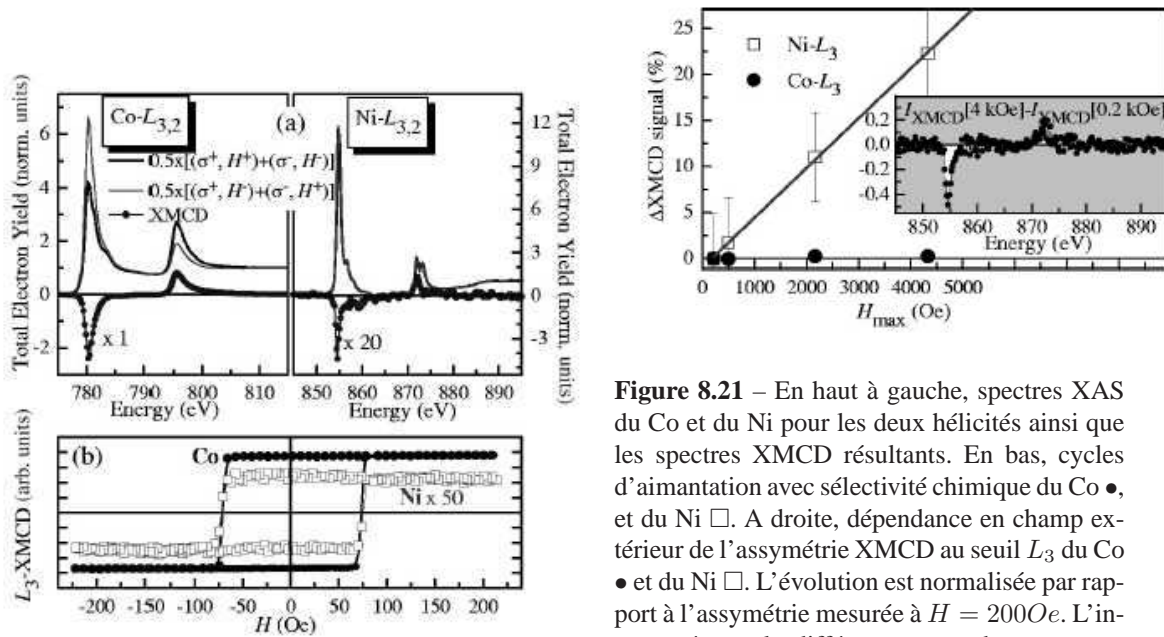


Figure 8.21 – En haut à gauche, spectres XAS du Co et du Ni pour les deux hélicités ainsi que les spectres XMCD résultants. En bas, cycles d'aimantation avec sélectivité chimique du Co ●, et du Ni □. A droite, dépendance en champ extérieur de l'asymétrie XMCD au seuil L_3 du Co ● et du Ni □. L'évolution est normalisée par rapport à l'asymétrie mesurée à $H = 200\text{Oe}$. L'insert présente la différence entre deux spectres XMCD du Ni enregistré à $H = 4\text{kOe}$ et $H = 200\text{Oe}$.

pour un échantillon saturé. On mesure une dépendance linéaire de l'aimantation associée au Ni, l'asymétrie varie de 2 à 2,5% pour un champ appliqué de 200 à 4kOe.

Pour expliquer cette évolution, nous devons prendre en compte la nature polycristalline de notre échantillon. Les moments non-compensés du Ni peuvent se situer soit aux joints de grains soit à l'interface. Aux joints de grains, il existe de fortes variations locales du nombre de coordination, donc une compétition entre échange F et AF. Les moments non-compensés aux joints de grains sont donc extrêmement désorganisés et frustrés. Ils montrent un comportement de type verre de spins (comme mesuré sur des particules de $NiFe_2O_4$ [62]). Les moments de l'interface sont polarisés par la couche de Co, nous pensons que les faibles champs magnétiques appliqués sont négligeables par rapport à l'effet de l'échange direct NiO/Co. Néanmoins ces champs faibles sont à mêmes d'influer fortement sur la phase de spins frustrée des joints de grains, bien que les champs forts soit nécessaires pour la polariser à 100%. Nous prenons donc le parti d'affirmer que l'augmentation mesurée des moments du Ni, et donc du champ coercitif du Co est intrinsèque aux joints de grains.

Nous pouvons envisager divers mécanismes pour relier l'aimantation des joints de grains à l'apparition de l'anisotropie unidirectionnelle. Si on considère que l'anisotropie unidirectionnelle est reliée à l'aimantation interfaciale des grains, on peut négliger l'aimantation résultante des joints de grains. Il faut donc assumer que la polarisation des joints de grains facilite le renversement des grains. Le mécanisme sera alors le suivant : lorsque l'on renverse la couche de Co, on crée une paroi de domaines dans l'AF. L'application du champ extérieur abaisserait l'énergie de propagation de paroi, on pourrait alors renverser le grain plus facilement. Il faut donc également assumer que l'aimantation résultante d'un joint de grains est plus importante si les deux grains forment un même domaine AF. Dans cette vision, l'augmentation de l'aimantation résultante est reliée à une augmentation de la surface d'un type de domaine AF par rapport à l'autre, ceux qui ont leur di-

rection d'aimantation alignée avec la couche F. Si le champ maximum appliqué est dissymétrique, cela avantagera une surface par rapport à l'autre et induira l'apparition d'une anisotropie unidirectionnelle. Cependant aucune image intuitive nous permet de valider ces hypothèses. En effet, si on considère que les moments dans les joints de grain forment une phase frustrée, en quoi une polarisation de cette phase serait plus favorable à la propagation d'une paroi de domaines AF ? Comment expliquer que l'aimantation d'un joint de grains est plus importante si l'aimantation interfaciale des deux grains minimise sa frustration avec la couche F ?

La deuxième hypothèse est que les joints de grains eux-mêmes sont une source majeure de l'échange unidirectionnel, du moins à haute température. Ils se comporteraient alors comme des centres de piégeage pour les parois de domaines. L'action du champ extérieur serait alors de polariser ces centres selon une direction préférentielle. Ce point de vue a également été récemment émis par Ohldag *et al* qui ont mesuré un décalage vertical du cycle magnétique résiduel associé à l'AF [90]. Ils affirment que 7% des spins AF de surface sont non-compensés et sont la cause de l'anisotropie unidirectionnelle. Notre méthode d'acquisition des cycles ne permet pas techniquement de détecter un décalage vertical des cycles pour des raisons de moyennage. Nous n'avons donc pas pu vérifier si nos cycles étaient légèrement décalés verticalement.

8.6 Conclusion

Ce chapitre est consacré à l'étude du couplage d'échange F/AF sur les multicouches à base d'un AF, NiO, polycristallin et de métaux de transition, Co et FeNi.

L'étude statique a montré que le dépôt sous incidence oblique de NiO permet d'obtenir un axe clair de facile aimantation pour la couche F. Le champ coercitif de la couche F suit une dépendance en $H_C \propto 1/t_F$ et $H_C \propto t_{AF}$. Une étude en température a montré l'apparition d'une anisotropie unidirectionnelle à basse température. Cette étude a également mis en évidence des effets de réorganisation de la structure dans la couche AF. Nous attribuons ces comportements à une nature super(AF)paramagnétique des grains de NiO. Nous avons également montré qu'il était possible de coupler à 90° deux couches F séparées par un AF sur Co/NiO/FeNi. Nous avons montré qu'il est possible de régler l'intensité du couplage en ajustant l'épaisseur de la couche AF, $I_c \propto 1/t_{AF}$. Des simulations micromagnétiques sur un modèle de spin atomique montrent la création d'une paroi de domaines dans la couche AF.

L'étude dynamique des bicouches Co/NiO a montré que plus la couche F est couplée à l'AF, c'est à dire que plus H_C est important, plus le renversement est piégé. Nous pensons que le piégeage augmente très fortement la densité de nucléation. L'analyse de la dynamique du champ coercitif dans la région de propagation de paroi selon le modèle de Bruno a permis de quantifier l'énergie d'interface ainsi que les aires d'activation. L'analyse de ces paramètres montre un comportement de champ aléatoire, une décroissance Poissonienne de l'énergie par unité de surface en fonction du nombre de grains impliqués dans un processus de saut de paroi. Il faut rester prudent quant à une analyse quantitative de ce comportement. Plusieurs approches micromagnétiques pour expliquer ce comportement peuvent donner des valeurs numériques physiquement acceptables.

Nous avons également montré une dépendance en champ magnétique maximum appliqué du champ coercitif des bicouches Co/NiO. Des mesures en dichroïsme magnétique des rayons X ont montré que la quantité de moments non-compensés dans le NiO augmentait sensiblement et linéairement en fonction du champ magnétique appliqué. Nous pensons que ces moments proviennent de la phase magnétique frustrée des joints de grains. Les joints de grains pourraient être

la source de l'anisotropie unidirectionnelle dans les bicouches F/AF polycristalline à température ambiante.

Chapitre 9

Tricouche F-NM-F couplée par interactions dipolaires

Les hétérostructures ferromagnétique/non-magnétique/ferromagnétique sont appelées vannes de spins ou jonctions tunnel selon la nature, métallique ou isolante, de la couche intercalaire. L'effet le plus intéressant de ces composants est la forte variation de la résistance électrique en fonction de l'orientation relative de l'aimantation des deux couches. Cet effet a été découvert à la fin des années 80 et fut dénommé magnétorésistance géante [8]. Ces composants sont aujourd'hui extensivement utilisés dans l'industrie du stockage magnétique d'information comme têtes de lecture principalement. Mais ils sont à la base de nombreuses autres fonctionnalités telles que les transistors à spins ou les MRAM (Magnetic Random Access Memory). Cette nouvelle classe de composant "spintronique" devrait voir industriellement le jour dans la prochaine décennie. Comme ces applications sont basées sur l'orientation relative de l'aimantation des deux couches magnétiques, il est crucial de pouvoir contrôler le couplage entre couches. Ce couplage peut avoir plusieurs origines. Le chapitre précédent présentait, par exemple, le couplage direct interfacial entre un anti-ferromagnétique et un ferromagnétique. Lorsque les couches magnétiques sont séparées par une couche intercalaire, il existe différentes sortes de couplage. Ils peuvent être d'origine quantique ou magnétostatique. Le premier est le couplage oscillant RKKY par exemple. Les électrons de conduction (ou tunnel si la couche intercalaire est isolante) sont porteurs de l'échange. Leur fonction d'onde est oscillante en spin en fonction de la distance. Cet effet conduit à un couplage oscillant ferro/antiferromagnétique en fonction de l'épaisseur de la couche intercalaire. Cet effet est cependant à courte distance $\lesssim 5nm$. Le premier type de couplage magnétostatique est du plus classique, chacune des couches magnétiques est placée dans le champ démagnétisant de l'autre, de sorte que leurs aimantations tendent à s'orienter anti-parallèlement. Le plus courant des effets magnétostatiques a été découvert par Louis Néel et est dénommé couplage peau d'orange [87]. Néel a étudié l'énergie magnétostatique et la distribution de l'aimantation dans deux couches ferromagnétiques séparées par une couche mince non-magnétique à faces planes, parallèles et recouvertes d'une distribution de charges magnétiques. Le but de l'étude présentée ici est de comprendre quelle peut être l'influence de ce couplage sur les modes de renversement et inversement. Pour ce faire, nous avons étudié les propriétés magnétiques statiques et dynamiques de vannes de spins et de jonctions tunnels déposées sur un substrat à accumulation de marches. Une première partie est consacrée à la caractérisation structurale et magnétique statique des échantillons. Je présente ensuite l'évolution dynamique des propriétés magnétiques. La dernière partie est consacrée

à la simulation du couplage peau d'orange selon le modèle de Néel puis sur une base de calculs micromagnétiques.

9.1 Etude structurale et propriétés statiques

9.1.1 Elaboration

La vanne de spins (SV) [31] ainsi que la jonction tunnel magnétique (MTJ) [84] sont déposées sur un substrat à accumulation de marches identiques. Le processus d'accumulation de marches est décrit précisément dans [122]. Le substrat initial est un monocristal de Si orienté [111]. Il est clivé sous un angle de 4° par rapport à la surface. Une surface 1×1 est obtenue après recuit à plus de 750°C sous ultravide. Après ce traitement, la surface présente une forte densité de marches, principalement mono-atomiques. Lors du refroidissement à l'équilibre thermodynamique, une reconstruction de surface 7×7 apparaît. L'énergie des marches est importante sur cette surface reconstruite. Les marches tendent alors à se regrouper. Il y a formation de larges terrasses. Le mode de nucléation de ces terrasses induit une forme caractéristique d'ellipse allongée. Une microscopie à force atomique, Figure[9.1]b), révèle que les terrasses ont une longueur caractéristique de $1 \mu\text{m}$ pour une largeur centrée autour de 63 nm . La hauteur moyenne des marches est de 6 nm . Nous soulignons le fait que des marches existent le long des deux directions de l'espace, perpendiculairement et parallèlement à l'axe long des terrasses. La dernière étape de préparation du substrat est le dépôt de 0.3 nm de Cu afin de passiver la surface.

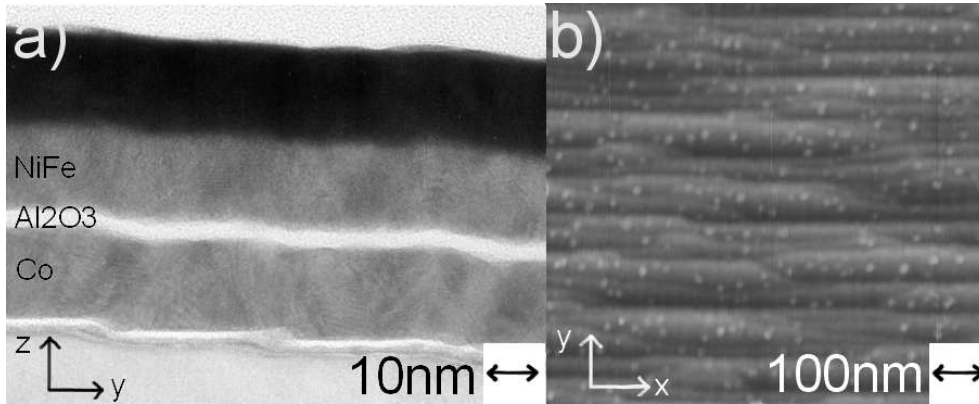


Figure 9.1 – a) Microscopie électronique en transmission de la jonction tunnel magnétique. On visualise l'excellente corrélation entre les différentes couches déposées. b) Microscopie à force atomique de la barrière d'alumine de la jonction tunnel magnétique. Après traitement thermique, les marches atomiques induites par l'angle de coupe du substrat de Si s'accumulent afin de minimiser l'énergie de surface. Les marches existent selon les deux directions X et Y de l'espace. Les marches sont les lieux des interactions magnétostatiques.

La vanne de spins est une multicouche réalisée en épitaxie par jets moléculaires [[83]] : (épaisseur en nm) $Si/Cu(0.3)/Au(3)/Co(5)/Cu(10)/FeNi(5)/Cu(2)/Au(1.5)$. La jonction tunnel magnétique est élaborée par pulvérisation cathodique radio fréquence de cibles métalliques sous 4 mTorr d'Argon. La couche d'alumine est réalisée par oxydation d'une couche d'Al. L'empilement est le suivant : $Si/Cu(0.3)/Co(15)/Al_2O_3(2)/FeNi(15)/Au(5)$. La Figure[9.1]a) démontre l'excellente corrélation topologique entre les couches déposées.

9.1.2 Propriétés magnétiques statiques.

Les propriétés statiques des échantillons ont été mesurées par la technique VSM (Magnétomètre à échantillon vibrant). La Figure[9.2] présente les cycles d'aimantation de l'échantillon vanne de spins. Les deux multicouches présentent un axe d'anisotropie marqué et l'axe de facile aimantation est parallèle à l'axe long des terrasses. Cette anisotropie est une anisotropie de forme liée uniquement à la forme allongée des terrasses. En effet, si on simule la réponse de l'aimantation dans un profil topologique correspondant à celui du substrat, Figure[9.2], on reproduit parfaitement les différents champs de saturation de l'hétérostructure.

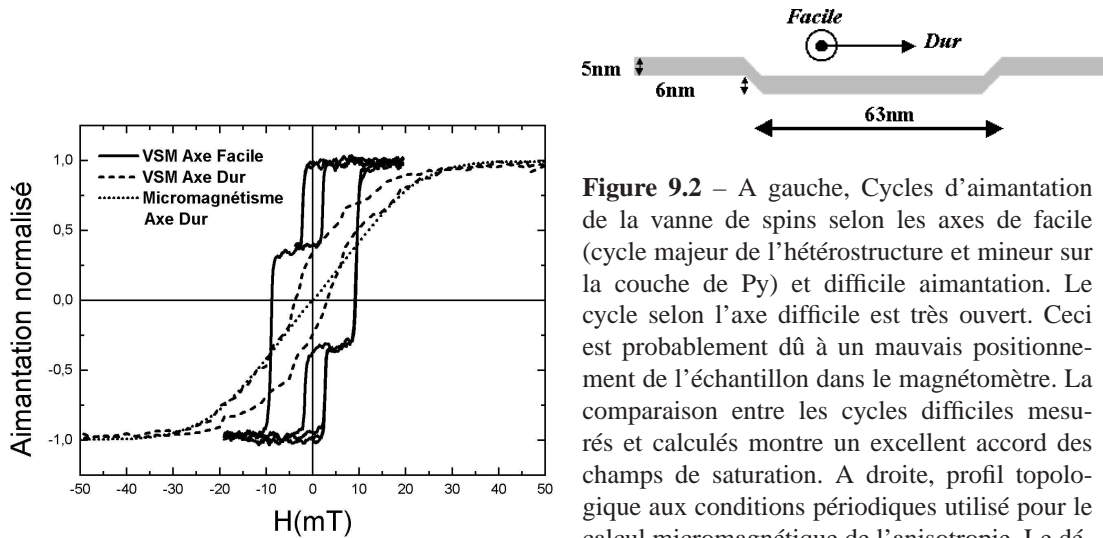


Figure 9.2 – A gauche, Cycles d'aimantation de la vanne de spins selon les axes de facile (cycle majeur de l'hétérostructure et mineur sur la couche de Py) et difficile aimantation. Le cycle selon l'axe difficile est très ouvert. Ceci est probablement dû à un mauvais positionnement de l'échantillon dans le magnétomètre. La comparaison entre les cycles difficiles mesurés et calculés montre un excellent accord des champs de saturation. A droite, profil topologique aux conditions périodiques utilisé pour le calcul micromagnétique de l'anisotropie. Le dépôt de charges sur les marches induit la direction longue des terrasses comme axe facile.

Les deux multicouches ont un cycle d'aimantation selon l'axe facile similaire, Figure [9.4]. Les cycles présentent deux marches associées au renversement successif de la couche douce de Py puis de la couche dure de Co. La réalisation d'un cycle mineur sur la couche de Py montre qu'elle est couplée ferromagnétiquement à la couche de Co. La table [9.1] regroupe les caractéristiques des deux systèmes.

		H_C Champ(mT)	Couplage Champ(mT)	Energie d'anisotropie (KJ.m ⁻³)
Jonction tunnel (Pulvérisation)	Co ₁₅₀	1.9	0.49	12.3
	Py ₁₅₀	0.6		3.1
Vanne de spin (MBE)	Co ₅₀	9.1	0.43	21.95
	Py ₅₀	1.8		3.66

Tableau 9.1 – Propriétés magnétiques statiques de la jonction tunnel magnétique et de la vanne de spins déposées sur un substrat à accumulation de marches.

Le champ coercitif de la couche de Co est beaucoup plus important pour la SV que pour la MTJ. Il en est de même pour l'anisotropie. Lorsque l'on compare les cycles d'aimantation, Figure[9.4], on remarque que la MTJ a un cycle parfaitement carré. La SV est caractérisée par un cycle plus adouci. Ceci indique que le renversement de la couche est beaucoup plus piégé pour la SV. Les

champs de couplage sont équivalents pour les deux couches. Ceci est assez surprenant dans le sens où les interactions dipolaires décroissent usuellement exponentiellement avec la distance. Deux facteurs peuvent expliquer ce paradoxe : premièrement la couche de FeNi(Co) est trois fois plus épaisse pour la MTJ que pour la SV. Dans le cas d'une interaction purement interfaciale, ce qui est une approximation dans le cadre d'un champ rayonné, il existe une décroissance en $1/t$ du couplage. Le deuxième facteur provient des modes d'élaboration différents des deux échantillons. En effet la SV a été élaboré en MBE, la MTJ en pulvérisation. On peut penser que les corrélations topologiques sont mieux respectées pour la VS que pour la MTJ. Ces deux facteurs augmentent l'influence du substrat sur les propriétés magnétiques. Cette influence est donc plus importante pour la SV que pour la MTJ.

9.2 Propriétés dynamiques

9.2.1 Cycles d'aimantation dynamique

Une première étude dynamique de ces échantillons avait été réalisée en utilisant le XMCD résolu en temps dans les gammes de temps nanosecondes en 2001 [11]. Cette étude montrait que le couplage entre les couches présent en statique disparaissait dans le régime de renversement rapide. La Figure [9.3] présente les cycles d'aimantation sélectifs et les réponses dynamiques pour les deux couches magnétiques de trois échantillons dont diffère uniquement l'épaisseur de la couche intercalaire de Cu. En statique, les échantillons avec $t_{Cu} = 6$ et 8 nm sont entièrement couplés. L'échantillon $t_{Cu} = 10 \text{ nm}$ semble découplé, mais les cycles mineurs de la couche de Py n'avaient pas encore été réalisés. En régime dynamique rapide, on s'aperçoit que l'échantillon $t_{Cu} = 6 \text{ nm}$ reste couplé, l'échantillon $t_{Cu} = 10 \text{ nm}$ reste découplé. Cependant le couplage disparaît pour l'échantillon $t = 8 \text{ nm}$. La raison de cette disparition n'était pas encore bien comprise.

Afin de déterminer les mécanismes relevant de cette transition, nous avons utilisé l'effet Kerr longitudinal pour mesurer l'évolution des cycles d'aimantation en fonction de la vitesse de balayage du champ, Figure [9.4]. Les cycles carrés en quasi-statique s'élargissent et s'adoucissent à haute vitesse. Lorsque l'on représente l'évolution dynamique des champs coercitifs associés aux cycles, elle est équivalente à celle d'une couche isolée. Une première partie, à basse vitesse, suit une loi en $\ln(dH/dt)$. Puis une transition apparaît autour de 100 T/s où le champ coercitif augmente fortement avec la vitesse de balayage. Nous avons montré dans les chapitres précédents que cette transition est due au changement de régime entre un renversement dominé par la propagation de parois vers un renversement dominé par la nucléation. Une conséquence surprenante de cette transition est la disparition du couplage entre les deux couches magnétiques. Cette disparition apparaît autour de 100 T/s .

Nous avons ensuite utilisé le modèle de Bruno sur la partie basse vitesse, linéaire en $\log(dH/dt)$, afin d'extraire les surfaces d'activation ainsi que les énergies de barrières associées. Le modèle dérive la dépendance dynamique de H_C d'une relaxation du premier ordre ainsi qu'une dépendance linéaire en champ de la barrière d'énergie de piégeage de paroi, voir Chapitre [5.4.1], la loi dérivée est :

$$H_C = \frac{kT}{V^* M_S} \ln\left[\tau_w \left(\frac{dH}{dt}\right) \frac{V^* M_S}{kT} \ln 2 + 1\right] \quad (9.1)$$

où M_S est l'aimantation à saturation par unité de volume, V^* est le volume d'activation lors d'un saut de paroi. L'ajustement des données expérimentales nous conduit à une surface d'activation

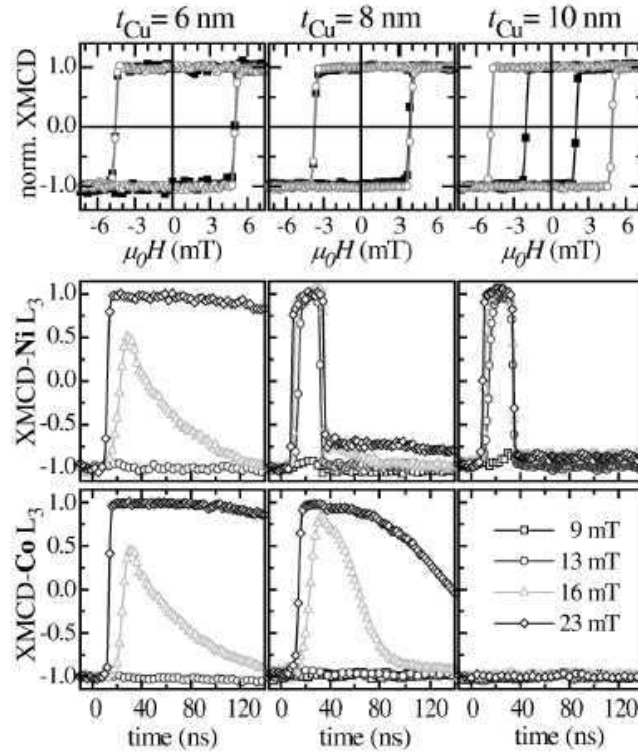


Figure 9.3 – Cycle d’aimantation statique et réponse dynamique de tricouche Co/Cu/Py selon l’épaisseur de la couche de Cu, d’après [11].

de $(100)^2 nm^2$ pour la couche de Co et $(250)^2 nm^2$ pour la couche de Py, ceci pour les deux échantillons. Ces surfaces correspondent à l’aire moyenne des terrasses du substrat $1000 * 63 \simeq (250nm)^2$. Les parois de domaines se propagent par saut de terrasse en terrasse. Les barrières d’énergie sont extraites à partir du temps caractéristique de renversement en champ nul, $\tau_w = \tau_0 e^{\Delta E/kT}$. Les valeurs obtenues sont $4[3.4]eV$, et $3[3.1]eV$ pour la couche de Co et de Py de la SV[MTJ].

9.2.2 Microscopie X-PEEM

Afin de confirmer expérimentalement l’existence des deux régimes de renversement, nous avons imagé l’échantillon vanne de spins en technique X-PEEM (X-ray photoelectron emission microscopy). Les mesures ont été effectuées sur la ligne de lumière de l’onduleur hélicoïdal UE56-2 de la source de rayonnement synchrotron BESSY II à Berlin. La technique X-PEEM associe la grande résolution spatiale d’un microscope électronique aux propriétés de sélectivité chimique et magnétique du dichroïsme circulaire des rayons X. Nous avons utilisé des photons monochromatiques accordés sur la ligne spectrale d’absorption L_3 du Fe. Le contraste magnétique sur les images provient donc uniquement de la couche de Py. Afin d’augmenter le contraste, nous faisons l’acquisition de deux images pour deux hélicités opposées. L’image finale est l’assymétrie des deux premières : la différence divisée par la somme. Le dispositif instrumental est décrit dans [66].

L’échantillon est premièrement magnétiquement saturé. Deuxièmement, nous appliquons une im-

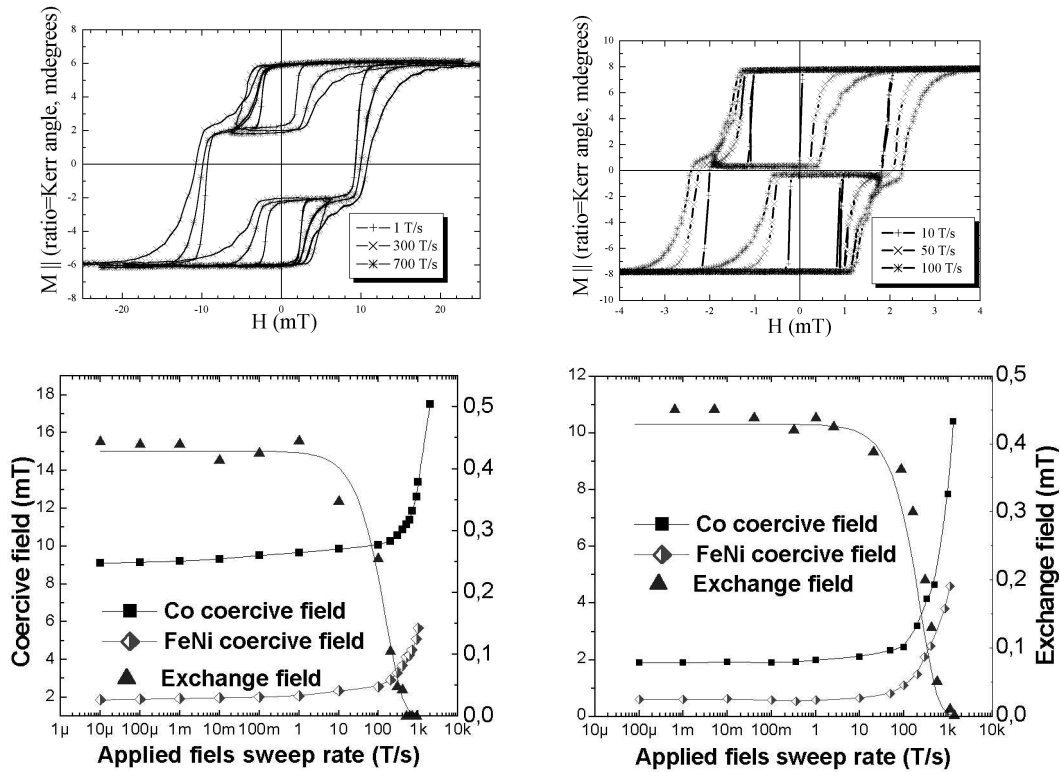


Figure 9.4 – Cycle d’aimantation dynamique et évolution du champ coercitif de la vanne de spins à gauche, et de la jonction tunnel magnétique à droite.

pulsion de champ magnétique de 4mT durant 20ns, Figure [9.5]. Une (ou plusieurs) nucléation se réalise en dehors du champ de vue de notre microscope et une large paroi vient se placer en son centre. La propagation de paroi semble être fortement piégée dans le sens qu’il est relativement aisé de positionner une paroi au centre de notre champ de vue. Entre les images Figure[9.5a)] et Figure[9.5b)], nous avons appliqué une deuxième impulsion de 4mT et 20ns. La paroi se déplace alors de quelques microns. Le profil de paroi n’est pas régulier. Ce type de profil en triangle est assez similaire à celui couramment observé dans des films à anisotropie uniaxiale [51]. L’explication donnée est que la densité de charges magnétiques volumiques associée à la paroi est minimisée si cette dernière fait un angle particulier avec la direction de difficile aimantation. Néanmoins nous pensons que le profil visualisé ici n’est pas dû à un tel effet. Nous pensons que le profil de paroi est intimement lié à la topologie des couches. Ce point de vue sera développé en conclusion.

Pour les images Fig c) et Fig d), nous saturons à nouveau l’échantillon. On applique ensuite des impulsions d’amplitude graduelles. Au fur et à mesure que l’amplitude augmente, on visualise la transition d’un renversement par propagation de paroi, vers un régime mixte nucléation/propagation, Fig c) vers un régime où la nucléation est majoritaire, Figure d).

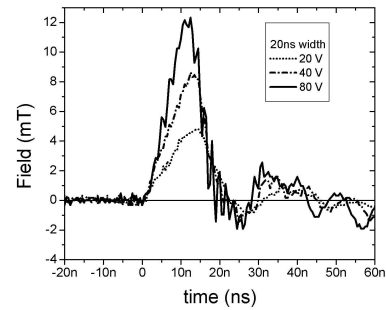
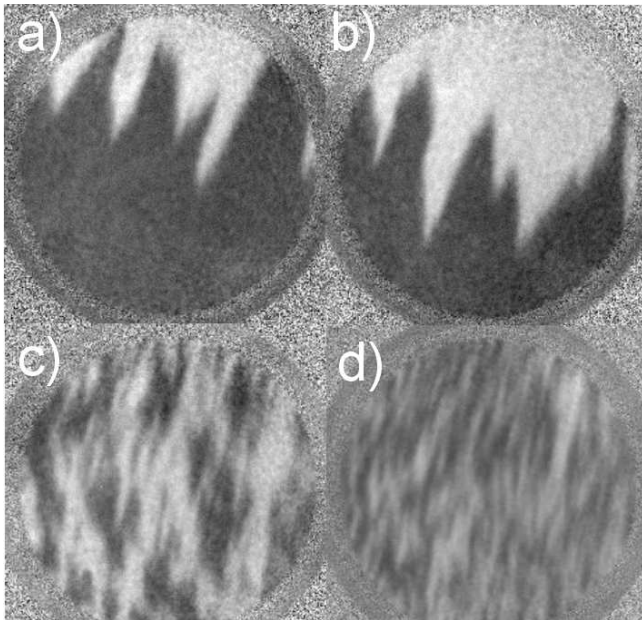


Figure 9.5 – Images PEEM (diamètre $120\mu m$) de l'échantillon vanne de spins. Ces images illustrent les différents modes de renversement de l'aimantation. a) vers b) propagation de paroi, c) régime mixte de nucléation et propagation, d) régime de nucléation prédominante. A droite, Mesures des impulsions magnétiques utilisées.

9.3 Modélisation du couplage peau d'orange

La topologie de surface d'une couche mince est rarement un plan idéal. Le mode de dépôt, usuellement l'évaporation sous vide, ainsi que le mode de croissance, souvent polycristallin, entraîne la génération de bosses ou de creux topologiques. Les couches successivement déposées ont toutes les chances de reproduire ce défaut. On suppose une aimantation parallèle au plan de la couche, ainsi qu'un profil topologique sinusoïdal, Figure[9.6]. Il existe alors une distribution de charges sinusoïdale déphasée de $\pi/2$ pour la couche inférieure et par symétrie de $-\pi/2$ pour la couche supérieure par rapport à la modulation topologique. Il sera alors énergétiquement favorable d'aligner l'aimantation des deux couches magnétiques. On suppose maintenant que la couche inférieure F_2 est dure et que la couche supérieure F_1 est douce, on peut réaliser un cycle dit mineur, si le champ appliqué est suffisant pour renverser la couche douce mais trop faible pour renverser la couche dure. Le champ effectif de couplage va dépendre de l'orientation de l'aimantation de la couche dure. Le cycle mineur sera décalé vers la gauche ou la droite.

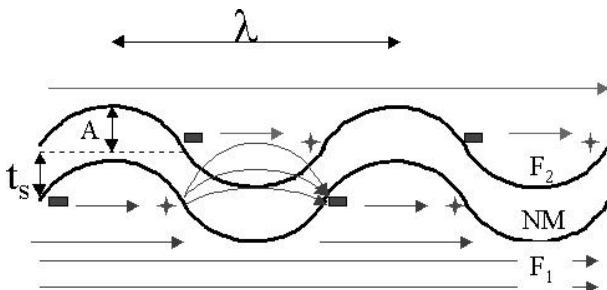


Figure 9.6 – Schéma intuitif du couplage peau d'orange. Deux couches ferromagnétiques F_1 , F_2 sont séparées par une couche non-magnétique NM d'épaisseur t_s . Les creux et bosses sont approximés par une fonction sinus de longueur d'onde λ et d'amplitude A . Le dépôt de charges magnétiques sur le flanc des bosses et des creux induit un couplage parallèle entre les deux couches magnétiques.

9.3.1 Modèle de Néel

Louis Néel a traité ce problème au début des années soixante [87][86]. Son modèle est encore largement utilisé de nos jours [28][92][102]. Afin de calculer analytiquement l'intensité du couplage entre les deux couches, Néel suppose que les deux couches sont planes et que l'intensité de la rugosité est petite devant l'épaisseur de la couche non-magnétique. Afin d'intégrer son modèle dans un cadre général, il considère une rugosité de type sinusoidale. On peut alors utiliser les séries de Fourier pour représenter n'importe quelle modulation topologique. Le champ de couplage est déduit de la différence d'énergie entre les deux états statiques d'aimantation parallèle et antiparallèle, $H_N = \Delta E / M_{F_1} t_{F_1}$. Dans ce cadre le champ de couplage s'écrit :

$$H_N = \frac{\pi^2}{\sqrt{2}} \left(\frac{A^2}{\lambda t_{F_2}} \right) M_{S(F_1)} e^{-2\pi\sqrt{2}t_s/\lambda} \quad (9.2)$$

Ce modèle a été appliqué avec succès sur des films avec un rapport épaisseur/rugosité important. Mais il existe plusieurs limitations pour son application sur notre système en particulier, mais également sur les couches ultra minces en général. Les couches ultraminces sont de quelques dizaines de nanomètres environ. On ne peut pas négliger l'interaction existante entre les charges déposées sur le haut de la couche supérieure et sur le bas de la couche inférieure. Il faut alors ajouter un coefficient correcteur qui est la somme algébrique des deux interactions parallèles ainsi que des deux interactions antiparallèles [63]. L'équation (9.2) devient alors :

$$H_N = \frac{\pi^2}{\sqrt{2}} \left(\frac{A^2}{\lambda t_{F_2}} \right) M_{S(F_1)} * [1 - e^{-2\pi\sqrt{2}t_{F_2}/\lambda}] * [1 - e^{-2\pi\sqrt{2}t_{F_1}/\lambda}] * e^{2\pi\sqrt{2}t_s/\lambda} \quad (9.3)$$

Nous avons utilisé cette équation pour calculer le couplage associé à la topologie de nos échantillons :

$$H_N = \sum_i H_N(A(i), i * \lambda) \quad (9.4)$$

ou $A(i)$ est l'amplitude de la i^{eme} harmonique de la série de Fourier associée à notre modulation. Les marches sont modélisées par une rampe inclinée à 45° de 6nm de hauteur, séparés de $1\mu m$. L'application numérique donne un couplage quasi-nul !

Le sens de ce (non)résultat provient des approximations faites pour obtenir l'équation (9.2). En effet, l'amplitude de l'interaction provient de la densité de charges déposées. Cela implique que s'il existe des variations spatiales des densités de charges, l'intensité du couplage va également varier spatialement. Dans son modèle, Néel passe au dessus de ces considérations et calcule la valeur moyenne du couplage. Il ne considère que la valeur moyenne de l'énergie magnétostatique stockée dans une période de l'ondulation. Mais nous avons précédemment montré que le renversement de l'aimantation en quasi-statique se fait par la nucléation puis la propagation d'une paroi de domaine. Celle-ci se fait par saut, le domaine devant franchir une barrière d'énergie, dont celle du couplage peau d'orange. L'équation (9.2) n'est valide que dans le cas où la surface d'activation du saut est grande devant la longueur d'onde associée de la rugosité. Si la distribution des charges magnétiques est localisée l'énergie magnétostatique par unité de surface peut être négligeable. Mais elle peut localement être très importante et agir comme un centre de piégeage fort pour un objet de dimension réduite tel qu'une paroi de domaine.

Nous avons alors redéfini (9.2) sur la base du modèle de Néel pour prendre en compte les variations spatiales du couplage tel que :

$$H_N(x) = \frac{2\pi^2}{\sqrt{2}} \left(\frac{A^2}{\lambda t_{F_2}} \right) M_{S(F_1)} e^{-2\pi\sqrt{2}t_s\lambda} * \cos^2\left(\frac{2\pi}{\lambda}x\right) \quad (9.5)$$

Nous avons calculé numériquement la fonction en appliquant (9.5), corrigé de (9.3), dans (9.4). Cette fonction est une fonction marche, car elle est proportionnelle à la distribution de charges donc à la dérivé de la fonction topologique. L'intensité de ce champ de couplage est donc nulle sur les terrasses et vaut de quelques dizaines à une centaine de μT sur les marches selon les paramètres du modèle (épaisseur, hauteur de marches...). Ce modèle peut donc donner, qualitativement, une nouvelle approche du couplage peau d'orange. Le couplage ne dépendrait alors plus des états finaux du système (des états saturés) mais de l'interaction locale entre une paroi de domaine et une distribution locale de charges magnétiques. Néanmoins les champs calculés restent un ordre de grandeur trop faible pour rendre compte quantitativement du couplage mesuré.

9.4 Simulations micromagnétiques

L'utilisation du modèle de Néel sur nos échantillons est sous certains aspects litigieuse. En effet, un postulat majeur de ce modèle est que l'amplitude des oscillations est faible devant l'épaisseur de la couche intercalaire. Ce postulat n'est absolument pas respecté dans le cadre de nos échantillons. L'épaisseur de la couche intercalaire est de 2 ou 10 nm, la hauteur des marches est de 6nm. Afin de mieux rendre compte de l'interaction dipolaire locale, nous avons mené avec J.C. Toussaint une série préliminaire de simulations micromagnétiques sur ce problème. Le but de cette étude est de définir l'interaction entre une paroi de domaine et les charges magnétostatiques déposés sur les marches. L'évolution du système est basé sur la résolution de l'équation de précession de Landau-Lifschitz-Gilbert. Il utilise les paramètres standards du micromagnétisme : énergie Zeeman, énergie d'échange, énergie d'anisotropie et interactions dipolaires, (voir [131] pour les détails).

Nous avons mené trois calculs différents appliqués aux paramètres de la vanne de spins. Dans un premier temps nous avons calculé l'anisotropie des couches magnétiques en fonction des paramètres topologiques uniquement, voir Figure [9.2]. Les valeurs calculées correspondent parfaitement à celles mesurées. L'anisotropie de ces échantillons est une anisotropie de forme à l'échelle nanométrique. Dans le reste des simulations, nous avons utilisé ces valeurs comme références.

Les deux autres simulations sont consacrées à l'interaction entre une paroi de domaine et les charges magnétiques déposées sur les marches. La propagation dans un film "standard" anisotrope est circulaire¹. En effet, la paroi se déplace sous la pression magnétostatique dues au gain d'énergie Zeeman qui est isotrope. Pour les simulations, nous nous sommes donc intéressés à la propagation d'une paroi dans les directions perpendiculaire et parallèle à l'axe long des terrasses.

Propagation d'une paroi perpendiculairement aux terrasses.

Dans le cas d'une propagation perpendiculaire à l'axe long des terrasses, selon l'axe y de la Figure [9.1], la paroi doit franchir une marche parallèle à l'axe de facile aimantation. Sur une telle marche

¹Cependant, comme nous l'avons précédemment mentionné, les énergies de parois peuvent être différentes selon leur orientation par rapport à l'axe d'anisotropie. La conséquence est une propagation moins isotrope.

il n'y a pas d'interaction entre les deux couches magnétiques car il n'y a pas de charges magnétiques déposées sur ces marches par une couche saturée. On peut alors réaliser la simulation pour une couche unique. Le profil topologique utilisé est le même que celui utilisé en Figure [9.2] pour le calcul de l'anisotropie.

Nous imposons une paroi de domaine dans la simulation comme condition initiale. La paroi est de type Néel. L'aimantation tourne donc dans le plan de la couche, le centre de la paroi est orienté perpendiculairement à la marche, voir la Figure [9.7]. A champ nul, la paroi relaxe sur la largeur de terrasse. Elle est cependant fortement comprimée à l'intérieur de celle-ci. Lorsque l'on applique un champ externe, la paroi se déplace et vient se comprimer sur la marche. Le centre de la paroi dépose alors des charges magnétiques sur les marches qui vont empêcher sa propagation. Il faut donc appliquer un champ externe important pour permettre le franchissement de cette barrière. Le calcul de ce champ de franchissement pour 5 nm de FeNi donne 3.6 mT, ce qui est plus important que le champ coercitif mesuré. Cet effet pourrait expliquer comment une dépendance de type Stoner et Wolfarth du champ coercitif en fonction de l'angle d'application du champ a été mesurée sur un échantillon similaire [84]. Si la propagation de paroi de domaine est interdite, la couche peut être comparée à une assemblée de nanoparticules indépendantes associées aux terrasses. Leurs dimensions sont proches de celles requises pour un renversement cohérent de l'aimantation : un axe long induisant une anisotropie de forme uniaxiale, ainsi qu'une largeur de l'ordre de grandeur d'une paroi de domaine.

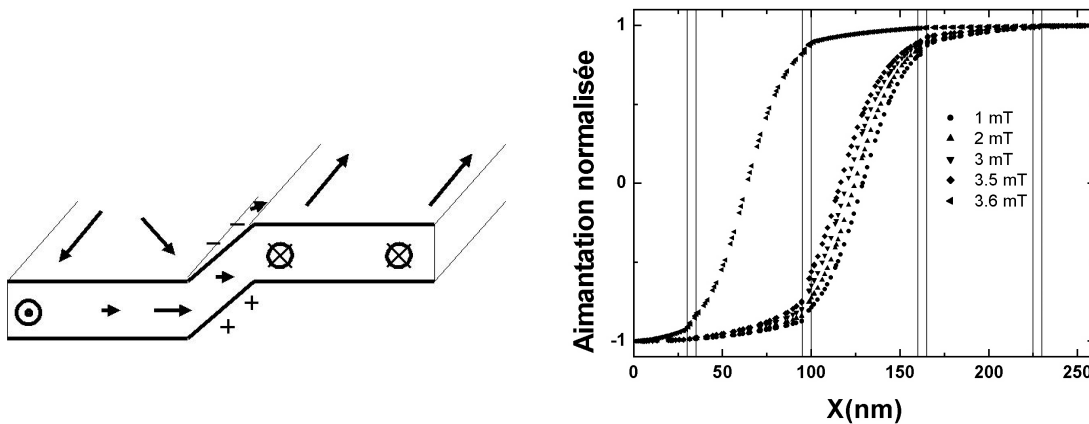


Figure 9.7 – A gauche, image intuitive de la compression d'une paroi de Néel sur une marche topographique dû au dépôt de charges magnétiques sur les flancs de la marche. A droite, profil de l'aimantation dans la couche simulée pour différents champs appliqués, les lignes représentent les marches.

Propagation d'une paroi parallèlement aux terrasses

Nous nous sommes ensuite penchés sur le problème d'une propagation parallèle à l'axe long des terrasses, selon l'axe x de la Figure[9.1]. Nous n'avons pas pu réaliser la simulation bidimensionnelle pour des raisons de dimensions et donc de taille de calcul. Nous avons donc opté pour une résolution unidimensionnelle du problème. Le principe est d'injecter le calcul analytique du champ rayonné par la couche de Co autour de la marche comme un champ local dans la couche de FeNi.

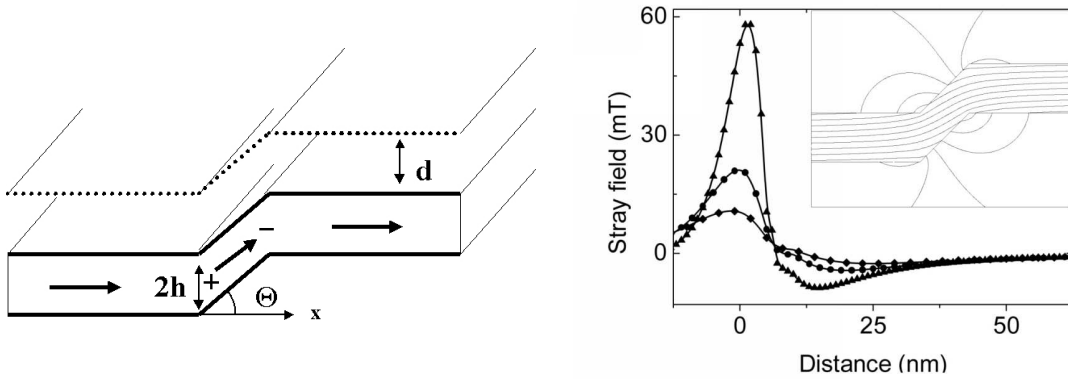


Figure 9.8 – A gauche, schéma pour la modélisation des charges rayonnées. Le champ effectif dans la couche de FeNi est la composante H_x du champ rayonné par la distribution de charges $\sigma = M_S(1 - \cos\Theta)$ déposées sur une hauteur $2h$ prise à hauteur de vol d constante. A droite, champ rayonné émis par 5nm de Co autour d'une marche. L'insert présente les lignes de champ rayonné. Les courbes représentent l'intensité du champ projeté sur l'axe x à une hauteur de vol constante de 5, 10 et 15nm au dessus de la surface.

Une simulation micromagnétique nous informe que l'aimantation du Co suit le profil de la marche, voir en Figure [9.8]. L'origine du dépôt de charges ne se trouve pas sur les flancs de la marche. Ce sont plutôt des charges volumiques dues aux variations angulaires de l'aimantation à la rupture de pente. Nous modélisons ce dépôt de charges comme une ligne magnétique chargée, $\sigma = M_S(1 - \cos\Theta)$.

On considère une ligne centrée de hauteur $2h$ parallèle à l'axe y , chargée avec une densité σ . Le champ rayonné en un point $M(x,y)$ s'écrit :

$$\vec{H}(r) = \frac{1}{4\pi} \int_h \frac{\sigma \mathbf{M}}{r^3} dl \quad (9.6)$$

Le champ rayonné est alors :

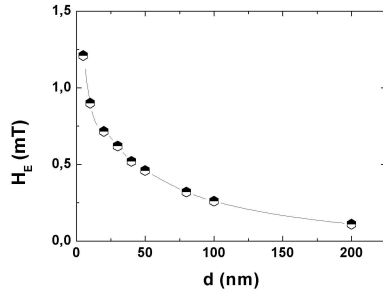
$$H_x(x, y) = \frac{\sigma}{4\pi} (2\text{arctg}\left(\frac{y+h}{x}\right) - 2\text{arctg}\left(\frac{y-h}{x}\right)) \quad (9.7)$$

$$H_y(x, y) = \frac{\sigma}{4\pi} (\text{Log}\left(\frac{x^2 + (y+h)^2}{x^2 + (y-h)^2}\right)) \quad (9.8)$$

Le calcul final est la somme des composantes H_x rayonnées par les deux lignes à droite et à gauche de la marche à hauteur de vol constante, comme représenté Figure [9.8]. Ce calcul est cohérent avec la simulation micromagnétique précédemment citée.

Le champ rayonné est hautement localisé autour de la marche dans une région inférieure à 40nm donc de l'ordre de grandeur de la largeur de paroi. Son signe change de part et d'autre dû à une distribution des charges en dehors du plan de la couche. Enfin il est très intense, le champ maximum rayonné est de 60 mT à 5 nm au-dessus de la marche. Nous avons ensuite utilisé ce champ et simulé le passage d'une paroi de FeNi aller et retour. Nous en avons déduit un champ coercitif et un champ d'échange, voir en Figure [9.9].

Le champ d'échange calculé avec cette méthode est de l'ordre de grandeur de celui mesuré, $\simeq 1mT$. Il décroît lentement avec la distance et semble suivre une loi phénoménologique logarithmique décroissante. Le champ coercitif associé est important. Il est du même ordre de grandeur



d (nm)	H_E Champ(mT)	H_C Champ(mT)
5	1,21	4,55
10	0,9	4,175
20	0,715	4,0075
30	0,62	3,94
40	0,52	3,83
50	0,46	3,755
80	0,32	3,63
100	0,26	3,6
200	0,11	3,525

Figure 9.9 – Evolution du champ de couplage et du champ coercitif avec la distance entre les deux couches. La dépendance semble suivre une loi phénoménologique logarithmique.

que celui calculé pour la propagation piégée parallèle aux terrasses. La faible décroissance de H_E et H_C en fonction de d peut s'expliquer par la nature unidimensionnelle du modèle. Un modèle équivalent en 3D devrait avoir une décroissance beaucoup plus forte. A titre de comparaison, une charge électrostatique ponctuelle rayonne en x^{-2} en 3D, alors qu'un fil infini rayonne en x^{-1} .

Critiques des simulations

Le résultat quantitatif majeur est le calcul exact de l'anisotropie de forme dû à la forme allongée des terrasses. Nous pensons que le calcul des champs de propagation perpendiculaire nous informe de façon quantitative sur les champs de propagation. L'expérience présentée ici ne permet pas de confirmer quantitativement cette simulation. En effet la longueur moyenne des terrasses est relativement faible, $\simeq 1\mu m$, et les sauts de paroi supposés de $60nm$ sont d'une dimensions trop réduites pour être accessibles en microscopie magnétique courante (Magnéto-optique, PEEM, MEB en mode Fresnel). Il est donc difficile de faire la part entre un piégeage de paroi aux extrémités des terrasses et une propagation continue aux travers des marches. Le point le plus discuté à notre point de vue est la propagation perpendiculaire. Premièrement, la taille de paroi générée en utilisant l'anisotropie calculée est de quelques centaines de nm. Cette largeur de paroi est un point crucial pour l'amplitude de l'interaction, plus la taille de paroi est fine plus l'interaction sera forte. Des simulations futures vont permettre d'éclaircir cette influence. Enfin, notre simulation est réalisée pour une marche infiniment large, alors que la microscopie AFM nous informe que ces marches, situées aux extrémités des terrasses, sont de nature ponctuelle. Une étape future sera de modéliser cet effet tridimensionnel. Nous pensons que l'action réelle des marches sur la paroi est équivalente à un centre de piégeage fort et polarisable en fonction de l'orientation de la couche inférieure de Co.

9.5 Phénoménologie du renversement

Nous pouvons maintenant expliquer la raison de la disparition du couplage peau d'orange à haute vitesse de balayage grâce à la combinaison des simulations et des résultats expérimentaux. A basse vitesse, le renversement de la couche de FeNi est dominé par la propagation de domaines. Cette propagation est très fortement piégée par les marches parallèles et perpendiculaires. Cela se traduit en pratique par une grande facilité pour positionner une paroi de domaine dans le champ de vue

de notre microscope. Cet exercice est beaucoup plus difficile à réaliser avec un film déposé sur un substrat plat. Le profil de paroi est triangulaire mais les bords sont irréguliers et semblent être corrélés aux variations topologiques du substrat. Nous pensons que le processus de propagation de paroi est le suivant : dans un premier temps la paroi avance parallèlement aux terrasses. Elle doit franchir une "marche de couplage" où elle ressent le champ rayonné polarisé (positif ou négatif) de la couche de Co. Dans un deuxième temps, il lui est plus simple de se propager dans la direction perpendiculaire aux terrasses, jusqu'à ce qu'elle se bloque sur la prochaine "marche de piégeage". La paroi de domaine avance sous la forme d'avalanche pyramidale. A haute vitesse, le renversement de la couche de FeNi se fait principalement par nucléation. On peut supposer que ces dernières apparaissent au centre des marches là où les films sont parallèles entre eux et le couplage peau d'orange nul. Il n'y a plus de propagation de parois au dessus des marches et le couplage n'est donc plus effectif.

9.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié la dynamique de renversement de l'aimantation de vanes de spin $Co/Cu/FeNi$ et de jonctions tunnel magnétiques $Co/Al_2O_3/FeNi$ où les couches F sont couplées par interaction dipolaire. Ces systèmes présentent la particularité d'avoir été déposés sur des substrats à accumulation de marches où la topologie prend la forme de longues terrasses ($60 * 1000 \text{ nm}^2$) avec une très forte amplitude de modulation, plusieurs nanomètres.

Une étude statique a montré que l'anisotropie mesurée sur ces échantillons était directement reliée à la modulation du substrat. Nous avons montré pour un film simple que la propagation d'une paroi de domaines perpendiculairement à une marche est piégée. Ce piégeage est dû au dépôt de charges magnétostatiques par la paroi de Néel sur la marche. Dans le cas de deux couches F de Co et de FeNi séparées par une couche NM, nous avons montré que le champ rayonné par la couche dure de Co au niveau d'une marche influe fortement sur la propagation d'une paroi dans la couche douce de FeNi. L'interprétation classique du couplage peau d'orange considérait uniquement les états d'énergie de couches saturées. Nous avons montré que le couplage peut prendre la forme d'une interaction *locale* entre une paroi et un champ rayonné autour d'une forte modulation topologique.

Nous avons mesuré les propriétés dynamiques de ces multicouches. L'ensemble des films F présente une transition à haute vitesse lorsque l'on représente $H_c = f(\ln[dH/dt])$. Nous attribuons cette transition à un changement de régime entre propagation de parois à basse vitesse et nucléation successive à haute vitesse. Nous avons imagé cette transition grâce à une mesure de microscopie PEEM. Nous avons mesuré une disparition du couplage magnétostatique entre la couche de FeNi et la couche de Co au cours de la transition du champ coercitif de la couche douce de FeNi.

A basse vitesse, la propagation de paroi est influencée par le champ rayonné par la couche de Co autour des marches. A haute vitesse, le renversement se produit par nucléation de domaines au centre des terrasses là où la modulation de topologie et donc le couplage sont nuls.

Conclusions et perspectives

Une partie majeure de ce travail de thèse a été consacrée à la réalisation d'instruments pour l'étude des propriétés dynamiques de l'aimantation dans les couches minces magnétiques en champ fort. Cet effort d'instrumentation a porté sur trois points principaux. Premièrement le développement de sources de champs dynamiques. Nous disposons aujourd'hui de sources pour la génération de champs parallèles et perpendiculaires sur une très large gamme temporelle : du statique jusqu'à la nanoseconde. Nous continuons cet effort de développement en collaboration avec le Docteur Bonfim (Université du Parana, Brésil) afin de diminuer les temps de montée des sources impulsives autour de la centaine de picosecondes tout en gardant l'aspect champ fort. Il sera également important de combler le trou entre la partie haute fréquence des électroaimants et le régime le plus lent des générateurs impulsifs. Le deuxième effort instrumental a porté sur la création de magnétomètres à effets Kerr. Nous disposons d'un microscope avec une résolution spatiale d'un micromètre et une résolution temporelle de $1 \mu s$ en mode monocoup et 100 ps en mode stroboscopique. Nous avons imagé des systèmes à aimantation perpendiculaire et planaire. Nous pouvons réaliser des études en température pour des échantillons planaires. Le cryostat peut également mesurer des systèmes à aimantation perpendiculaire, la réalisation d'une source de champ perpendiculaire adapté au cryostat est en cours. Enfin, nous disposons d'un magnétomètre à température ambiante très versatile en termes de configurations spatiales. Ces instruments sont très performants mais ces performances restent classiques par rapport à l'état de l'art au niveau mondial. Nous nous sommes également investis dans la construction d'un instrument "hors normes", un PEEM résolu en temps. Nous avons démontré la faisabilité de la technique sur la première génération de PEEM. Nous disposons d'une résolution spatiale de 300 nm et temporelle de 300 ps. Cependant, les PEEMs dernière génération ont montré une résolution jusqu'à 20 nm en statique, et l'utilisation d'un laser à électrons libres (en cours de construction à Berlin par exemple) permettra une résolution temporelle inférieure à la picoseconde. Cet instrument permettra alors la vérification directe de la théorie de la précession sur des objets nanométriques.

Un second volet de cette thèse a porté sur l'étude de la dynamique de renversement de l'aimantation. Nous avons confirmé que la nucléation de domaines inverses dans les couches minces est un processus thermiquement activé. Une étude plus précise effectuée sur les grenats a montré que dans un système "macroscopique", le modèle simple de Néel-Brown ne s'applique pas. La probabilité de renversement en fonction du temps est une fonction piquée. Le temps moyen de nucléation peut dépasser la dizaine de microsecondes. Nous avons également montré que l'étude des temps de nucléation en fonction du champ magnétique peut être un outil pour remonter à la nature de la barrière d'énergie séparant l'état saturé de l'état avec un nucléus. Cependant cette étude préliminaire pose encore de nombreuses questions et mérite un approfondissement. En effet la nucléation dans les systèmes macroscopiques est un phénomène assez peu compris. Nous disposons ici d'un

système très intéressant pour suivre sa dynamique en temps réel. Les techniques expérimentales développés par notre groupe marient haute fréquences, haute résolution spatiale et champs forts. Continuer l'étude sur la nucléation dans les grenats pourrait permettre d'explorer un champ de recherche encore très ouvert sur une dynamique de l'aimantation mixte entre précession et activation thermique.

Nous avons également étudié la dynamique de paroi de domaines. Aux vues des expériences sur les différents systèmes étudiés, quatre régimes semble ressortir³. A champ appliqué très faible, un régime de reptation existe : la paroi de domaines est soumise à une agitation thermique et vibre. Elle explore donc à courte distance ses minima propres d'énergie. Les aires renversés sont extrêmement réduites ($A < (100nm)^2$). Il serait intéressant de pouvoir les corrélés aux dimensions caractéristiques du piégeage, certainement associées à la taille des grains. Les vitesses de paroi sont alors exponentielles en champ. Lorsque le champ appliqué est augmenté, nous avons observé que la paroi avance par saut localisé d'amplitude importante (plusieurs micromètres). Le processus de propagation de paroi serait alors plutôt de type dépiégeage de la paroi puis une avalanche au-dessus des centres faibles jusqu'aux prochains centres forts. Puis, lorsque le champ appliqué devient fort et dépasse le champ de dépiégeage, on observe une dépendance linéaire en champ de la vitesse de paroi. Dans ce cas, l'activation thermique n'a plus d'action. La vitesse dépend alors de la pression Zeeman sur la paroi et des propriétés intrinsèques du matériau telles que le rapport gyromagnétique et le facteur d'amortissement. Enfin, à haut champ, les grandes vitesses de paroi sont affectées par la nature précessionnelle de l'aimantation. La vitesse (du moins dans les films perpendiculaires) sature.

Des études préliminaires de la dynamique de renversement en fonction de la température montrent que l'importance relative du temps et de la température sur le champ coercitif varient fortement d'un échantillon à l'autre. La réalisation d'études parallèles temps/température sera forcément riche en information sur l'activation thermique. Cependant, les propriétés magnétiques intrinsèques (aimantation, anisotropie) varient également très fortement en fonction de la température. Il ne sera peut-être pas toujours simple de séparer les deux contributions sur la dynamique des systèmes étudiés.

D'une manière très générale, il ressort que le champ coercitif augmente drastiquement avec la vitesse de renversement et ce quelque soit le système étudié⁴. Cette évolution est principalement attribuée à l'activation thermique des processus de renversement.

Afin de pouvoir modéliser l'évolution dynamique du cycle d'hystérésis, il est nécessaire de caractériser précisément la dynamique des deux événements du renversement, la nucléation et la propagation. Mais il est également très important de connaître la structure en domaines au cours du cycle. Les expériences réalisées en microscopie résolue en temps sur les multicouches Co/Pt montrent que ce système est très adapté pour le développement d'un modèle fiable pour l'ajustement des cycles d'aimantation. La réalisation d'une telle étude permettra de clarifier la nature de

³Le régime de reptation a été visualisé clairement sur le film Co/Pt, le régime d'avalanche -également. Ce dernier est certainement applicable également aux films planaires de Co et FeNi. Un léger champ de piégeage a également été mesuré sur les Grenats. La dynamique linéaire en champ puis la saturation de la vitesse de paroi a été mesuré sur les grenats ainsi que sur un film Au/Co/Au[59].

⁴Cette augmentation a été mesurée sur une large variété de systèmes ferromagnétiques : des grenats, des multicouches Co/Pt, des manganites, des films FeSi, FeNi, Co. Mais comme il existe toujours une exception à la règle, nous n'avons pas mesuré d'évolution (jusqu'à 20kHz) sur la nucléation du vortex magnétique dans un disque de diamètre 400 nm de FeNi...

la transition observée lorsque l'on représente $H_c = f(dH/dt)$ ⁵.

Une des applications industrielles majeures des couches minces magnétiques reste l'électronique de spin. Des fonctionnalités électronique sont réalisées par l'empilement de différentes couches magnétiques et non-magnétiques ou non. Ces couches peuvent donc être couplées entre elles (volontairement ou non...). Nous nous sommes intéressés à l'influence de deux types de couplage, couplage d'échange F/AF et couplage peau d'orange, sur la dynamique de renversement de l'aimantation. L'étude du couplage d'échange F/AF a démontré sa très grande complexité. Selon le type de mesures effectués, l'interprétation "naturelle" des résultats conduit vers un des différents concepts expliquant l'origine de l'échange. Cependant, les points suivants ressortent de cette étude : l'étude en fonction de l'épaisseur de la couche F montre que le couplage est d'origine interfacial uniquement. Il est possible de coupler à 90° deux couches F en intercalant une couche AF. La "force" du couplage peut être réglée via l'épaisseur de la couche. Les études en température montrent sans équivoque une température de blocage des grains AF. A température ambiante ces grains sont donc superparamagnétique. L'étude en dynamique montre indirectement que les processus microscopiques de renversement évoluent lorsque le couplage augmente. Plus le couplage est fort plus la propagation de paroi est piégée ; la transition du régime de propagation vers le régime de nucléation apparaît également beaucoup plus tôt dans les couches fortement couplées. Enfin, nous avons montré que l'origine de l'anisotropie unidirectionnelle se situe certainement dans la phase magnétique très désordonné des joints entre les grains de la couche AF. Deux voies principales seraient à explorer pour continuer ce travail. Premièrement, l'étude en microscopie de la structure en domaines. Il a été couramment observé que les modes de renversement de la couche F sont différents pour les deux branches du cycle d'hystérésis. Il serait très riche de vérifier ses assomptions sur Co/NiO en fonction de l'intensité du couplage et également de mesurer l'évolution dynamique de la structure. A une échelle plus réduite, il est crucial de mieux caractériser la structure ainsi que le magnétisme de l'interface. Cependant, les grains mesurent quelques dizaines de nanomètres et les joints quelques plans atomiques. Malheureusement, il n'existe actuellement pas de techniques expérimentales permettant de telles études.

L'étude sur les tricouches F/NM/F couplées par effets magnétostatiques a révélé une limite importante du modèle. En effet, ce dernier prend en compte l'énergie des états saturés finaux uniquement, alors que le renversement lent d'une couche F se fait par propagation de paroi. Nous avons montré que dans le cas d'un dépôt de charges magnétostatiques très localisé, l'intensité du couplage provient en fait de l'interaction entre ces charges et la paroi. Lorsque l'on renverse rapidement la couche F, le renversement s'effectue par nucléations successives à des lieux où il n'y a pas de charges magnétostatiques. Le couplage n'est donc plus effectif, et on peut considérer que les couches magnétiques sont dynamiquement découplées. Ce travail de compréhension des couplages entre couches continue. Les expériences PEEM résolu en temps permettront d'étudier l'effet du couplage local sur le renversement et vice versa, ainsi que l'influence d'une aimantation non-homogène dans la couche dure, comme une paroi, par exemple.

⁵Nous avons montré qu'un renversement rapide à haut champ entraîne toujours une forte augmentation du nombre de centres de nucléation. Cependant, c'est aussi à haut champ que la dynamique de paroi quitte le régime thermiquement activé et passe dans un régime visqueux. Ces deux phénomènes peuvent expliquer la transition de $H_c = f(dH/dt)$. Il semble que dans le cas où la propagation de paroi est très piégée (Co/Pt) l'origine de la transition provient de la dynamique de paroi, alors que dans le cas de films planaires où la propagation est peu piégée en statique la transition de $H_c = f(dH/dt)$ est due au passage vers un régime de nucléations successives.

Bibliographie

- [1] A. Aharoni. *Phys. stat. Sol.*, 16 :3, 1966.
- [2] A. Aharoni. Linear decrease in the magnetocrystalline anisotropy. *Phys. Rev.*, 120 :1576, 1960.
- [3] A. Aharoni. Simple model for nucleation around dislocations. *Phys. Rev.*, 128(6) :2496, 1962.
- [4] D. Alders, L. H. Tjeng, F. C. Voogt, T. Hibma, G. A. Sawatzky, C. T. Chen, J. Vogel, M. Sacchi, and S. Iacobucci. Temperature and thickness dependence of magnetic moments in nio epitaxial films. *Phys. Rev. B.*, 57 :11623, 1998.
- [5] B. Argyle, J. Slonczewski, and J. DeLuca. *AIP Conf. Proc.*, 5 :175–179, 1971.
- [6] P. Argyres. Theory of the faraday and kerr effects in ferromagnetics. *Phys. Rev.*, 57(2) :364, 1955.
- [7] M. Avrami. *Kinetics of Phase Change I & II*. *J. Chem. Phys.*, & 8 :1103 & 212, 1939 & 1940.
- [8] M. Baibich, J. Broto, A. Fert, F. N. V. Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, and J. Chazelas. Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices. *Phys. Rev. Lett.*, 61 :2472, 1988.
- [9] V. Bedanov, G. Gadiyak, and Y. Lozovik. Melting in a two-dimensional system with dipole interaction. *Phys. Lett.*, 92A(8) :460, 1982.
- [10] F. Bloch. *Z. fur Physik*, 47 :295, 1932.
- [11] M. Bonfim, G. Ghiringhelli, F. Montaigne, S. Pizzini, N. Brookes, F. Petroff, J. Vogel, J. Camarero, and A. Fontaine. Element-selective nanosecond magnetization dynamics in magnetic heterostructures. *Phys. Rev. Lett.*, 86(16) :3646, 2001.
- [12] M. Born and P. Jordan. *Elementare Quantummechanik*. Springer-Verlag, Berlin, 1930.
- [13] A. Bourzami, O. Lenoble, C. Féry, J. Bobo, and M. Piécuch. Enhancement of polar kerr rotation in Fe/Al₂O₃ multilayers and composite systems. *Phys. Rev. B*, 59(17) :11489, 1999.
- [14] D. Breed, P. Neperdel, and W. de Geus. Domain-wall dynamics in garnet films with orthorhombic anisotropy. *J. Appl. Phys.*, 54(11) :6577, 1983.
- [15] J. Broz, H. Zraun, O. Brodbeck, and W. Walterberger. Nucleation of magnetization reversal via creation of pairs of bloch walls. *Phys. Rev. Lett.*, 35(6) :787, 1990.
- [16] P. Bruno. Tight-binding approach to the orbital magnetic moment and magnetocrystalline anisotropy of transition-metal monolayers. *Phys. Rev. B.*, 39(1) :865, 1989.
- [17] P. Bruno. Hysteresis properties of ultrathin ferromagnetic films. *J. Appl. Phys.*, 68 :5759, 1990.
- [18] P. Bruno and C. Chappert. Ruderman-kittel theory of oscillatory interlayer exchange coupling. *Phys. Rev. B.*, 46 :261, 1991.
- [19] J. Cape and G. Lehman. Magnetic domain structures in thin uniaxial plates with perpendicular easy axis. *J. Appl. Phys.*, 42 :5732, 1971.
- [20] P. Carra, B. Thole, M. Altarelli, and X. Wang. X-ray circular dichroism and local magnetic fields. *Phys. Rev. Lett.*, 70 :694, 1993.
- [21] M. Cartier. *Thèse.*, UJF-Grenoble, 2000.

- [22] M. Cartier, S. Auffret, Y. Samson, P. Bayle-Guillemaud, and B. Dieny. Magnetic domain configurations of exchange coupled nio/co bilayers films. *J. Magn. Magn. Mater.*, 223 :63, 2001.
- [23] C.Dehesa-Martinez, L. Blanco-Gutierrez, M. Velez, J.Dias, L. Alvarez-Prado, and J. Alameda. Magneto-optical transverse kerr effect in multilayers. *Phys. Rev. B*, 64(1) :024417, 2001.
- [24] V. Chakarian, Y. Idzerda, H. Lin, C. Gutierrez, G. Prinz, G. Meigs, and C. Chen. Canted coupling of buried magnetic multilayers. *Phys. Rev. B.*, 53 :11313, 1996.
- [25] C. Chen, F. Sette, Y. Ma, and S. Modesti. Soft-x-ray magnetic circular dichroism at the $l_{2,3}$ edges of nickel. *Phys. Rev. B*, 42 :7262, 1990.
- [26] C. Chen, N. Smith, and F. Sette. Exchange, spin-orbit, and correlation effects in the soft-x-ray magnetic-circular-dichroism spectrum of nickel. *Phys. Rev. B*, 43 :6785, 1991.
- [27] S. Choe and S. Shin. Stability of stripe magnetic domain in magnetic multilayers : Prediction and observation. *Phys. Rev. B.*, 59(1) :142, 1999.
- [28] H. Chopra. *Phys. Rev. B*, 61 :9642, 2000.
- [29] G. der Laan, B.T.Thole, G.A.Sawatzky, J.B.Goedkoop, J.C.Fuggle, J.M.Esteva, R.C.Karnatak, J.P.Remeika, and H.A.Dabkowska. Experimental proof of magnetic x-ray dichroism. *Phys.Rev.B*, 34 :6529, 1986.
- [30] E. du Trémolet de Lacheisserie. *Magnétisme*. pug, 1999.
- [31] A. Encinas, F. N. V. Dau, A. Schuhl, F. Montaigne, M. Sussiau, and P. Galtier. *J. Magn. Magn. Mater.*, 198-199 :15–17, 1999.
- [32] F. Ernult. Anisotropie d'échange et frustration magnetique dans des bicouches ferro/antiferro et des tricouches ferro/antiferro/ferromagnetiques. *Thèse UJF Grenoble.*, [http ://www-drifmc.cea.fr/theses/2002/Franck20Ernult.pdf](http://www-drifmc.cea.fr/theses/2002/Franck20Ernult.pdf), 2002.
- [33] J. L. Erskine and E. A. Stern. Calculation of the $m_{2,3}$ magneto-optical absorption spectrum of ferromagnetic nickel. *Phys. Rev. B*, 12 :5016, 1975.
- [34] S. Erskine and E. Stern. Magneto-optic kerr effect in ni, co, and fe. *Phys. Rev. Lett.*, 82(26), 1983.
- [35] A. Eschenfelder. *Magnetic Bubble Technology*. Springer, 1981.
- [36] E. Fatuzzo. Theoretical considerations on the switching transient in ferroelectrics. *Phys. Rev.*, 127 :1999, 1962.
- [37] J. Ferré, V. Grolier, P. Meyer, S. Lemerle, A. Maziewski, S. T. E. Stefanowicz, V. Tarasenkoo, M. Kisielewski, and D. Renard. Magnetization reversal processes in an ultrathin Co/Au film. *Phys. Rev. B.*, 55(22) :15092, 1997.
- [38] M. Filipkowski, J. Krebs, G. Prinz, and C. Gutierrez. Giant near-90° coupling in epitaxial CoFe/Mn/CoFe sandwich structures. *Phys. Rev. Lett.*, 75 :1847, 1995.
- [39] E. Frei, S.Shtrikman, and D. Treves. Critical size and nucleation field of ideal ferromagnetic particles. *Phys. Rev.*, 106 :446, 1957.
- [40] M. Freiser. A survey of magneto optic effects. *IEEE Trans. Magn.*, 4(2) :852, 1968.
- [41] X. Gao, M. DeVries, D. Thompson, and J. Woollam. Dielectric tensor for interfaces and individual layers in magnetic multilayer structures. *J. Appl. Phys.*, 88(5) :2775, 2000.
- [42] F. Garcia, J. Moritz, F. Ernult, S. Auffret, B. Rodmacq, B. Dieny, J. Camarero, Y. Pennec, S. Pizzini, and J. Vogel. Exchange bias with perpendicular anisotropy in $(pt-co)_n - femn$ multilayers. *IEEE Trans. Magn.*, 38(5) :2730, 2002.
- [43] P. Gaunt. Ferromagnetic domain wall pinning by a random array of inhomogeneities. *Phil. Mag. B.*, 48(3) :261, 1983.
- [44] J. Gonzales, R. Ramirez, and R. Smirnov-Rueda. Non-arrhenius relaxation in micromagnetic models of systems with many degrees of freedom. *Phys. Rev. B.*, 52(22) :16034, 1995.
- [45] G. Grinstein and R. H. Koch. Coarse graining in micromagnetics. *Phys. Rev. Lett.*, 90 :207201, 2003.

- [46] G. Guo and H. Ebert. Band-theoretical investigation of the magneto-optical kerr effect in fe and co multilayers. *Phys. Rev. B.*, (18) :12633, 1994.
- [47] B. Halperin and D. Nelson. Theory of two-dimensional melting. *Phys. Rev. Lett.*, 41(2) :121, 1978.
- [48] K. Heim and M. Scheinfein. An alternative approach for magneto-optic calculations involving layered media. *J. Magn. Magn. Mater.*, 154 :141, 1996.
- [49] W. K. Hiebert, G. E. Ballentine, and M. R. Freeman. Comparison of experimental and numerical micromagnetic dynamics in coherent precessional switching and modal oscillations. *Phys. Rev. B.*, 65 :140404, 2002.
- [50] B. Hillebrands and K. Ounadjela. *Spin Dynamics in Confined Magnetic Structures*, volume 83 of *Topics in applied physics*. Springer, 2002.
- [51] A. Hubert and R. Schäfer. *Magnetic Domains*. Springer, 1998,.
- [52] W. Hübner and K. Bennemann. Nonlinear magneto-optical kerr effect on a nickel surface. *Phys. Rev. B*, 40(9) :5973, 1989.
- [53] T. Hughes, H. Laidler, and K. O'Grady. Thermal activation of magnetization reversal in spin-valve systems. *2001*, 89 :5585.
- [54] R. Hunt. Magneto-optic scattering from thin solid films. *J. Appl. Phys.*, 38(4) :1652, 1967.
- [55] I. Jacobs and C. Bean. An approach to elongated fine-particle magnets. *Phys. Rev.*, 100 :1060, 1955.
- [56] J.Hamrle, J. Ferré, M. Nyvlt and S. Visnovsky. In-depth resolution of the magneto-optical kerr effect in ferromagnetic multilayers. *Phys. Rev. B*, 66(1) :224423, 2002.
- [57] W. B. Jr. Criterion for uniform micromagnetization. *Phys. Rev.*, 105 :1479, 1957.
- [58] J. Kerr. *Philos. Mag.*, 3(1) :321, 1877.
- [59] A. Kirilyuk, J. Ferre, V. Grolier, J. Jamet, and D. Renard. *J. Magn. Magn. Mater*, 171 :45, 1997.
- [60] C. Kittel. Physical theory of ferromagnetic domains. *Rev. Mod. Phys*, 21 :541, 1949.
- [61] K.Mackay, M.Bonfim, D.Givord, and A.Fontaine. 50 T pulsed magnetic fields in microcoils. *J.Appl.Phys*, 87 :1996, 2000.
- [62] R. Kodama, A. Berkowitz, E. M. Jr., and S. Foner. Surface spin disorder in NiFe₂O₄ nanoparticles. *Phys. Rev. Lett.*, 77(2) :394, 1996.
- [63] J. Kools. Effect of finite magnetic film thickness on néel coupling in spin valves. *J. Appl. Phys.*, 85 :4466, 1999.
- [64] N. Koon. Calculations of exchange bias in thin films with ferromagnetic/antiferromagnetic interfaces. *Phys. Rev. Lett.*, 78 :4865, 1997.
- [65] H. Kronmüller. *Phys. Stat. Sol.*, 144 :352, 1987.
- [66] W. Kuch, R. Fromter, J. Gilles, D. Hartmann, C. Ziethen, C. Schneider, G. Schonhense, W. Swiech, and J. Kirschner. Element selective magnetic imaging in exchange-coupled systems by magnetic photoemission spectroscopy. *Surf. Rev. Lett.*, 5 :1241, 1998.
- [67] M. Labrune. *Time Dependence of the Magnetization Process of RE-TM Alloys*. *J. Magn. Magn. Mater.*, 80 :211, 1989.
- [68] S. Landis, B. Rodmacq, and B. Dieny. Magnetic properties of co/pt multilayers deposited on silicon dot arrays. *Phys. Rev. B*, 62 :12271, 2000.
- [69] P. Langevin. *Le Radium.*, 7(1) :249, 1910.
- [70] S. Lemerle. *Etude de la dynamique de renversement de l'aimantation dans les couches ultra-minces à anisotropie perpendiculaire : rôle de la nanostructure*. PhD thesis, U. Paris Sud UFR Orsay, 1998.
- [71] S. Lemerle, J. Ferré, C. Chappert, V. Mathet, T. Giamarchi, , and P. L. Doussal. Domain wall creep in an ising ultrathin magnetic film. *Phys. Rev. B.*, 80(4) :849, 1998.

- [72] Z. Liu, S. Zhou, G. Xia, S. Wang, R. Zhang, Y. Zheng, L. Chen, and J. Song. Smart structure for tailoring the magneto-optical kerr effect. *Phys. Rev. B*, 61(13) :8656, 2000.
- [73] J. MacLaren and W. Huang. Theoretical predictions of the polar kerr effect in Fe and Co. *J. Appl. Phys.*, 76(8) :6197, 1996.
- [74] A. Malozemoff. Random-field model of exchange anisotropy at rough ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces. *Phys. Rev. B.*, 35 :3679, 1987.
- [75] A. Malozemoff. Heisenberg-to-ising crossover in a random-field model with uniaxial anisotropy. *Phys. Rev. B.*, 37 :7673, 1988.
- [76] A. Malozemoff and J. Sloncewski. *Magnetic Domain Walls in Bubble Materials*. Academic Press, 1979.
- [77] D. Mauri, H. Siegmann, P. Bagus, and E.Kay. Simple model for thin ferromagnetic films exchange coupled to an antiferromagnetic substrate. *J. Appl. Phys.*, 62(7) :3047, 1987.
- [78] M.Born. *Ann. Physik.*, 55(1) :177, 1918.
- [79] W. Meiklejohn and C. Bean. New magnetic anisotropy. *Phys. Rev.*, 105 :904, 1957.
- [80] G. Metzger, P. Pluvinaige, and R. Torguet. Termes linéaires et quadratiques dans l'effet magnéto-optique de kerr. *Ann. Physik.*, 10(1) :5, 1965.
- [81] C. Mocuta. Croissance, structure et magnétisme de films métalliques supportés par des oxydes polaires. *Thèse.*, 2000.
- [82] P. Molho, J. Porteseil, Y. Souche, J. Gouzerh, and J. Levy. Irreversible evolution in the topology of magnetic domains. *J. Appl. Phys.*, 81(8) :4188, 1987.
- [83] F. Montaigne. *Effet tunnel dépendant du spin : Des simples aux doubles jonctions*. PhD thesis, Université Paris VII, 1999.
- [84] F. Montaigne, P. Gogol, J. Briatico, J. Maurice, F. N. V. Dau, F. Petroff, A. Fert, and A. Schuhl. Magnetoresistive tunnel junctions deposited on laterally modulated substrates. *Appl. Phys. Lett.*, 76 :3286, 2000.
- [85] E. Moog, C.liu, S. Bader, and J. Zak. Thickness and polarization dependance of the magneto optic signal from ultrathin ferromagnetic films. *Phys. Rev. B*, 39(14) :6949, 1989.
- [86] L. Néel. Sur un nouveau mode de couplage entre les aimantations de deux couches minces ferromagnétiques. *C. R. Acad. Sciences*, 255 :1676, 1962.
- [87] L. Néel. Sur un problème de magnétostatique relatif a des couches minces ferromagnétiques. *C. R. Acad. Sciences*, 255 :1545, 1962.
- [88] J. Noguès and I. Sculler. Exchange bias. *J. Magn. Magn. Mater.*, 192 :203, 1999.
- [89] H. Ohldag, T. Regan, J. Stohr, A. Scholl, F. Nolting, J. Luning, C. Stamm, S. Anders, and R. White. Spectroscopic identification and direct imaging of interfacial magnetic spins. *Phys. Rev. Lett.*, 87(24) :24720, 2001.
- [90] H. Ohldag, A. Scholl, F. Nolting, E. Arenholz, S. Maat, A. T. Young, M. Carey, and J. Stohr. Correlation between exchange bias and pinned interfacial spins. *Phys. Rev. Lett.*, 91 :017203, 2003.
- [91] P. Oppeneer, T. Maurer, J. Sticht, and J. Kübler. Ab-initio calculated magneto-optical kerr effect of ferromagnetic metals : Fe and Ni. *Phys. Rev. B.*, 35(11) :10924, 1992.
- [92] D. Parks. *J. Appl. Phys.*, 87 :3023, 2000.
- [93] K. Patek, A. Thiaville, and J. Miltat. Horizontal bloch lines and anisotropic dark-field observations. *Phys. Rev. B.*, 49(10) :6678, 1994.
- [94] E. Puppini, P. Vavassori, and L. Callegaro. A focused magneto-optical kerr magnetometer for bar-khausen jump observations. *Rev. Sci. Instrum.*, 71(4) :1752, 2000.
- [95] U. Pustogowa, W. Hübner, and K. Bennemann. Theory for the non linear magneto-optical kerr effect at ferromagnetic transition-metal surfaces. *Phys. Rev. B*, 48(12) :8607, 1993.

- [96] U. Pustogowa, W. Hübner, and K. Bennemann. Enhancement of the magneto-optical kerr angle in non linear optical response. *Phys. Rev. B*, 49(14) :10031, 1994.
- [97] B. Raquet, R. Mamy, and J. Ousset. Magnetization reversal dynamics in ultrathin magnetic layers. *Phys. Rev. B.*, 56(6) :4128, 1996.
- [98] B. Raquet, M. Ortega, M. Goiran, A. Fert, J. Redoules, R. Mamy, and J. Ousset. Dynamical properties of magnetization reversal in an ultrathin Au/Co film. *J. Magn. Magn. Mater.*, 150(1) :L5, 1995.
- [99] J. Reif, J. Zink, C.-M. Schneider, and J. Kischner. Effects of surface magnetism on optical second harmonic generation. *Phys. Rev. Lett.*, 67(20) :2878, 1991.
- [100] Y. Samson, A. Marty, R. Hoffmann, and V. Gehanno. Magnetic domains in thin films with perpendicular anisotropy : An extensive study de 3 pages. *J. Appl. Phys.*, 85(8), 1999.
- [101] Z. Y. M. Scheifein. Combined three-axis surface magneto-optical kerr effects in the study of surface and ultrathin films magnetism. *J. Appl. Phys.*, 74(11) :6810, 2000.
- [102] B. Schrag. *Phys. Rev. Lett.*, 77 :2373, 2000.
- [103] H. W. Schumacher, C. Chappert, P. Crozat, R. Sousa, P. Freitas, J. Miltat, J. Fassbender, and B. Hillebrands. Phase coherent precessional magnetization reversal in microscopic spin valve elements. *Phys. Rev. Lett.*, 90 :17201, 2003.
- [104] H. W. Schumacher, C. Chappert, R. C. Sousa, P. P. Freitas, and J. Miltat. Quasiballistic magnetization reversal. *Phys. Rev. Lett.*, 90 :17204, 2003.
- [105] G. Schütz, W. Wagner, W. Wilhelm, P. Kienle, and G. M. R. Zeller, R. Frahm. Absorption of circularly polarized x-rays in iron. *Phys. Rev. Lett.*, 58 :737, 1987.
- [106] R. Serber. Theoretical investigation of the orientation dependance of the magneto-optical kerr effect in co. *Phys. Rev.*, 43(14) :1003, 1933.
- [107] R. Seshadri and R. Westervelt. Statistical mechanics of magnetic bubble arrays i&ii. *Phys. Rev. B*, 46(9) :5142&5150, 1992.
- [108] H. Siegmann. *J. Magn. Magn. Mater.*, 151 :L8, 1995.
- [109] J. Slonczewski. *AIP Conf. Proc.*, 5 :170–174, 1971.
- [110] J. Slonczewski. *Int. J. Magn.*, 2 :85–87, 1972.
- [111] J. Slonczewski. *J. Appl. Phys*, 45 :2705–2715, 1974.
- [112] J. Slonczewski. Overview of interlayer exchange theory . *J. Magn. Magn. Mater.*, 150 :13, 1995.
- [113] R. Stamps. Dynamic magnetic hysteresis and anomalous viscosity in exchange bias system. *Phys. Rev. B.*, 61 :12174, 2000.
- [114] M. Stiles and R. McMichael. Model for exchange bias in polycrystalline ferromagnet-antiferromagnet bilayers. *Phys. Rev. B.*, 59(5) :3722, 1999.
- [115] M. Stiles and R. McMichael. Temperature dependence of exchange bias in polycrystalline ferromagnet-antiferromagnet bilayers. *Phys. Rev. B.*, 60(18) :12950, 1999.
- [116] M. Stiles and R. McMichael. Coercitivity in exchange-bias bilayers. *Phys. Rev. B.*, 63(1) :64405, 2001.
- [117] J. Stohr. Exploring the microscopic origin of magnetic anisotropies with x-ray magnetic circular dichroism (xmcd) spectroscopy. *J. Magn. Magn. Mater.*, 200 :470, 1999.
- [118] J. Stöhr and Y. Wu. X-ray magnetic circular dichroism : Basic concepts and theory for 3d transition metals, in *New directions in research with third-generation soft x-ray synchrotron radiation sources. NATO ASI Series E : Applied Sciences (Kluwer Academic Press) A.S. Schlachter F.J. Wuilleumier (Eds.)*, 254, 1994.
- [119] E. Stoner and E. Wohlfarth. A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys. *Trans. Roy. Soc. London*, 240 :599, 1947.

- [120] K. Strandburg. Two dimensional melting. *Rev. Mod. Phys.*, 60 :161, 1988.
- [121] D. Suess, M. Kirschner, T. Schrefl, W. Scholz, R. Dittrich, H. Forster, and J. Fidler. Micromagnetic calculations of bias field and coercivity of compensated ferromagnetic antiferromagnetic bilayers. *J. Appl. Phys.*, 93(10) :8618, 2003.
- [122] M. Sussiau, F. N. V. Dau, P. Galtier, A. Encinas, and A. Schuhl. *J. Magn. Magn. Matter*, 165 :1, 1996.
- [123] R. Taylor, R. O'Barr, and S. Yamamoto. Thermal relaxation of the pinned layer magnetization in nio spin valves. *J. Appl. Phys.*, 85(8) :5036, 1999.
- [124] A. Thiele. *Bell Syst. Tech. J.*, 48 :3287, 1969.
- [125] A. Thiele. *Bell Syst. Tech. J.*, 50 :725, 1971.
- [126] C. Thirion, W. Wernsdorfer, and D. Mailly. Switching of magnetization by nonlinear resonance studied in single nanoparticles. *Nature mat.*, 2 :524, 2003.
- [127] B. Thole, P. Carra, F. Sette, and G. van der Laan. X-ray circular dichroism as a probe of orbital magnetization. *Phys. Rev. Lett.*, 68 :1943, 1992.
- [128] B. Thole, G. der Laan, , and G. Sawatzky. Strong magnetic dichroism predicted in the $m_{4,5}$ x-ray absorption spectra of magnetic rare-earth materials. *Phys. Rev. Lett.*, 55 :2086, 1985.
- [129] H. Tomita and S. Miyashita. Statistical properties of the relaxation processes of metastable states in the kinetic ising model. *Phys. Rev. B.*, 46 :8886, 1992.
- [130] C. Torres, O. Alejos, J. Munoz, P. Hernandez-Gomez, and C. de Francisco. Frequency-dependent dynamics of domain walls in yttrium iron garnet. *Phys. Rev. B.*, 66(1) :24410, 2002.
- [131] J. Toussaint, A. Marty, N. Vukadinovic, J. B. Youssef, and M. Labrune. *J. Comp. Mat. Sci.*, 24 :175, 2002.
- [132] L. Uba, S. Uba, and V. Antonov. Microscopic origin of the magneto-optical properties of copt alloys. *Phys. Rev. B.*, 64 :125105, 2001.
- [133] P. van der Heijden, C. Swuste, W. de Jonge, J. Gaines, J. van Eemeren, and K. Schep. Evidence for roughness driven 90° coupling in $Fe_3O_4/NiO/Fe_3O_4$ trilayers. *Phys. Rev. Lett.*, 82 :1020, 2000.
- [134] G. Vella-Coleiro, S. Blank, and R. LeCraw. Influence of the gyromagnetic ratio on magnetic domain wall dynamics, 1975.
- [135] S. Visnovsky, M. Nyvlt, V. Prosser, R. Lopusnik, R. Urban, J. Ferré, G. Pénissard, D. Renard, and R. Krishnan. Polar magneto-optics in simple ultrathin-magnetic-film structures. *Phys. Rev. B.*, 52(2) :1090, 1995.
- [136] J. Vogel, W. Kuch, M. Bonfim, J. Camarero, Y. Penneç, F. Offi, K. Fukumoto, J. Kirschner, A. Fontaine, and S. Pizzini. Time-resolved magnetic domain imaging by x-ray photoemission electron microscopy. *J. Appl. Phys.*, 82 :2299, 2003.
- [137] D. Weller, G. Harp, R. Farrow, A. Cebollada, and J. Sticht. Orientation dependance of the polar kerr effect in fcc and hcp Co. *Rhys. Rev. Lett.*, 72(13) :2837, 1994.
- [138] W. Wernsdorfer, K. Hasselbach, A. Sulpice, A. Benoit, J.-E. Wegrove, L. Thomas, B. Barbara, and D. Mailly. Dynamical measurement of domain wall nucleation and annihilation in individual amorphous co particles. *Phys. Rev. B.*, 53(6) :3341, 1996.
- [139] W. Voigt. *Ann. Physik.*, 4(1) :197, 1901.
- [140] H. Xi and R. White. Coupling between two ferromagnetic layers separated by an antiferromagnetic layer. *Phys. Rev. B.*, 62 :3933, 2000.
- [141] S. Yan, R. Schreiber, F. Vogues, C. Osthover, and P. Grunberg. Oscillatory interlayer coupling in fe/mn/fe trilayers. *Phys. Rev. B.*, 59 :11641, 1999.
- [142] F. Yang and C. Chien. Spiraling spin structure in an exchange-coupled antiferromagnetic layer. *Phys. Rev. Lett.*, 85 :2597, 2000.

- [143] J. Zak, E. Moog, C. Liu, and S. Bader. Magneto-optics of multilayers with arbitrary magnetization directions. *Phys. Rev. B*, 43(8) :6423, 1991.
- [144] S. Zapperi, P. Cizeau, G. Durin, and H. E. Stanley. Dynamics of a ferromagnetic domain wall : Avalanches, depinning transition and the barkhausen effect. *Phys. Rev. B.*, 58(10) :6353, 1998.

Résumé :

La première partie décrit les effets magnéto-optiques (du visible aux Rayons X), les techniques de production dynamique de champ magnétique ainsi que les différents magnétomètres élaborés. Ces instruments permettent une étude sur une plage dynamique très importante de 50 ps à plusieurs heures avec une résolution spatiale jusqu'à 100 nm. Suit une partie consacrée à une présentation succincte du magnétisme et des approches théoriques de la dynamique de l'aimantation. La troisième partie est consacrée à l'étude d'un film de grenat où la dynamique est dominée par des effets de précession de l'aimantation, puis d'une multicouche Co/Pt où la dynamique est dominée par des effets d'activation thermique. Enfin la quatrième partie présente l'étude des systèmes couplés Ferro-AntiFerro Co/NiO puis une étude sur la disparition du couplage peau d'orange à haute vitesse de renversement de l'aimantation sur des tricouches Ferro-Nonmagnétique-Ferro déposées sur des substrats à accumulation de marches.

Mots clefs :

Magnétisme, Magneto-optique, Couplage peau d'orange, Couplage ferromagnétique-antiferromagnétique, Microscopie, Couches minces, Dynamique de l'aimantation, Domaines magnétiques.