



**HAL**  
open science

**Structure, magnétisme local et dynamique de  
l'aimantation de couches minces couplées étudiés par  
Spectroscopie d'Absorption X et effet Kerr  
magnéto-optique**

Stefania Pizzini

► **To cite this version:**

Stefania Pizzini. Structure, magnétisme local et dynamique de l'aimantation de couches minces couplées étudiés par Spectroscopie d'Absorption X et effet Kerr magnéto-optique. Matière Condensée [cond-mat]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2006. tel-00094606

**HAL Id: tel-00094606**

**<https://theses.hal.science/tel-00094606>**

Submitted on 14 Sep 2006

**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.

# Mémoire

présenté par

**STEFANIA PIZZINI**

chargé de recherches au Laboratoire Louis Néel (CNRS UPR5051)  
lié par convention à l'Université Joseph Fourier Grenoble - 1  
et à l'Institut National Polytechnique de Grenoble)

pour obtenir le diplôme d'

## Habilitation à diriger des recherches

auprès de

l'Université Joseph Fourier Grenoble - I

Structure, magnétisme local et dynamique de  
l'aimantation de couches minces couplées  
étudiés par Spectroscopie d'Absorption X  
et effet Kerr magnéto-optique

Jury:

Jacques Ferré	<i>Rapporteur</i>
Jeroen Goedkoop	<i>Rapporteur</i>
Dominique Givord	<i>Examineur</i>
Bernard Dieny	<i>Examineur</i>
Alain Fontaine	<i>Examineur</i>
Joël Cibert	<i>Président</i>

Date de soutenance: 7 Avril 2006



# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>v</b>
<b>1 XMCD et développements instrumentaux</b>	<b>1</b>
1.1 Le dichroïsme circulaire magnétique des rayons X . . . . .	2
1.1.1 XMCD aux seuils $L_{2,3}$ des métaux de transition . . . . .	3
1.1.2 XMCD aux seuil K des métaux de transition . . . . .	4
1.2 XMCD sur la ligne XAS dispersif à LURE . . . . .	5
1.3 Lames quart d'onde pour le XMCD . . . . .	6
1.3.1 Principes du fonctionnement d'une lame quart d'onde . . . . .	6
1.3.2 Lames quart d'ondes sur la ligne D11 à LURE . . . . .	8
1.3.3 Lames quart d'ondes sur la ligne ID24 à l'ESRF . . . . .	10
1.4 Mesures de XMCD résolues en temps . . . . .	11
<b>2 Structure et magnétisme de Co/Cu et Fe/Cu</b>	<b>15</b>
2.1 Structure et transport dans les multicouches Fe/Cu . . . . .	16
2.2 Polarisation du cuivre dans Co/Cu et Fe/Cu . . . . .	19
<b>3 Dynamique de l'aimantation dans Co/Cu/FeNi</b>	<b>23</b>
3.1 Les échantillons . . . . .	25
3.2 Les mesures XMCD résolues en temps . . . . .	25
3.3 Les mesures Kerr dynamiques . . . . .	28
3.4 Les mesures XMCD-PEEM . . . . .	29
3.5 Simulations micromagnétiques et interprétation . . . . .	30
3.6 Conclusion . . . . .	32
<b>4 Dynamique de <math>(\text{Pt}/\text{Co})_n</math>-AF à décalage d'échange</b>	<b>33</b>
4.1 Relaxation de l'aimantation . . . . .	35
4.1.1 Méthodes expérimentales . . . . .	35
4.1.2 Résultats . . . . .	37
4.2 Microscopie magnéto-optique . . . . .	39
4.2.1 Méthodes expérimentales . . . . .	39
4.2.2 Résultats . . . . .	41
4.3 Interprétation . . . . .	44

<b>5 Bilan et perspectives</b>	<b>47</b>
5.1 Dynamique rapide dans les systèmes F/AF . . . . .	49
5.2 Dynamique induite par champ et courant . . . . .	51
5.3 Conclusions . . . . .	54
<b>Bibliographie</b>	<b>54</b>

## Introduction

Ce mémoire présente une partie de mon activité de recherche depuis mon stage Post Doctoral au synchrotron LURE à Orsay jusqu'aux travaux plus récents au Laboratoire Louis Néel. Les thématiques développées dans le manuscrit s'insèrent dans le contexte du stockage de l'information, et plus particulièrement du stockage magnétique. Les systèmes étudiés sont des couches minces (ou des multicouches) ferromagnétiques (FM), ayant leur aimantation dans le plan ou hors du plan. Celles-ci peuvent être couplées soit avec une autre couche ferromagnétique à travers une couche non-magnétique soit avec une couche antiferromagnétique (AF). Lorsque des champs magnétiques ou des courants polarisés sont appliqués à ces systèmes, plusieurs effets importants se manifestent : la magnétorésistance géante (GMR) [1], la magnétorésistance tunnel (TMR) [2], le transfert de spin [3], l'effet dit d'“exchange bias” [4]. Tous ces effets ont suscité un intérêt considérable puisqu'ils sont mis à profit dans des dispositifs pour le stockage magnétique.

Les mémoires à accès aléatoire magnétique (MRAM : magnetic random access memory) sont le meilleur exemple de l'application des propriétés exceptionnelles des couches minces magnétiques. Les RAM actuelles (DRAM ou SRAM) utilisent des composants à base de semi-conducteurs, et ont l'inconvénient majeur d'être volatiles. Parmi les nouvelles technologies non volatiles, les mémoires magnétiques MRAM sont les plus prometteuses. Une MRAM est constituée d'un réseau de points mémoire, dont l'élément sensible est une jonction tunnel magnétique (MTJ). Dans une MJT, deux couches ferromagnétiques sont séparées par une barrière tunnel isolante. Une des deux couches, appelée couche libre, a une très faible coercitivité et est ainsi très sensible au champ magnétique d'écriture. L'autre couche FM, appelée couche piégée, est en contact avec une couche antiferromagnétique. L'anisotropie d'échange à l'interface FM/AF augmente la coercitivité de la couche piégée et son aimantation devient donc insensible à l'application de faibles champs magnétiques. Dans la phase d'écriture, un faible champ magnétique oriente l'aimantation de la couche libre du point mémoire. Le champ magnétique est généré par des courants circulant dans des lignes à l'intersection desquelles se trouve la cellule. Dans la phase de lecture, la résistance tunnel de la structure multicouche dépend de l'orientation relative des aimantations de la couche libre et de la couche piégée: la résistance est dans un état 'bas' (0) ou 'haut' (1) selon que les deux aimantations sont respectivement parallèles ou antiparallèles. Lorsque le courant est coupé, l'orientation relative des aimantations ne varie pas et l'information est gardée: la mémoire est non-volatile. Une des limitations des mémoires MRAM actuelles est que les champs magnétiques appliqués ne sont pas suffisamment localisés pour ne pas influencer les cellules voisines.

Des développements très importants des mémoires magnétiques sont liés à la découverte de l'effet de transfert de spin [3], et donc à l'utilisation de courants polarisés en spin

pour retourner l'aimantation de la couche libre des cellules de mémoire. IBM propose désormais de développer des dispositifs dans lesquels chaque point mémoire sera associé à environ 100 bits d'information. Les bits correspondront à une succession de 100 parois de domaines magnétiques, que l'on pourra déplacer par des impulsions de courant polarisé [5]. Un des problèmes technologiques actuels est lié au fait que les courants nécessaires pour retourner l'aimantation d'une cellule sont trop importants et que les vitesses de propagation des parois sont trop faibles. Plusieurs études théoriques et expérimentales sont actuellement en cours sur ce sujet [6, 7]. Il s'agit d'une part de déterminer les paramètres qui entrent en jeu dans la détermination des valeurs des courants critiques et des vitesses de propagation, d'autre part de suivre la dynamique de la propagation des parois pour expliquer les causes de sa déformation.

Une autre catégorie de systèmes où les couches minces magnétiques jouent un rôle important sont les dispositifs de stockage de masse, et en particulier les média magnétiques. Les densités de stockage des disques durs sont actuellement de l'ordre de la centaine de Gbits/pouce<sup>2</sup>. Pour augmenter cette densité, une première possibilité est de diminuer la taille de la cellule d'information. En ce cas, la taille minimum de la cellule est alors limitée par le rapport signal sur bruit minimum requis pour une bonne lecture de l'information, et par la limite superparamagnétique. Ces limitations seront probablement dépassées dans quelques années lorsque l'on passera à une nouvelle technologie, celle de l'enregistrement perpendiculaire sur media continu. A plus long terme, un deuxième saut technologique consistera à utiliser des media discrets de dimension caractéristique de l'ordre de 25 nm [8]. Ceci devrait permettre d'atteindre des capacités de 300 Gbits/pouce<sup>2</sup> à 1 Terabit/pouce<sup>2</sup>. Ces prévisions expliquent les recherches intenses poursuivies depuis plusieurs années sur les systèmes à anisotropie perpendiculaire.

La lecture de l'information sur disque dur est basée sur l'effet de magnétorésistance géante (GMR). L'élément sensible d'une tête d'écriture est une vanne de spin. Il s'agit d'une tricouche composée d'une couche libre et d'une couche piégée, séparées par une couche non -magnétique métallique. Durant la lecture du media, la résistivité de la vanne de spin dépend de l'orientation relative des aimantations des couches libre et piégée. L'augmentation de la densité de stockage dans les disques durs a conduit à une forte augmentation de la vitesse de transfert, qui est aujourd'hui de l'ordre du GHz. Des temps de retournement bien inférieurs à la nanoseconde seront nécessaires pour pouvoir poursuivre cette augmentation de la densité. La compréhension et le contrôle des processus de retournement de l'aimantation sont donc très importants dans les nouveaux dispositifs de lecture et d'écriture de l'information.

Ce manuscrit détaille ma contribution à l'étude des propriétés magnétiques et de la dynamique de l'aimantation de systèmes en couches minces utilisés par les applications décrites précédemment. Dans le chapitre 1 je décris mon outil expérimental, le dichroïsme circulaire magnétique des rayons X (XMCD) et son utilisation pour des mesures de dynamique de l'aimantation, sélectives en élément chimique. Dans le chapitre 2 je présente ma contribution à l'étude de systèmes Co/Cu et Fe/Cu, dans lesquels le couplage entre couches ferromagnétiques est oscillatoire en fonction de l'épaisseur de l'intercalaire du cuivre. Cette propriété est fondamentale puisqu'elle a conduit à la découverte de la magnétoresistance géante. Dans le chapitre 3 j'aborde le sujet de la dynamique de l'aimantation dans des systèmes type vanne de spin. Le chapitre 4 est consacré aux

résultats de mes recherches dans le domaine de systèmes à anisotropie perpendiculaire (les multicouches Pt/Co) couplés par échange avec une couche antiferromagnétique. Nos mesures mettent en évidence un changement dans le mode de retournement des couches de Co en présence d'une interface ferro-antiferro. Enfin, dans le dernier chapitre, je décris les perspectives de mon travail dans le domaine de la dynamique de l'aimantation de tous les systèmes décrits. Pour les systèmes FM/AF, on propose l'extension de nos recherches aux systèmes nanostructurés. Pour les tricouches type vanes de spin, on suggère d'étudier la dynamique des parois de domaines lorsqu'elles sont déplacées par un courant polarisé en spin.





# Chapitre 1

## Sur le XMCD et les développements instrumentaux

Une partie importante de mon activité de recherche depuis mon Post Doc a concerné l'utilisation du Dichroïsme Circulaire Magnétique des rayons X (XMCD) pour l'étude des propriétés magnétiques de systèmes en couches minces. Grâce à sa sélectivité chimique, à sa capacité de séparer moment de spin et orbital, et à sa sensibilité, le XMCD est devenu dans les années 1990 une technique de référence pour l'étude de systèmes en couches minces et multicouches magnétiques [9, 10, 11]. Depuis quelques années, l'utilisation du XMCD comme source de contraste magnétique a donné lieu à la microscopie XMCD-PEEM (PEEM: photoemission electron microscopy), technique d'imagerie magnétique de pointe pour sa résolution spatiale, sa sélectivité chimique et depuis peu, sa résolution temporelle [12, 13].

Mon apprentissage du XMCD a commencé dans l'équipe d'Alain Fontaine à LURE, où j'ai effectué un Post-Doc de deux ans (1991-1993) dédié à l'étude de propriétés structurales et magnétiques de couches minces et multicouches magnétiques par des techniques d'absorption X. Les expériences ont été effectuées essentiellement sur la ligne de lumière d'absorption "dispersive" dont notre groupe était responsable. Les résultats principaux obtenus sur les multicouches Co/Fe et Fe/Cu sont décrits dans le chapitre 2.

Avec l'ouverture de l'ESRF en 1993, l'intérêt de notre groupe s'est déplacé vers cette source de rayonnement synchrotron et ses potentialités nouvelles liées à son flux plus important, à sa collimation et à sa structure temporelle. La conviction que le XMCD était une technique importante pour le magnétisme de systèmes de dimensions réduites m'a amenée à m'impliquer fortement, de 1994 à 1998, dans le développement du XMCD sur les lignes de lumière à l'ESRF.

Dans ce chapitre j'introduirai brièvement les principaux concepts du XMCD. Je décrirai le développement de mesures XMCD utilisant des lames quart d'onde pour créer une polarisation circulaire à partir d'une polarisation linéaire, avec un spectromètre dispersif. J'introduirai ensuite le développement de mesures originales de XMCD résolues en temps à l'ESRF. La partie scientifique de ce travail est décrite dans le chapitre 3. L'aboutissement de ces dernières mesures a conduit à un changement de mon activité de recherche qui, depuis 1999, est centrée sur l'étude de la dynamique de l'aimantation dans des systèmes en couches minces couplées, en utilisant soit l'absorption X soit les effets magnéto-optiques (voir Chapitres 3 et 4).

## 1.1 Le dichroïsme circulaire magnétique des rayons X

Le Dichroïsme Circulaire Magnétique des rayons X (XMCD) est la différence entre l'absorption de rayons X polarisés circulairement à gauche et à droite, pour un matériau magnétique. C'est l'équivalent dans la gamme des rayons X de l'effet Kerr dans le visible. L'absorption de lumière visible provoque des transitions électroniques d'un état occupé vers un état vide dans la bande de valence, tandis que dans le domaine des rayons X l'électron excité provient d'un état de cœur avec une énergie et une symétrie bien définies. Un des atouts principaux du XMCD est sa *sélectivité chimique*. Puisque les seuils d'absorption ont des énergies caractéristiques pour chaque élément, on pourra accéder, dans des systèmes contenant plusieurs éléments chimiques, aux propriétés magnétiques de chacun de ses composants en ajustant l'énergie des photons au seuil d'absorption de l'élément choisi (Figure 1.1). Dans la gamme des rayons X mous, les sections efficaces d'absorption sont très grandes, ce qui rend possible de mesurer des quantités de matériau très faibles, jusqu'à la fraction d'une monocouche. Plusieurs articles de revue sur le dichroïsme ont été publiés depuis dix ans [9, 10, 11]. Je n'aborderai donc que les concepts principaux.

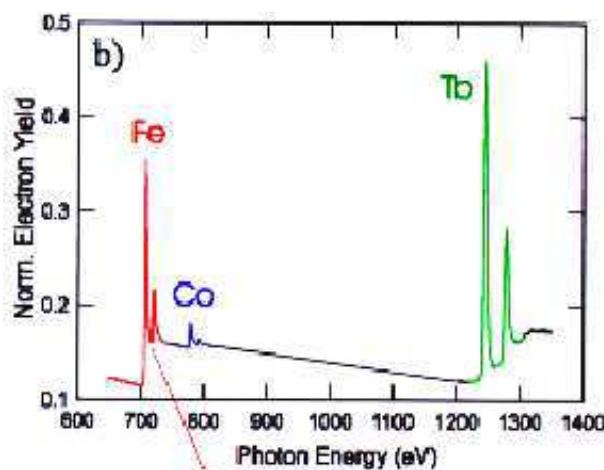


Figure 1.1: Spectres d'absorption d'un alliage FeCoTb. Les propriétés magnétiques de chacun des composants chimiques (Fe, Co, Tb) peuvent être étudiées en ajustant l'énergie des rayons X aux seuils d'absorption

La description la plus simple de l'absorption X utilise un modèle à un électron. Suite à l'interaction avec la lumière, un électron de cœur subit une transition vers un état non occupé. Dans la limite de l'approximation dipolaire, la section efficace d'absorption est donnée par la règle d'or de Fermi:

$$W_{abs} = \sum_q |\langle \Phi_f | \mathbf{e}_q \cdot \mathbf{r} | \Phi_i \rangle|^2 \delta_{E_f - E_i - \hbar\omega} \quad (1.1)$$

Le premier terme à droite est le module carré de l'élément de matrice de l'opérateur d'interaction du champ électromagnétique avec l'électron de l'atome absorbeur.  $\mathbf{e}_q \cdot \mathbf{r}$  est l'opérateur dipolaire,  $\mathbf{e}_q$  est le vecteur de polarisation unitaire (avec  $q=0, \pm 1$ );  $\Phi_f$  et  $\Phi_i$  sont respectivement l'état final et l'état initial de l'atome absorbeur. La fonction  $\delta$  décrit la conservation d'énergie.

Les règles de sélection prévoient que des transitions sont possibles seulement entre des états pour lesquels le moment angulaire diffère de 1:  $\Delta l = \pm 1$  et  $\Delta s = 0$ . Les

seuils d'absorption les plus utiles en magnétisme sont ceux qui sondent les états finaux responsables des propriétés magnétiques : les seuils  $L_{2,3}$  pour les métaux de transition  $3d$  (transitions  $p \rightarrow d$ ) et les seuils  $M_{4,5}$  pour les métaux de terre rare (transitions  $d \rightarrow f$ ). Les seuils  $K$  des métaux  $3d$  (transitions  $s \rightarrow p$ ) sondent par contre la polarisation magnétique des bandes de conduction  $sp$  induite par l'hybridation avec les bandes  $3d$ .

### 1.1.1 XMCD aux seuils $L_{2,3}$ des métaux de transition

L'origine du XMCD vient de la dépendance de l'élément de matrice de l'équation 1.1 de la polarisation de la lumière X. Une façon simple de comprendre le lien entre l'absorption de photons polarisés circulairement et le magnétisme pour les seuils  $L_{2,3}$  est le modèle "à deux étapes" de Stöhr et Wu [14] (Figure 1.2). Les seuils  $L_2$  et  $L_3$  sont séparés en énergie par le couplage spin-orbite (4-20 eV pour les métaux  $3d$ ). La polarisation des photons agit sur le spin de l'électron excité par l'intermédiaire du couplage spin-orbite. On peut démontrer qu'au seuil  $L_3$  des photons polarisés à gauche (LCP) excitent 62,5% d'électrons avec spin "up" et 37,5% avec spin "down". Au seuil  $L_2$  les proportions deviennent 25% (spin "up") et 75% (spin "down"). Pour la polarisation droite (RCP) les spin "up" et "down" sont inversés aux deux seuils. A cause du couplage spin-orbite, les photoélectrons émis sont donc polarisés en spin.

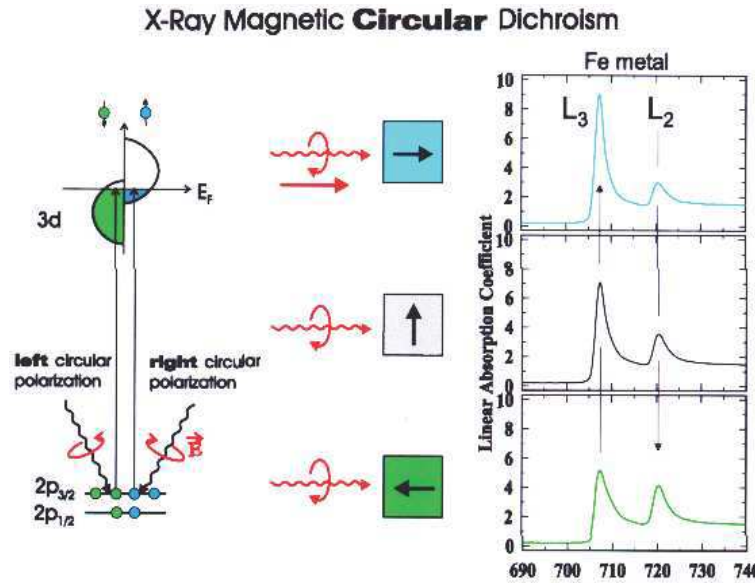


Figure 1.2: Le modèle "à deux étapes" du XMCD aux seuils  $L_2$  des métaux de transition. L'absorption de rayons X polarisés circulairement dépend de la direction relative entre le vecteur propagation et la direction de l'aimantation locale

Puisque la probabilité de transition dépend de la densité d'états  $d$  vides, dans la deuxième étape la bande  $d$  agit comme un détecteur de spin. Dans un matériau non magnétique où la densité de spin "up" et "down" est la même, l'absorption de lumière LPC et RCP est la même. Par contre, dans un matériau magnétique où les deux densités de spin sont inégales à cause de la décomposition due à l'échange, une des deux polarisations est mieux absorbée et il apparaît donc un signal de dichroïsme. Par exemple,

si la bande spin-up est complètement remplie, comme dans le nickel, seuls les électrons spin-down subiront la transition  $2p \rightarrow 3d$ . Donc, au seuil  $L_3$  la lumière LCP est mieux absorbée que la lumière RCP, tandis qu'au seuil  $L_2$  la lumière RCP est mieux absorbée.

Des règles de somme développées par Thole, Carra *et al.* au début des années 90 [15, 16] permettent de relier le signal XMCD aux moments magnétiques de l'atome absorbeur. En particulier, le moment orbital  $\langle L_z \rangle$  [15] et le moment de spin  $\langle S_z \rangle$  [16] de l'élément mesuré peuvent être obtenus séparément. Le XMCD devient donc une technique particulièrement puissante pour l'étude quantitative des propriétés magnétiques.

### 1.1.2 XMCD aux seuils K des métaux de transition

L'interprétation du signal XMCD au seuil  $K$  des métaux de transition, qui sonde les états de conduction  $4p$  à partir de niveaux de cœur  $1s$ , est beaucoup plus compliquée. Les signaux XMCD sont 100 fois plus faibles au seuil  $K$  qu'aux seuils  $L_{2,3}$  des métaux  $3d$ , puisque la faible interaction spin-orbite dans l'état final  $4p$  est à l'origine du signal. Les calculs de diffusion multiple reproduisent de façon raisonnable les signaux du fer et du cobalt pur [17]. Par contre les calculs de bande arrivent à simuler le spectre du fer mais pas celui du Ni ([18]). Le signal XMCD ne peut pas être corrélé de façon simple à la polarisation orbitale ou de spin de la bande  $4p$  et les différents calculs ne sont pas en accord. Par exemple, les calculs de diffusion multiple de Brouder *et al.* [19] indiquent que le signal XMCD près du seuil est lié à la polarisation de spin des états  $d$  des atomes voisins; d'autres calculs du même type concluent au contraire que le XMCD est lié à la polarisation orbitale des états  $p$  de l'atome absorbeur [20].

Cependant, il a été démontré expérimentalement [18] qu'il existe une corrélation entre le signal XMCD et le moment magnétique d'origine  $4p$ . En règle générale, des variations du signal XMCD sont liées à des variations du moment magnétique local, et les spectres XMCD peuvent donc nous renseigner sur la variation des moments magnétiques en fonction d'un paramètre externe comme la température, le champ magnétique ou la pression.

D'un point de vue qualitatif, la différente forme du signal XMCD mesuré pour le Co et le Ni (un seul pic négatif) et pour le Fe (une structure à double pic) suggère que le signal pourrait être corrélé au caractère ferromagnétique (fort ou faible) du métal  $3d$ . Les deux pics observés pour le fer seraient corrélés à la présence d'états vides au niveau de Fermi dans les deux bandes de spin majoritaire et minoritaire. La présence d'un seul pic négatif pour Co et Ni serait due à la présence d'états vides dans la seule bande minoritaire. Cette idée a trouvé une confirmation dans les mesures sur des alliages  $\text{Fe}_x\text{Co}_{1-x}$  que nous avons effectuées à LURE [21]. Les calculs de bande montrent que lorsque la concentration de Fe diminue, le moment du fer varie de  $2.2 \mu_B$  (métal pur) à  $3 \mu_B$ . Cela a été interprété comme étant dû au transfert d'électrons du Co à la bande majoritaire du Fe qui renforce le caractère ferromagnétique fort du fer. Nos mesures de XMCD au seuil  $K$  du fer montrent que lorsque la concentration en fer diminue, et donc que la bande majoritaire de ce métal se remplit, le pic positif du signal XMCD diminue, tandis que le pic négatif se renforce.

## 1.2 XMCD sur la ligne XAS dispersif à LURE

Dans un spectromètre dispersif en énergie, toute la bande passante nécessaire à l'acquisition d'un spectre d'absorption est focalisée sur l'échantillon par un cristal courbé et dispersée ensuite sur un détecteur linéaire "sensible à la position". L'angle de Bragg change progressivement le long de l'axe du cristal courbé, ce qui conduit à une corrélation entre la position sur le cristal et l'énergie des photons. Celle-ci est transformée en une corrélation entre l'énergie des photons et la position sur le détecteur linéaire. De cette façon les spectres d'absorption peuvent être mesurés "en une seule fois" sans aucun mouvement mécanique. Ceci rend ce schéma expérimental avantageux en terme de minimisation du bruit, par rapport à un mode d'acquisition non dispersif où l'angle de Bragg est changé au cours du temps.

Le schéma d'un spectromètre dispersif comme celui de la ligne D11 au LURE est présenté sur la Figure 1.3. Un cristal de Si de forme triangulaire (C) est déformé selon une courbure elliptique, ce qui produit dans le point focal F une image polychromatique de la source ( $S_0$ ) sans aberration. Un détecteur (D, une barrette de photodiodes de Si) est positionné sur le cercle de Rowland à une distance égale à deux fois la distance entre le cristal et le point focal. De cette façon, tous les photons de même énergie arrivent sur le même pixel [22].

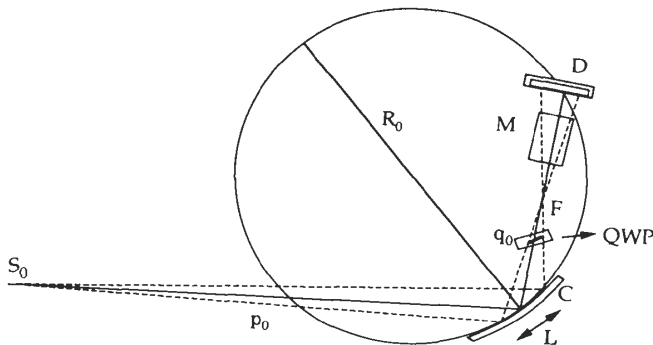


Figure 1.3: Schéma d'un spectromètre dispersif en énergie: un point source  $S_0$  émet un faisceau X polychromatique divergeant dans le plan horizontal, qui est refocalisé dans le point focal F par le cristal C.

Sur les lignes de lumière utilisant des aimants de courbure, la polarisation circulaire (droite ou gauche) est obtenue en sélectionnant, avec une fente, la radiation émise en dessous ou au dessus du plan de l'orbite du synchrotron. Sur la ligne de lumière D11 à LURE, la position de la fente était optimisée pour donner un taux de polarisation circulaire droite d'environ 70-80%. Ceci entraînait une réduction d'un facteur 10 du flux de photons par rapport au taux maximum obtenu au centre de l'orbite, où la polarisation est linéaire.

Avec l'échantillon positionné au point focal entre les pôles d'un électroaimant, les mesures XMCD étaient obtenues à ellipticité fixe (droite), en changeant alternativement la direction du champ magnétique appliqué de parallèle à antiparallèle au vecteur de propagation des rayons X [23], ce qui est équivalent à changer la polarisation de la lumière de droite à gauche.

La réduction de flux associée à l'utilisation de la polarisation circulaire hors-plan a stimulé le développement, dans les sources de troisième génération comme l'ESRF, d'éléments d'insertion dédiés à la production de polarisation circulaire [24]. Une solution

alternative consiste à utiliser des lames déphasantes pour les rayons X, qui transforment la polarisation linéaire au centre du faisceau en polarisation circulaire.

### 1.3 Lames quart d'onde pour le XMCD

La ligne d'absorption dispersive à l'ESRF (ID24), où notre équipe était chargée du développement des mesures de XMCD, est construite en amont d'un ondulateur plan, élément d'insertion qui délivre une polarisation strictement linéaire. Notre première tâche était donc de transformer la polarisation linéaire en polarisation circulaire en utilisant des lames déphasantes pour les rayons X. Avant la mise en fonction de la ligne de lumière à l'ESRF, tous les développements nécessaires ont été effectués, pendant mon PostDoc, sur la ligne d'absorption dispersive de LURE.

Ce travail, initié par Alain Fontaine, n'aurait pas pu s'effectuer sans la collaboration de Cécile Malgrange et Carlos Giles du Laboratoire de Minéralogie-Cristallographie à l'Université Paris 6 et 7, ainsi que de François de Bergevin de l'ESRF.

#### 1.3.1 Principes du fonctionnement d'une lame quart d'onde

Des lames déphasantes formées de matériaux biréfringents ont été utilisées pendant longtemps à des longueurs d'onde optiques pour modifier l'état de polarisation de la lumière. Une lame quart d'onde convertit une onde linéaire incidente en une onde polarisée circulairement quand ses axes neutres sont inclinés de  $\pi/2$  par rapport au champ électrique de la lumière incidente. En ce cas les composantes ordinaire et extraordinaire de la lumière sortante ont la même amplitude et une différence de phase de  $\pi/2$ . Dans le domaine des rayons X une biréfringence importante est prévue par la théorie dynamique seulement pour des cristaux parfaits ou au voisinage d'un seuil d'absorption. Dans leur première conception, des lames déphasantes ont été utilisées en condition de diffraction de Bragg, où la biréfringence change très rapidement en dehors de l'angle de Bragg et des faisceaux très collimatés sont donc nécessaires. Les lames déphasantes peuvent être utilisées également en dehors du profil de diffraction, en utilisant le faisceau transmis (condition de Laue) [25]. La biréfringence est dans ce cas plus faible qu'en condition de Bragg, mais sa variation en dehors du pic est plus lente [26]. Cela offre la possibilité de travailler avec des faisceaux divergents. C'est cette configuration que nous avons choisie pour nos expériences.

La biréfringence des cristaux parfaits est expliquée par la théorie dynamique de la diffraction [27], qui prévoit que chaque branche de la surface de dispersion se divise en deux composantes, les états de polarisation  $\sigma$  et  $\pi$  de la radiation incidente, dont le vecteur du champ électrique est respectivement perpendiculaire et parallèle au plan de diffraction. En choisissant la bonne épaisseur du cristal, il est possible de générer une différence de phase  $\phi=\pi/2$  entre les deux composantes. Si le plan de diffraction forme un angle  $\Psi = \pi/4$  avec le plan horizontal, les deux composantes  $E_\sigma$  et  $E_\pi$  ont la même amplitude et le faisceau transmis est polarisé circulairement. Pour un angle  $\Psi$  différent de  $\pi/4$  le taux de polarisation circulaire est donné par  $P_c = \sin 2\Psi \sin \phi$ .

La différence de phase  $\phi$  est maximum dans le domaine de réflexion de Bragg, mais diminue lentement en dehors du profil de diffraction où elle dépend de l'épaisseur du

cristal et de la différence angulaire entre l'angle d'incidence et le centre du profil de Bragg (l'“offset”  $\Delta\Theta$ ):

$$\phi = (2\pi/\lambda)(n_\sigma - n_\pi)t = \frac{r_e^2 \operatorname{Re} [F_h F_{\bar{h}}] \lambda^3 \sin(2\theta_B) t}{(2\pi V^2) \Delta\Theta} \quad (1.2)$$

où  $t$  est le chemin optique dans le cristal,  $r_e$  le rayon classique de l'électron,  $V$  le volume de la cellule unitaire et  $F_h$  et  $F_{\bar{h}}$  les facteurs de structure des réflexions  $hkl$  et  $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ . On a donc une dépendance hyperbolique de  $\phi$  en fonction de l'offset angulaire, comme montré dans la Figure 1.4.

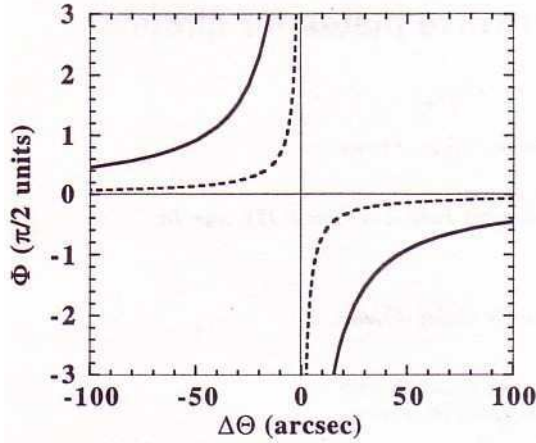


Figure 1.4: Déphasage  $\phi$  entre les composantes  $\sigma$  et  $\pi$  de la lumière X, en fonction de l'offset  $\Delta\Theta$ . Ligne pointillée: cristal de Si, réflexion 220,  $t = 85 \mu m$ , transmission 0.29. Ligne continue: conditions réalisées pour deux cas différents: (a) Si, réflexion 220,  $t = 560 \mu m$ , transmission  $6 \times 10^{-4}$ ; (b) cristal de diamant, réflexion 111,  $t = 775 \mu m$ , transmission 0.29.

La Figure 1.4 montre la différence de phase théorique  $\phi$  en fonction de  $\Delta\Theta$  pour le cas de trois cristaux parfaits, pour une énergie  $E=8071\text{eV}$  correspondant au seuil  $L_3$  de l'holmium. Pour un cristal fin de Si (chemin optique de  $85 \mu m$  et coefficient de transmission 0.29)  $\phi$  varie très rapidement avec l'angle d'incidence et pour un faisceau de divergence d'environ  $1^\circ$  le taux de polarisation circulaire, convolué avec la divergence du faisceau, s'annule. Avec un cristal de Si plus épais (chemin optique de  $560 \mu m$ ) le déphasage de  $\pi/2$  est décalé vers des “offsets” plus grands où la différence de phase change plus lentement avec  $\Delta\Theta$ . On est donc beaucoup moins sensible à la divergence de l'onde incidente. En revanche, pour ce cristal le coefficient de transmission est seulement de  $6 \times 10^{-4}$ . La même variation de  $\phi$  peut être obtenue avec un cristal de diamant épais (chemin optique de  $775 \mu m$ ) avec un coefficient d'absorption de 0.29. On en déduit que *des cristaux épais et peu absorbants comme le diamant sont plus adaptés pour obtenir des coefficients de transmission élevés et une faible sensibilité à la divergence du faisceau.*

Pour pouvoir adapter une lame quart d'onde sur un spectromètre dispersif en énergie, toutes les énergies diffractées par le cristal polychromateur de Si doivent satisfaire en même temps la condition de Bragg sur la lame quart d'onde ( $d^{(1)} \sin\theta_B^{(1)} = d^{(2)} \sin\theta_B^{(2)}$ ). On parle de conditions de “non dispersivité” entre la lame quart d'onde et le cristal polychromateur courbé, qui sont satisfaites quand:

$$\tan\theta_B^{(2)} / \tan\theta_B^{(1)} = 2(1 - qb/p)^{-1} \cos\Psi \quad (1.3)$$

où  $\theta_B^{(1)}$  et  $\theta_B^{(2)}$  sont les angles de Bragg sur le polychromateur et sur la lame quart d'onde pour l'énergie moyenne du spectre.  $b$  est corrélé à l'angle d'asymétrie  $\alpha$  de la réflexion



sur le polychromateur par la relation  $b = \sin(\theta - \alpha)/\sin(\theta + \alpha)$ .  $p$  est la distance entre la source et le cristal et  $q$  la distance entre le cristal et le point focal (voir Figure 1.3).

Vu le nombre limité de cristaux parfaits avec paramètres  $d^{(1)}$  et  $d^{(2)}$  adaptés, les conditions de non-dispersivité peuvent être satisfaites seulement *en ajustant l'angle*  $\Psi$ , c'est-à-dire l'angle d'inclinaison des plans de diffraction de la lame quart d'onde par rapport au plan horizontal.

### 1.3.2 Lames quart d'ondes sur la ligne D11 à LURE

Plusieurs tests que nous avons effectués sur des cristaux parfaits ont montré qu'ils peuvent être utilisés avec succès comme lames quart d'onde en mode dispersif.

Les cristaux sont montés sur un diffractomètre permettant d'ajuster l'angle  $\Psi$  et  $\Delta\Theta$ , près du point focal, entre l'échantillon et le polychromateur de Si (111) [28]. La lame est d'abord positionnée aux valeurs théoriques de  $\Psi$  et  $\Delta\Theta$  et les conditions de non-dispersivité sont recherchées en ajustant la valeur de  $\Psi$ . Le taux de polarisation circulaire est ensuite optimisé en ajustant la valeur de  $\Delta\Theta$  jusqu'à maximiser l'amplitude du signal XMCD.

Je décris ici les résultats obtenus avec un cristal de diamant d'épaisseur de 770  $\mu\text{m}$ , prêté par Prof. Lang de l'Université de Bristol. Nous avons utilisé la réflexion asymétrique  $11\bar{1}$ , pour laquelle le chemin optique est presque perpendiculaire à la surface, couplée avec le polychromateur de Si (111). Le déphasage  $\phi$  calculé en fonction de l'offset  $\Delta\Theta$  est présenté sur la Figure 1.4. Les déphasages théoriques de  $\pm\pi/2$  correspondants aux polarisations circulaires droite et gauche sont d'environ  $50''$ .

Le spectre XMCD de  $\text{HoFe}_2$  mesuré au seuil  $L_3$  de l'holmium ( $E=8071\text{eV}$ ) avec cette lame est tracé sur la Figure 1.5. Il est obtenu avec une polarisation circulaire droite (offset de la lame  $+50''$ ) en alternant la direction du champ magnétique appliqué. Le signal est comparé avec un spectre obtenu de façon 'conventionnelle', avec la polarisation circulaire en dessous de l'orbite du synchrotron. Le plus grand signal est obtenu en utilisant la lame de diamant, ce qui indique que le taux de polarisation circulaire est plus important avec la lame quart d'onde.

Nous avons démontré par des mesures XMCD qu'un taux de polarisation circulaire important peut être obtenu dans la gamme d'énergie de 7 - 10 keV, en ajustant l'angle  $\Psi$  autour de  $45^\circ$  [29].

Pour avoir accès au taux de polarisation circulaire en fonction de la position angulaire de la lame, nous avons mesuré les spectres XMCD de l'holmium pour différentes valeurs de  $\Delta\Theta$ . L'amplitude du signal, qui est proportionnelle au taux de polarisation circulaire, est présentée dans la Figure 1.6. En ajustant cette courbe aux valeurs théoriques convoluées par une gaussienne exprimant la divergence du faisceau ( $80''$ ), nous obtenons le taux de polarisation de la lumière sortante. Comme attendu, la courbe est symétrique par rapport au centre de la réflexion, avec les deux valeurs de polarisation maximum opposées à  $\pm 80''$ . A cause de la forte divergence de la source, la polarisation est limitée à environ 70% [29]. Un taux de polarisation plus élevé est attendu à l'ESRF, où l'émittance est beaucoup plus faible.

Un des avantages de l'utilisation des lames quart d'onde est que les spectres XMCD peuvent être obtenus avec la direction du champ magnétique fixe, et en variant alter-

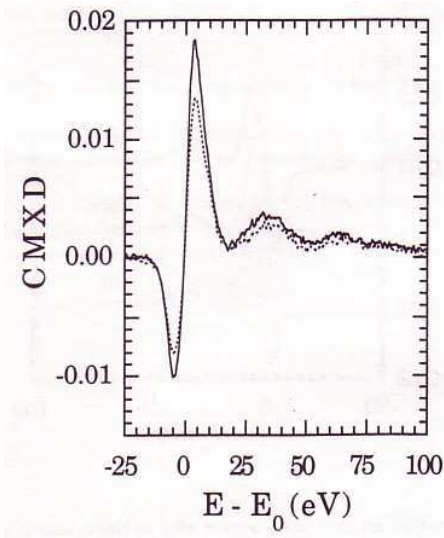


Figure 1.5: Spectre XMCD d'une couche d' $HoFe_2$  mesuré au seuil  $L_3$  de Ho sur la ligne dispersive au LURE avec la lame de diamant (ligne continue) et avec la méthode conventionnelle (ligne pointillée). Dans les deux cas, la direction du champ est alternée.

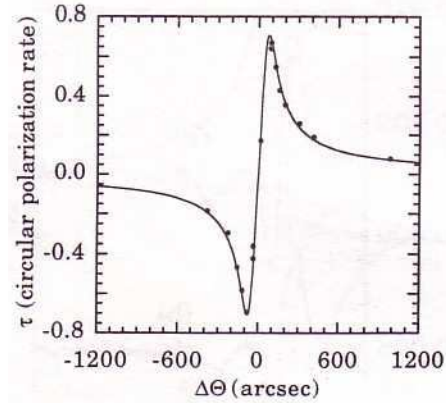


Figure 1.6: L'amplitude du signal XMCD de l'Ho mesurée en fonction de  $\Delta\Theta$  (points) est comparée avec la variation théorique du taux de polarisation circulaire, convoluée avec une gaussienne de largeur  $80''$  (ligne continue).

nativement la polarisation circulaire de droite à gauche. Le champ devient ainsi un paramètre variable et les signaux XMCD peuvent être mesurés en fonction du champ magnétique pour obtenir, par exemple, des cycles d'hystérésis sélectifs en espèce chimique [30, 31].

La procédure expérimentale consiste à identifier les offsets positifs et négatifs ( $\Delta\Theta_{\pi/2}$  et  $\Delta\Theta_{-\pi/2}$ ) (Figure 1.4) donnant les signaux XMCD maximum, donc le maximum de polarisation circulaire droite et gauche. Ensuite le signal XMCD est mesuré comme la différence des deux spectres d'absorption obtenus avec la lame quart d'onde positionnée à ces deux angles, en fixant la direction du champ magnétique [29, 32].

Les résultats obtenus au seuil  $L_3$  de Ho dans  $HoFe_2$  sont présentés sur la Figure 1.7 [32]. Le signal obtenu avec le champ magnétique parallèle au vecteur de propagation des rayons X (a) n'est pas identique à celui obtenu avec le champ dans la direction opposée (b). Ceci indique que le signal différence contient une composante non-magnétique. Pour comprendre l'origine de ce signal nous avons effectué plusieurs mesures sur un échantillon non-magnétique de  $HoCo_2$  [32]. Nous en avons conclu que le signal résiduel est le résultat de deux effets: i) la différente absorption du cristal parfait pour les deux offsets opposés; ii) la position moyenne du faisceau X à la sortie du cristal est différente pour les deux offsets. Cela génère un déplacement du faisceau sur la photodiode, et donc un déplacement des échelles d'énergie sur le détecteur linéaire. La différence entre deux spectres mesurés aux deux offsets donne donc lieu à un signal dérivé [32].

Si on admet que la composante non-magnétique est indépendante de la direction du champ, le signal XMCD pur peut être extrait de la demi-différence entre les deux spectres  $(a - b)/2$  et la partie non magnétique de la demi-somme  $(a + b)/2$ . Le signal obtenu ainsi (Figure 1.7(c)) est identique à celui que l'on mesure à offset fixe en changeant la

direction du champ magnétique.

Nos mesures à LURE ont donc démontré que l'utilisation d'une lame quart d'onde couplée à un spectromètre dispersif est une excellente approche pour obtenir un taux élevé de polarisation circulaire pour des mesures XMCD. C'est ainsi que nous l'avons appliquée sur la ligne dispersive à l'ESRF.

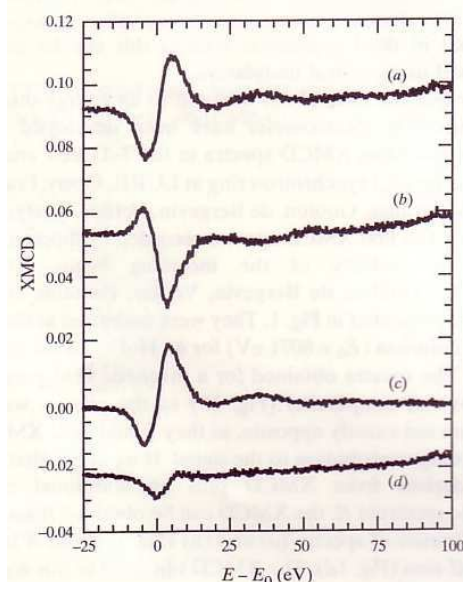


Figure 1.7: Spectres XMCD au seuil  $L_3$  de l'Ho mesurés pour une couche de  $HoFe_2$  en alternant la polarisation circulaire entre deux valeurs opposés de l'offset de la lame : (a) signal obtenu avec un champ magnétique parallèle au vecteur propagation des photons; (b) signal obtenu avec un champ magnétique anti-parallèle au vecteur propagation des photons; (c) pur signal XMCD obtenu comme la demi-différence des spectres (a) et (b); spectre résiduel obtenu comme la demi-somme de (a) et (b).

### 1.3.3 Lames quart d'ondes sur la ligne ID24 à l'ESRF

Dans les centres de rayonnement synchrotron de troisième génération, les lignes de lumière sont construites en amont d'éléments d'insertion (généralement des onduleurs) dont les caractéristiques peuvent être optimisées pour satisfaire aux besoins expérimentaux spécifiques. Dans l'onduleur plan installé sur la ligne dispersive ID24, la disposition des aimants permanents est telle que l'orbite électronique est planaire et fixe: on générera donc exclusivement une polarisation linéaire.

L'optique de cette ligne est équivalente à celle de la ligne D11 à LURE. Un cristal de Si(111) est utilisé comme polychromateur. Le détecteur est une caméra CCD de 512 x 512 pixels couplée à un écran fluorescent [33].

Pour produire la polarisation circulaire nécessaire aux mesures de XMCD dans le domaine 7 - 10 keV, nous avons utilisé le cristal de diamant (111) de 770  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déjà utilisé à LURE [34], en mode transmission et à la réflexion (11 $\bar{1}$ ). En ajustant les valeurs de  $\Psi$  entre 40° et 50°, les conditions de non-dispersivité sont satisfaites pour des énergies de 7 à 9 keV.

Pour caractériser l'efficacité de la lame de diamant nous avons effectué des mesures de XMCD au seuil  $L_3$  du Gd dans une couche amorphe de  $GdCo_5$  (Figure 1.8). Puisque la variation du XMCD en fonction de  $\Delta\Theta$  est une mesure du taux de polarisation circulaire, la valeur absolue de  $P_c$  peut être obtenue par ajustement aux valeurs théoriques, convoluées avec une gaussienne qui exprime la divergence du faisceau X (Figure 1.9). Le

meilleur ajustement est obtenu avec une divergence de  $4.5''$ , ce qui est en accord avec les caractéristiques de la ligne de lumière. Grâce à la faible divergence de la source, le taux de polarisation maximum, obtenu en conditions de lame quart d'onde pour  $\pm 75''$ , est d'environ 0.99, en accord avec les valeurs théoriques attendues pour un angle  $\Psi = 41^\circ$ .

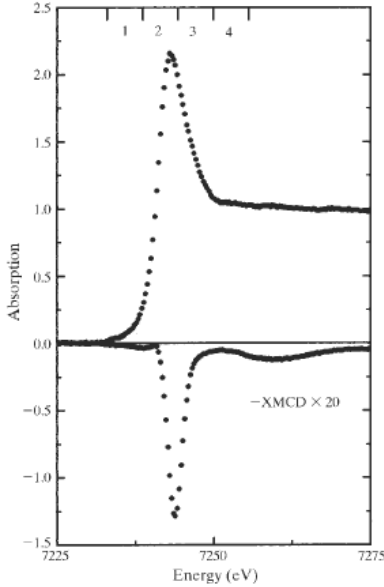


Figure 1.8: Spectre d'absorption et XMCD d'une couche de  $\text{GdCo}_5$  mesuré avec la lame de diamant au seuil  $L_3$  du Gd sur la ligne ID24.

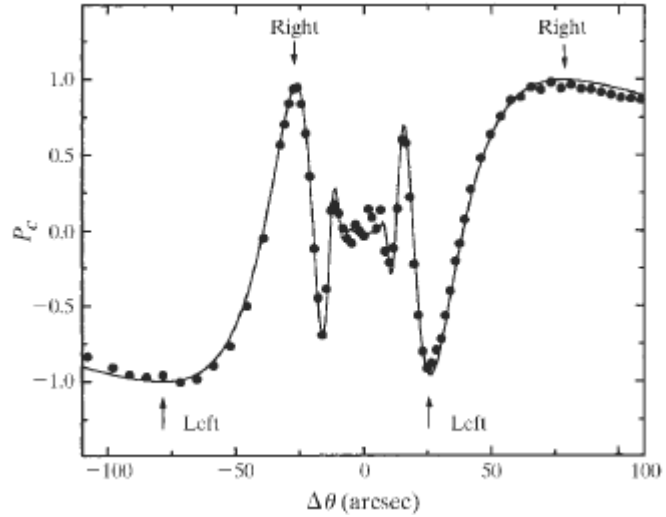


Figure 1.9: L'amplitude du signal XMCD du Gd mesuré en fonction de  $\Delta\theta$  (points) est comparée avec la variation théorique du taux de polarisation circulaire, convolué avec une gaussienne de largeur  $4.5''$ .

Pour couvrir le domaine vers les basses énergies, nous avons utilisé une lame plus mince de  $200 \mu\text{m}$  de diamant. Cela nous a permis d'effectuer des mesures aux seuils  $L_{2,3}$  du cérium ( $\approx 6 \text{ keV}$ ). D'autre part, l'utilisation d'un cristal de LiF nous a permis d'étendre le domaine énergétique utile jusqu'à  $13.5 \text{ keV}$ .

*En conclusion, notre travail a démontré que des cristaux parfaits couplés à un spectromètre dispersif et à la source de faible émittance de l'ESRF sont une source quasi-parfaite de polarisation circulaire.* Ce dispositif expérimental est donc parfaitement adapté aux mesures de XMCD dans le domaine des rayons X durs. En utilisant différents cristaux nous avons pu couvrir la gamme d'énergie de 6 à  $13 \text{ keV}$  qui comprend les seuils  $K$  du Fe et Co, ainsi que les seuils  $L_{2,3}$  de la majorité des terres rares.

Les mesures XMCD sont ainsi devenues "classiques" sur la ligne ID24 et plusieurs études sur des systèmes en couches minces ont été effectuées en collaboration avec des équipes françaises et européennes (voir mes publications).

## 1.4 Mesures de XMCD résolues en temps

### Mesures sur la ligne ID24: rayons X durs

Le développement le plus important sur la ligne ID24 a été la mise en place de mesures de XMCD résolues en temps. Ce travail, effectué dans le cadre de la thèse de Marlio

Bonfim, est décrit dans notre article de revue publié dans le livre “Spin dynamics in Confined Magnetic Structures II” en 2003 [35]. *L’idée originale, jamais utilisée auparavant, était d’exploiter la structure temporelle du rayonnement synchrotron pour effectuer des mesures XMCD en mode pompe-sonde et avoir accès à la dynamique de l’aimantation de systèmes magnétiques avec résolution temporelle sub-nanoseconde et sélectivité chimique.* Le succès de nos expériences a ensuite incité plusieurs groupes autour du monde à adopter le rayonnement synchrotron comme sonde de la dynamique de l’aimantation. En particulier elles ont conduit au développement récent de mesures de microscopie X résolues en temps. Nos mesures restent par contre, même à présent, les seules à exploiter la sélectivité chimique de l’absorption X.

La méthode de détection “pompe-sonde” est courante pour des mesures physiques dynamiques. La source d’excitation du système étudié (la pompe) est synchronisée avec une source de lumière pulsée (la sonde) *Dans notre cas la pompe est une impulsion de champ magnétique provenant d’une micro-bobine, tandis que la sonde est un paquet de rayons X produit dans le mode “à un seul paquet” à l’ESRF.*

Des microbobines de champs pulsés associées à des générateurs de courant ont été développées au Laboratoire Louis Néel pour l’utilisation dans des mesures d’effet Kerr et XMCD résolues en temps. Elle peuvent délivrer des champs magnétiques intenses (amplitude jusqu’à quelques Tesla), avec des taux de répétition élevés (jusqu’à 360kHz) et des temps de montée de quelques nanosecondes [35, 36].

Dans le mode de fonctionnement ‘à un seul paquet’, un paquet d’électrons est injecté dans l’anneau de stockage. Le taux de répétition temporelle de ce paquet est défini par la durée de la circulation des électrons dans l’anneau. A l’ESRF le taux de répétition est de 357 kHz, qui correspond à une période de 2.8  $\mu s$ . Les photons produits à la sortie des éléments d’insertion ont naturellement la même structure temporelle. La durée de chaque paquet de photons, qui est déterminée par la longueur des paquets d’électrons, est de 100 ps à l’ESRF. Cette valeur définit la résolution temporelle ultime de la technique.

La synchronisation entre les impulsions de champ magnétique et les paquets de photons X est faite à partir du signal de radio fréquence (352.2 MHz) disponible sur la ligne de lumière.

Pour obtenir l’évolution temporelle de l’aimantation  $M(t)$  d’un échantillon suite à l’application d’une impulsion de champ magnétique, des mesures XMCD sont effectuées pour plusieurs délais entre la “pompe” et la “sonde” (Figure 1.10). Pour chaque délai, la mesure XMCD est effectuée en alternant successivement la position angulaire de la lame quart d’onde entre deux offsets opposés correspondant au taux maximum de polarisation circulaire droite et gauche. Puisque le signal XMCD est proportionnel à l’aimantation moyenne de la composante magnétique sondée, le résultat de chaque mesure représente un point de temps dans la réponse dynamique.

Afin d’améliorer le rapport signal sur bruit (S/N), il est nécessaire de moyennner le signal sur plusieurs impulsions de photons. Typiquement, pour obtenir un S/N meilleur que 20, les mesures sont moyennées sur  $5 \times 10^7$  impulsions environ.

La Figure 1.11 montre un exemple du signal  $M(t)$  obtenu pour une couche magnétique de  $GdCo_{2.5}$  au seuil  $L_3$  du Gd ( $E=7243$  eV). Des impulsions de champ magnétique de 22 ns de largeur et de 0.35 T et 0.7 T d’amplitude maximum ont été appliquées. Plusieurs spectres sont mesurés pour des délais entre la pompe et la sonde allant de -3 ns à 50 ns.

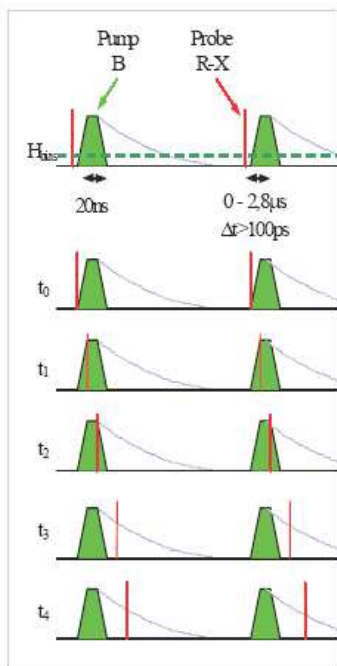


Figure 1.10: Schéma expérimental des mesures XMCD en mode pompe-sonde: les impulsions magnétiques (la pompe, en vert) sont synchronisées avec les impulsions X (la sonde, en rouge) et les mesures sont effectuées pour différentes valeurs du délai entre la pompe et la sonde.

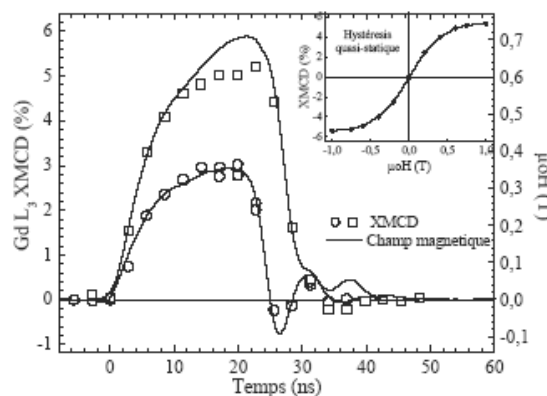


Figure 1.11: Résultats des mesures XMCD résolues en temps d'une couche de  $GdCo_{2.5}$ .

Pour l'impulsion la plus faible (0.35 T) la réponse dynamique de l'aimantation a la même forme que le champ magnétique appliqué. La réponse de l'aimantation est donc linéaire avec le champ et aucun délai n'est observé entre la réponse et l'excitation : le champ magnétique étant appliqué selon un axe difficile, le renversement de l'aimantation se produit par une rotation cohérente, processus beaucoup plus rapide que l'échelle de temps étudiée. Ce comportement est identique à celui de la courbe d'hystérésis quasi statique montrée dans l'encart. Pour l'impulsion la plus forte (0.7 T) l'aimantation s'écarte de la linéarité et reflète l'effet de saturation, comme prévu par le cycle quasi statique.

La plage d'énergies disponibles sur la ligne ID24 permet la mesure de spectres XMCD au seuil  $K$  de métaux de transition et  $L_{2,3}$  des terres rares. Puisque les électrons  $4p$  participent de façon minime au magnétisme, les signaux XMCD au seuils  $K$  des métaux  $3d$  sont très faibles, de l'ordre de  $1 \times 10^{-3}$ . La stabilité à long terme de la source de rayons X et la sensibilité de la technique dynamique rendent donc impossibles les mesures résolues en temps à ces seuils. Les mesures sont donc restreintes aux seuils  $L_{2,3}$  de terres rares. Une autre contrainte de la ligne ID24 est la nécessité d'effectuer des mesures XMCD en mode transmission, mode très peu adapté aux couches minces déposées sur des substrats. Dans le but d'étendre les mesures XMCD résolues en temps aux couches minces de métaux de transition magnétiques, nous avons adapté la technique à la ligne ID12B (aujourd'hui ID8).

### Mesures sur la ligne ID12B: rayons X mous

Cette ligne de lumière de l'ESRF est dédiée aux études de systèmes magnétiques par absorption, diffraction et photoémission. La ligne se trouve en amont d'un ondulateur hélicoïdal, qui permet d'obtenir des photons X d'hélicité ajustable. La gamme d'énergies disponibles (600-1000eV) permet d'accéder aux seuils  $L_{2,3}$  du Fe, Co et Ni, dont les signaux XMCD sont directement corrélés aux moments magnétiques des bandes  $3d$ .

Pour adapter les mesures dynamiques résolues en temps, nous avons construit une chambre à vide contenant le système de détection et l'échantillon, qui est monté dans une microbobine (Figure 1.12).

Dans le domaine des rayons X mous, le spectre d'absorption peut être obtenu en mesurant soit les électrons secondaires émis lors du processus d'absorption, soit le signal de fluorescence. Pendant les mesures, l'échantillon est soumis à un champ magnétique pulsé important et les trajectoires des électrons sont sensibles à ce champ. Nous avons donc choisi la détection de fluorescence, puisque les photons ne subissent pas l'influence du champ magnétique, ni du fort courant présent dans les environs de l'échantillon à l'intérieur de la microbobine.

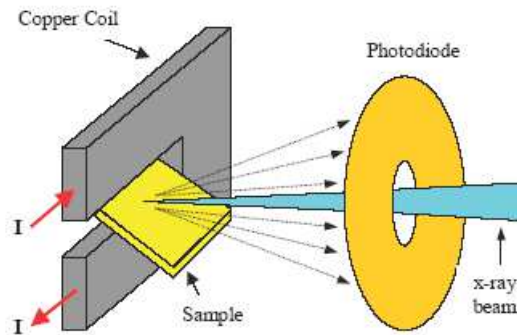


Figure 1.12: Schéma de la chambre de mesure des expériences XMCD résolues en temps avec rayons X mous.

Une photodiode de Si est utilisée comme détecteur de photons. Pour optimiser l'angle solide disponible, la photodiode a une grande surface et elle est percée au centre de façon à pouvoir être positionnée en face de l'échantillon tout en laissant passer le faisceau direct de photons. Une grille métallique polarisée, transparente aux photons, se trouve devant l'échantillon pour empêcher l'arrivée des électrons sur la photodiode. Un électroaimant, monté à l'extérieur de la chambre à vide, fournit un champ magnétique statique pendant les mesures dynamiques et permet d'effectuer des cycles d'hystérésis sélectifs par des mesures XMCD.

La synchronisation entre le champ pulsé de la microbobine et les paquets de photons X pour les mesures pompe-sonde est effectuée de façon analogue à la ligne ID24. Pour obtenir un rapport S/N acceptable, les mesures doivent être moyennées sur un grand nombre d'impulsions. La mesure ne peut donc mettre en évidence que des processus de retournement reproductibles. Un champ de "bias" statique est donc appliqué dans la direction opposée à celle du champ pulsé, pour garantir le retour du système au même état de saturation après l'application de chaque impulsion.

Les résultats de l'étude effectuée sur des vanes de spin Co/Cu/FeNi seront décrits dans le chapitre 3.

## Chapitre 2

### Propriétés structurales et magnétiques de multicouches Co/Cu et Fe/Cu

Pendant mon stage Post-Doctoral à LURE j'ai pris en charge l'activité du groupe sur les multicouches magnétiques, tant pour l'aspect structural que pour l'aspect magnétique. L'étude des systèmes en couches minces et multicouches magnétiques a connu un essor considérable dans les années 1990, puisque dans ces systèmes de dimensions réduites les propriétés magnétiques peuvent être considérablement modifiées par rapport au massif. En particulier, des effets de surface et d'interface peuvent apparaître: l'augmentation des moments magnétiques et l'apparition de très fortes anisotropies qui peuvent entrer en compétition avec les anisotropies de volume. Les systèmes à forte anisotropie perpendiculaire sont étudiés encore aujourd'hui pour leurs applications aux médias pour l'enregistrement magnétique à haute densité et les mémoires MRAM. Dans les multicouches FM/NM (ferromagnétique/non magnétique) les interactions d'échange entre couches FM par l'intermédiaire des électrons de conduction de la couche NM peuvent donner lieu à des couplages parallèles ou antiparallèles selon l'épaisseur de la couche NM [37, 38]. Cette propriété a permis la découverte de la magnétorésistance géante (GMR) par le groupe de A. Fert à Orsay [1]. Avec la découverte de la GMR, on a vécu le début de l'électronique de spin, et on s'est intéressé à des systèmes en couches minces destinés quelques années plus tard à révolutionner le monde de l'enregistrement magnétique, des mémoires et de la microélectronique.

Dans ce contexte, j'ai eu l'opportunité de gérer plusieurs collaborations sur des sujets très prometteurs et encore d'actualité aujourd'hui, en particulier les systèmes Co/Cu et Fe/Cu et certains systèmes à anisotropie magnétique perpendiculaire. Pour l'étude de systèmes de dimensions réduites j'ai utilisé la spectroscopie d'absorption X, en particulier l'EXAFS pour la partie structurale, et le XMCD pour la partie magnétique.

Dans ce chapitre je décrirai brièvement deux études effectuées sur les multicouches Fe/Cu et Co/Cu. Dans ces systèmes, largement étudiées pour leur magnétorésistance géante [1], l'aimantation des couches ferromagnétiques successives passe alternativement de parallèle à antiparallèle lorsque l'épaisseur du cuivre augmente. (Figure 2.1). Ce comportement remarquable a été observé pour un grand nombre de multicouches parmi lesquelles Fe/Cu, Co/Cu, Fe/Cr, Co/Cr et Co/Ru.

Ce phénomène a été expliqué par Bruno et Chappert à l'aide d'un modèle basé sur l'interaction Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida (RKKY), adapté à une géométrie planaire [39, 40]. On montre que les périodes des oscillations du couplage sont liées aux dimensions et à la topologie de la surface de Fermi du métal non magnétique.



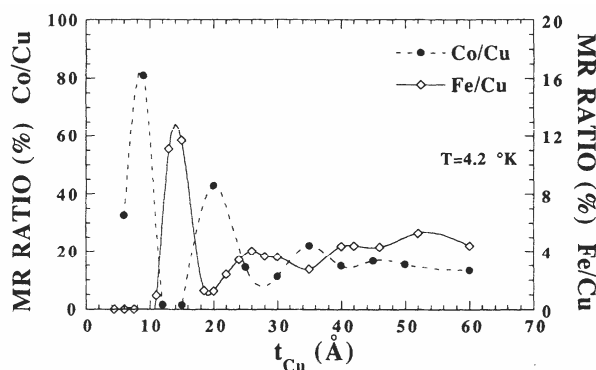


Figure 2.1: Variation de la magnétorésistance en fonction de l'épaisseur de la couche de cuivre dans les multicouches Fe/Cu et Co/Cu. Les pics de magnétorésistance maximum correspondent à un couplage antiferromagnétique entre couches magnétiques.

Le premier exemple de mes travaux concerne l'étude structurale du système Fe/Cu, par EXAFS. Le but a été d'établir une corrélation entre la structure locale du cuivre et les propriétés de transport, afin de comprendre la différence entre les courbes de GMR de Fe/Cu et Co/Cu. Cette étude a été effectuée en collaboration avec le groupe de A. Fert à Orsay. La seconde étude, effectuée en collaboration avec le groupe de M. Piecuch à Nancy, a démontré que, avec des mesures de XMCD au seuil  $K$  du cuivre, il est possible de sonder, dans le système Fe/Cu et Co/Cu, la très faible polarisation en spin des bandes de conduction ( $4p$ ) du Cu.

## 2.1 Structure et transport dans les multicouches Fe/Cu

Cette étude concerne une série de multicouches Fe/Cu et Co/Cu fabriquées dans l'équipe de P.A. Schroeder à la Michigan State University et caractérisées magnétiquement à Orsay [41, 42]. Les couches de Fe/Cu, de composition  $60 \times [\text{Fe}(1.5 \text{ nm})/\text{Cu}(t_{Cu})]$  sont élaborées par pulvérisation cathodique sur des substrats de Si(100). Le couplage d'échange entre les couches magnétiques est mis en évidence par des mesures de magnétorésistance.

La variation de la magnétorésistance en fonction de l'épaisseur de Cu est présentée dans la Figure 2.1. Les deux courbes ont un comportement oscillatoire. Les pics de magnétorésistance maximum correspondent à un couplage antiferromagnétique entre couches successives de Fe ou Co, tandis que les creux correspondent à un couplage ferromagnétique. La période des oscillations est d'environ  $1.2 \text{ nm}$  pour les deux systèmes mais les phases sont opposées.

Dans le système Co/Cu les oscillations du couplage sont bien marquées pour toute la gamme d'épaisseurs, et l'intensité des pics de GMR diminue avec  $t_{Cu}$ , comme prévu par la théorie RKKY [38, 39, 40]. D'autre part, pour le système Fe/Cu le premier pic de GMR est très bien défini, mais dès que l'épaisseur de cuivre augmente les oscillations sont moins bien marquées que dans Co/Cu et leur intensité diminue. Egalement, en contraste avec les prédictions théoriques, les amplitudes des pics de MR augmentent avec l'épaisseur de Cu pour des épaisseurs allant de  $2.5$  à  $5 \text{ nm}$ .

Le but de cette étude par EXAFS a été d'obtenir des informations précises sur la structure du cuivre dans les multicouches Fe/Cu, afin de mieux comprendre la différence du comportement de la MR par rapport à celui des multicouches Co/Cu, dans lesquelles

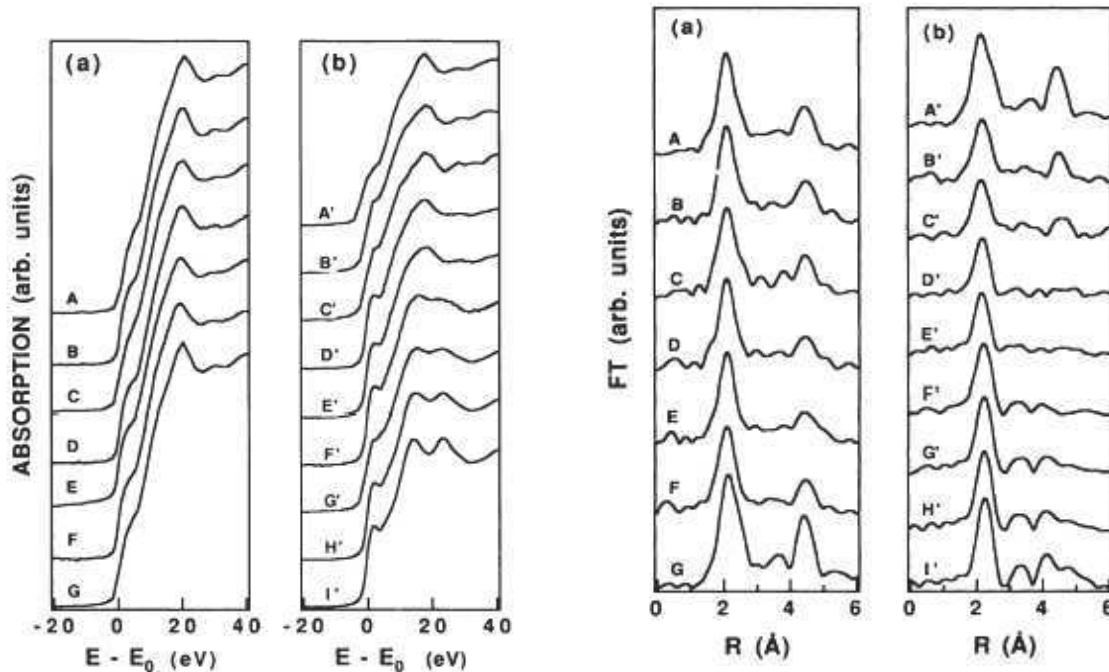


Figure 2.2: Spectres XANES (gauche) et transformées de Fourier des spectres EXAFS (droite) pour les multicouches Fe/Cu au seuil K du Fe (a) et au seuil K du Cu (b). (a): A,  $t_{Cu}=1.3$  nm; B,  $t_{Cu}=1.3$  nm (out-of-plane); C,  $t_{Cu}=2.4$  nm; D,  $t_{Cu}=4.2$  nm; E,  $t_{Cu}=6$  nm; F,  $t_{Cu}=6$  nm (out-of-plane) G, Fe massif.(b): A', Fe massif; B',  $t_{Cu}=0.6$  nm; C',  $t_{Cu}=0.6$  nm (out-of-plane); D,  $t_{Cu}=1.3$  nm; E',  $t_{Cu}=1.3$  nm (out-of-plane); F',  $t_{Cu}=2.4$  nm; G',  $t_{Cu}=4.2$  nm; H',  $t_{Cu}=6$  nm, I', bulk Cu.

la structure du Cu est cubique face centrées (*cfc*) pour chaque épaisseur de cuivre. Les résultats sont publiés dans la Référence [43]

Les mesures d'absorption X ont été effectuées sur la ligne D41 de LURE, aux seuils *K* du Cu et du Fe, à température ambiante et par détection d'électrons. La plupart des mesures a été effectuée avec le vecteur de polarisation du faisceau X parallèle à la surface de l'échantillon, donnant une sensibilité à la structure dans le plan de la couche. Pour certaines épaisseurs de Cu les mesures ont été également effectuées avec le vecteur de polarisation perpendiculaire à la surface, ce qui donne une plus forte sensibilité à la structure dans la direction de croissance. Les principaux résultats sont présentés sur la Figure 2.2 qui montre, pour les couches de Fe et de Cu, les spectres XANES (X-ray absorption near-edge structure) et les transformées de Fourier (TF) des spectres EXAFS.

Les mesures montrent que la structure du fer n'est pas influencée par l'épaisseur de la couche de cuivre. La forme des spectres XANES est typique d'une structure *cc* (cubique centré) pour toutes les épaisseurs de cuivre. D'autre part l'analyse des spectres EXAFS montre que la distance du premier voisin est de 0.248-0.25 nm comme dans le fer massif [44]. En revanche, la structure du cuivre dépend fortement de l'épaisseur de la couche. Les spectres XANES évoluent d'une forme à un seul pic typique de la structure *cc* du fer pour des faibles épaisseurs, vers une forme rappelant celle à double-pic de la structure *cfc* (cubique faces centrées) du Cu massif, pour des plus fortes épaisseurs. Ces spectres

indiquent qualitativement une transition entre une structure *cc* et une structure *cfc* pour des épaisseurs de cuivre entre 1.3 et 2.4 nm.

Ces résultats sont confirmés qualitativement par les transformées de Fourier (TF) des spectres EXAFS. Pour 0.6 nm de cuivre, la TF est proche de celle d'une structure *cc* (à noter en particulier le pic intense autour de 0.45 nm, qui correspond à une diffusion multiple par les quatrièmes atomes voisins). On retrouve cette structure dans les spectres mesurés dans le plan de la couche pour 1.3 nm de cuivre, tandis que les pics à grande distance disparaissent dans la direction hors du plan, probablement à cause des contributions des atomes de fer qui augmentent le désordre structural. A partir de 2.4 nm de cuivre, la TF ressemble à celle d'une structure *cfc* comme dans le cuivre massif. *L'épaisseur de 1.3 nm correspond donc à une transition entre une structure cc relativement ordonnée à faibles épaisseurs vers une structure cfc typique du Cu massif à épaisseurs importantes.* Les résultats des ajustements des transformées de Fourier [44] confirment les résultats qualitatifs.

Pour résumer, les couches de cuivre 'en sandwich' entre deux couches de fer de 1.5 nm ont une structure qui dépend de leur épaisseur. Pour des faibles épaisseurs, la structure du cuivre s'adapte à la structure *cc* du fer sur laquelle elle croît. Pour 0.6 nm la structure du cuivre est isotrope et ordonnée. Pour 1.3 nm, un fort désordre s'installe, et au delà de cette épaisseur la couche tend à relaxer vers la structure *cfc* du cuivre massif. Le processus de relaxation est graduel et une phase de plus en plus ordonnée se forme lorsque l'épaisseur de cuivre augmente.

Reprenons donc les mesures de magnétorésistance. Le premier pic de GMR à 0.9 nm dans Fe/Cu arrive dans une gamme d'épaisseurs où le cuivre a une structure *cc* ordonnée, de texture (110) selon les mesures XRD. Un pic de GMR dans la même gamme d'épaisseurs a aussi été observé par Heinrich *et al.* [45] pour Fe/Cu *cc* de texture (001). Pour des épaisseurs supérieures à environ 2.4 nm on assiste à une transition de la couche de cuivre vers une structure *cfc* de plus en plus ordonnée. Puisque le libre parcours moyen des électrons est supposé augmenter avec l'ordre structural, il est probable que l'augmentation anormale de la MR pour des grandes épaisseurs de cuivre soit due à ces changements structuraux.

Notre étude n'avait pas pu expliquer l'origine de la mauvaise définition des oscillations dans cette gamme d'épaisseurs. Aujourd'hui nous savons, d'après la théorie de P. Bruno, que le désordre structural et la rugosité aux interfaces pourraient en être partiellement responsables [39, 40]. A noter encore que la période des oscillations ne varie pas lorsque la structure du cuivre change de *cc* à *cfc*, et qu'elle est la même pour les multicouches Fe/Cu et Co/Cu. Les mesures de Parkin [38] ont montré que les périodes d'oscillation sont de l'ordre de 1.0 – 1.2 nm pour la plupart des systèmes Co/X et Fe/X, pour une grande variété d'intercalaires de métaux de transition 3*d*, 4*d* et 5*d*, excepté pour le Cr, pour lequel la période est de 1.8 nm. D'après la théorie de Bruno, je me serais attendue à ce que la période d'oscillation change en fonction de l'épaisseur du cuivre, puisque les surfaces de Fermi sont différentes pour les structures *cc* et *cfc*. Je n'ai pas pu trouver dans la littérature un calcul des périodes d'oscillation pour le cuivre (ni aucun autre métal) dans la structure *cc*.

Pour terminer, je voudrais faire un commentaire sur la phase opposée des oscillations de MR dans Co/Cu et Fe/Cu. La théorie RKKY de Bruno et Chappert, publiée en

même temps que notre étude, ne pouvait pas prédire correctement la phase et l'amplitude des oscillations, puisqu'elle utilisait une simple "théorie de contact" entre les spins et les électrons de conduction. La nouvelle théorie de P. Bruno [46] basée sur le modèle de Friedel-Anderson pour l'interaction d'une impureté magnétique dans un métal non magnétique a permis ensuite d'expliquer que la phase des oscillations est liée à l'interaction des électrons de conduction du cuivre avec les électrons  $3d$  du métal magnétique (en particulier à l'occupation d'un état électronique virtuel lié à l'hybridation  $s-d$ ). Ce modèle, qui fait donc intervenir la nature différente des bandes magnétiques dans Co et Fe, permet de donner aujourd'hui une interprétation qualitative de la différence de phase observée dans nos systèmes.

## 2.2 Polarisation magnétique du cuivre dans les multicouches Fe/Cu et Co/Cu

Nous avons vu que les oscillations du couplage observées dans plusieurs systèmes multicouches FM/NM peuvent être expliquées par un modèle RKKY. L'interprétation des mesures de photoémission et photoémission inverse de Ortega *et al.* [47, 48] sur des métaux nobles déposés sur des matériaux ferromagnétiques ont confirmé ce mécanisme. Ces auteurs ont trouvé que certains états électroniques  $sp$  du métal noble présentent une densité de charge au niveau de Fermi qui est périodique en fonction de l'épaisseur et qui a pu être corrélée au comportement oscillatoire du couplage. Ces états présentent des caractéristiques typiques d'un état de puits quantique à une dimension et leur vecteur d'onde a pu être corrélé aux vecteur d'onde du modèle RKKY. La question clé qui restait à clarifier à l'époque de ces travaux était de savoir si ces états électroniques sont polarisés en spin, puisque en ce cas ils pourraient véhiculer le couplage entre couches magnétiques. Ceci a été démontré par des mesures de photoémission polarisées en spin [49, 50, 51] effectuées dans des centres de rayonnement synchrotron. Carbone *et al.* [50] ont étudié la structure électronique de films de Cu(100) déposés sur Co(100) *cfc*. Leurs mesures ont démontré que certains états électroniques du cuivre présentent des oscillations corrélés aux oscillations du couplage entre couches de Co. Grâce à l'interaction avec le substrat magnétique, ces états de symétrie  $sp$  deviennent polarisés en spin pour des épaisseurs de cuivre jusqu'à 10 monocouches (MC) et interviennent donc dans les phénomènes de couplage à grande distance. Dans un modèle de puits quantique, la périodicité de ces états polarisés en spin correspond à l'oscillation RKKY dominante dans la direction  $\langle 100 \rangle$ , c'est-à-dire environ 5-6 MC. En faisant varier l'épaisseur du cuivre, les états de puits quantique à une énergie fixe, ainsi que leur polarisation en spin, apparaissent et disparaissent périodiquement. La présence d'états discrets et polarisés dans les deux canaux de spins (majoritaire et minoritaire) indiquent que la distribution des moments dans la couche de cuivre (dans l'espace réel) dépend de la variation relative des densités des deux populations de spins. En 1993, Carbone *et al.* ont prédit que la polarisation effective du cuivre serait très faible, de l'ordre de  $0.1 \mu_B$ , et donc difficilement détectable par des techniques ne pouvant pas discriminer l'énergie et la symétrie des états électroniques.

Le but de notre étude, effectuée à une époque proche de la découverte du dichroïsme magnétique, a été donc de démontrer que le signal XMCD pouvait également être utilisé

pour mettre en évidence de très faibles polarisations magnétiques dans des systèmes en couches minces. Nos mesures XMCD au seuil  $K$  du cuivre, publiées sur Phys. Rev. Lett. [52] ont clairement montré la présence d'une polarisation magnétique des bandes  $sp$  du cuivre dans les multicouches Fe/Cu et Co/Cu .

Les échantillons ont été élaborés au Laboratoire de Physique des Solides de l'Université de Nancy, par pulvérisation magnétron. Ils étaient déposés sur une feuille de  $7\mu m$  de kapton, transparente aux rayons X, puisque les mesures sont effectuées en transmission. Les multicouches avaient une composition Fe(5 nm)/50 x [Co( $x$ )/Cu( $y$ )]/Cr(2.5 nm) avec  $x$  allant de 0.8 à 2.7 nm et  $y$  de 0.4 à 2.7 nm et Cr(5nm)/50 x [Fe(1.2 nm)/Cu(0.8 nm)]/Cr(2.5 nm). Les films étaient polycristallins, avec une structure  $cc$  dans les Fe/Cu et  $cf$  dans les Co/Cu, et présentaient une GMR d'environ 6%.

Les mesures XMCD ont été effectuées sur la ligne d'EXAFS dispersif D11 à LURE, à 300K et dans un champ magnétique de 0.4 Tesla dont la direction a été changée alternativement de parallèle à antiparallèle à celle de propagation du faisceau X. Pour ce champ appliqué, l'alignement des aimantations des deux couches magnétiques est toujours parallèle. Les mesures étaient effectuées en transmission, la surface de l'échantillon faisant un angle de  $10^\circ$  par rapport à la direction de propagation des rayons X. Les signaux XMCD au seuil  $K$  du Cu étaient faibles, de l'ordre de  $10^{-4}$  fois l'absorption totale au seuil. Pour pouvoir obtenir un rapport S/N de l'ordre de 10, les temps d'acquisition étaient de l'ordre de 12 heures. De tels signaux ont pu être mesurés grâce à la forte stabilité mécanique du dispositif en mode dispersif, dans lequel aucun élément optique ne bouge. La dérive thermique était corrigée grâce à un simple algorithme qui supposait que la dérive du signal est constante dans le temps [53].

Le spectre XMCD au seuil  $K$  du cuivre mesuré pour l'échantillon Co(1.2nm)/Cu(0.8nm) est montré dans la Figure 2.3. Le signal est composé d'un pic négatif près du point d'inflexion du spectre d'absorption. La présence d'un signal XMCD au seuil  $K$  du cuivre indique que la bande  $4p$  du cuivre (ou plus exactement, la partie de symétrie  $p$  des bandes de conduction  $sp$ ) est polarisée en spin. Dans la Figure 2.4(a) nous avons comparé pour la même multicouche, les signaux XMCD mesurés aux seuils  $K$  du cuivre et du cobalt. Les deux signaux sont composés essentiellement d'un pic principal de signe négatif. Le moment magnétique de la bande  $4p$  du cuivre ( $\approx -0.06\mu_B$  selon les calculs de bande) est créé par l'hybridation dépendante du spin avec la bande  $3d$  près du niveau de Fermi. L'hybridation tend à aligner le moment  $4p$  antiparallèle au moment  $3d$ . Le même signe des signaux XMCD aux seuils du Cu et du Co indique que les moments  $4p$  sont parallèles dans les deux couches. Le moment  $4p$  a donc un caractère minoritaire comme indiqué par les mesures de photoémission de Carbone *et al.* [50]. L'amplitude du signal au seuil  $K$  du cuivre est seulement trois fois plus faible que celle du signal au seuil  $K$  du Co. Puisque l'amplitude du signal XMCD est corrélée au moment  $4p$  de l'atome sondé, on en déduit que pour cette multicouche le moment  $4p$  du cuivre, moyenné sur son épaisseur (4 MC) est de l'ordre de  $-0.02\mu_B$ .

Pour comprendre l'origine de la polarisation des bandes  $4p$  du cuivre, nous pouvons comparer nos résultats à ceux obtenus à la même période par le groupe de J. Stöhr, aux seuils  $L_{2,3}$  du cuivre d'une série de multicouches Co/Cu [54]. Ces mesures montrent qu'un moment  $3d$ , aligné parallèlement au moment  $3d$  du cobalt, est induit sur le cuivre. Ce moment est faible ( $0.01\mu_B$  pour 1.3 nm de Cu,  $0.05\mu_B$  pour 0.4 nm) par rapport au

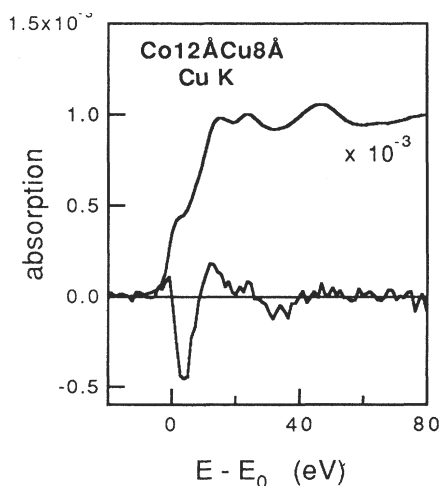


Figure 2.3: Spectre EXAFS et signal XMCD au seuil  $K$  du cuivre mesuré pour la multicouche Co/Cu.

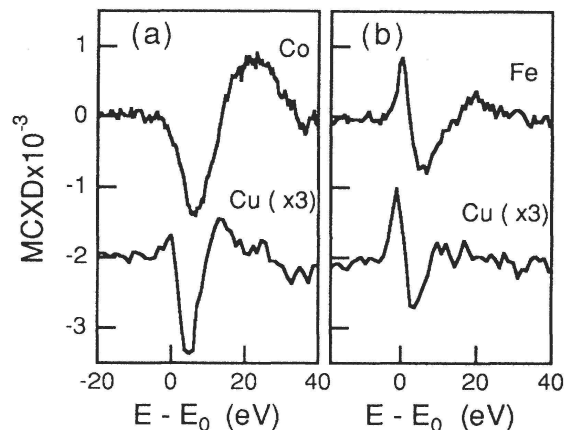


Figure 2.4: Signal XMCD mesuré au seuil  $K$  du cuivre dans la multicouche Co/Cu (a) et Fe/Cu (b).

moment  $3d$  du Co ( $1.7\mu_B$ ). Il semble donc improbable que la polarisation de la bande  $4p$  du cuivre soit induite par le moment  $3d$  du cuivre même. La polarisation du cuivre est induite par l'hybridation avec les bandes  $3d$  du Co aux interfaces. L'hybridation  $3d - 4p$  est plus efficace pour la bande  $3d$  minoritaire puisque son énergie moyenne est plus proche du niveau de Fermi, ce qui favorise un alignement antiparallèle entre les moments  $p$  et  $d$ .

Le rôle joué par l'hybridation  $3d - 4p$  est également clair quand on observe les spectres XMCD pour la multicouche Fe/Cu (Figure 2.4(b)). Quand le cuivre est 'en sandwich' entre deux couches de Fe, dans la multicouche Fe(1.2nm)/Cu(0.8nm), le signal XMCD au seuil  $K$  du cuivre acquiert la forme à double-pic typique du fer. Au contraire, dans la multicouche Co(1.2nm)/Cu(0.8nm) le signal est essentiellement négatif comme dans le cobalt. La différence entre les spectres XMCD du cuivre et du cobalt peut être expliquée qualitativement par la différente polarisation en spin des bandes  $3d$  pour les deux métaux. Le fer est un métal ferromagnétique faible, avec des états vides dans les deux bandes majoritaire et minoritaire, tandis que le cobalt est un ferromagnétique fort, avec des états vides exclusivement dans la bande minoritaire. La forme du signal XMCD pour le fer (double-pic) et pour le cobalt (un seul pic) reflète donc la polarisation en spin de la bande  $3d$  *via* l'hybridation  $3d - 4p$ . La forme similaire des signaux du Cu et du Co dans Co/Cu et du Cu et du Fe dans Fe/Cu semble indiquer que la polarisation  $4p$  du cuivre est induite par l'atome magnétique *via* l'hybridation  $3d - 4p$ , qui est forte près des interfaces.

Une des questions soulevées par ces résultats concerne l'extension spatiale de la polarisation  $4p$  du cuivre, comme nous l'avons vu également pour les mesures de photoémission polarisées en spin. Les mesures du groupe de J. Stöhr *et al.* [54] montrent que la polarisation des bandes  $3d$  du cuivre décroît rapidement en fonction de l'épaisseur du cuivre, et que les moments sont concentrés essentiellement aux interfaces. La dépendance en épaisseur des signaux XMCD au seuil  $K$  du cuivre est illustrée dans la Figure ???. Les signaux XMCD diminuent quand l'épaisseur de cuivre augmente, mais une très forte

polarisation existe encore pour 2 nm de cuivre. La variation du signal ne suit pas la loi en  $1/t$  que l'on aurait si la polarisation était confinée aux interfaces, ce qui semble indiquer que la polarisation des bandes  $4p$  est relativement forte à l'intérieur des couches. Ces conclusions sont confirmées par les mesures de photoémission résolues en spin de Carbone *et al.* qui indiquent que la polarisation en spin des états de puits quantique de symétrie  $sp$  concerne une épaisseur d'au moins 10 MC de cuivre. Nos mesures confirment donc le rôle essentiel des états de conduction de cuivre dans le mécanisme de couplage magnétique.

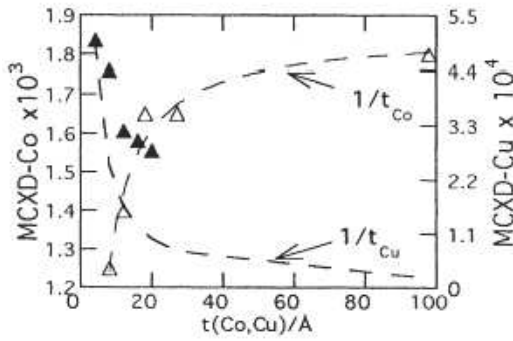


Figure 2.5: Dépendance vis-à-vis de l'épaisseur du cuivre du signal XMCD au seuils  $K$  du Cu et du Co dans les multicouches Co/Cu

Nos mesures et celles du groupe de J. Stöhr [54] ont montré aussi, de façon générale, que le XMCD est une technique tout à fait adaptée à mettre en évidence de très faibles polarisations magnétiques induites dans des métaux non-magnétiques aux interfaces avec des couches magnétiques. Cette technique a été utilisée largement pour des systèmes comme Au/Co et Pt/Co, où elle a permis d'expliquer les origines microscopiques de l'anisotropie perpendiculaire [14, 55].

## Chapitre 3

### Dynamique de l'aimantation de tricouches couplées

L'étude de la dynamique rapide de l'aimantation dans les systèmes micro et nanoscopiques est l'un des sujets les plus importants du magnétisme moderne. La recherche fondamentale s'intéresse principalement aux systèmes ayant des applications dans les domaines de l'enregistrement magnétique et de l'électronique de spin, qui ont connu des développements impressionnants dans les dernières années. Dans les dispositifs conventionnels comme les disques durs, l'augmentation de la densité de stockage a conduit à une forte augmentation de la vitesse de transfert, qui est aujourd'hui de l'ordre du GHz. Des temps de retournement bien inférieurs à la nanoseconde seront nécessaires pour pouvoir poursuivre cette augmentation de la densité. La compréhension et le contrôle des processus de retournement de l'aimantation seront d'importance vitale dans les nouveaux dispositifs de lecture et d'écriture de l'information. Le développement des mémoires MRAM (Magnetic Random Acces Memories), pressenties actuellement comme possibles successeurs des mémoires semiconductrices, a stimulé les études de la dynamique rapide. Ces mémoires, qui ont l'avantage d'être non volatiles, sont également compétitives du point de vue de la vitesse, qui peut arriver au régime du GHz.

A des échelles de temps de l'ordre de la nanoseconde, la dynamique de l'aimantation dans des systèmes en couches minces de dimensions micrométriques est un mélange complexe de nucléation, de propagation de parois et de rotation cohérente (précession). Ceci est démontré par de nombreuses études expérimentales récentes [56, 57] ainsi que les simulations micromagnétiques, qui sont devenues un outil puissant pour ces recherches [58].

Le retournement de l'aimantation dépend de la somme des champs internes et externes, et des fluctuations thermiques. Un état stable est caractérisé par un minimum d'énergie, et le retournement est obtenu en appliquant un champ magnétique externe pour surmonter une barrière d'énergie  $E_A$  entre deux minima d'énergie. A une température finie, les fluctuations thermiques aident le retournement et les temps caractéristiques du retournement sont données par la loi d'Arrhenius,  $\tau = \tau_0 e^{E_A/kT}$ . La "fréquence d'essai"  $\tau_0$ , de l'ordre de  $10^{-9}$ - $10^{-12}$  sec, dans une approche simple est liée au temps de relaxation spin-réseau. Pour des excitations magnétiques à des échelles de temps inférieures à  $\tau_0$ , l'activation thermique cesse de jouer un rôle, et la dynamique (ultra-rapide) de l'aimantation peut être décrite simplement par l'équation de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG).

Plusieurs études de la dynamique rapide de l'aimantation ont été effectuées récemment sur des structures sub-micrométriques constituées d'une couche FM unique [58]. On a



démontré qu'un retournement très rapide peut être obtenu en appliquant des impulsions intenses dans la direction perpendiculaire à l'aimantation des couches minces [59], et que les temps de retournement sont limités par l'amortissement de la précession. Récemment, des schémas originaux permettant un retournement ultra-rapide de l'aimantation, par contrôle de la précession même, ont été proposés et auront très probablement des applications importantes dans les dispositifs [60].

Très peu d'études ont été consacrées à la dynamique dans des systèmes constitués de couches minces couplées à travers une couche non-magnétique, comme les vannes de spin [61] ou les jonctions tunnel [2], systèmes pour lesquels un nombre d'effets excitants, de la magnétorésistance géante (GMR) [1], à la magnétorésistance tunnel (TMR) [2], à l'injection de spin [62] au transfert de spin [?], ont été observés récemment.

Le couplage magnétique entre les deux couches FM de ces systèmes, qu'il soit dû au couplage RKKY, comme on l'a vu dans le chapitre précédent, ou aux interactions magnétostatiques induites par la rugosité corrélée aux interfaces (couplage de Néel ou "peau d'orange" [63]), influence fortement le renversement de l'aimantation.

Une compréhension complète de la dynamique de l'aimantation dans ces systèmes nécessite de pouvoir sonder indépendamment l'aimantation des deux couches ferromagnétiques et leur interaction. Cela est possible uniquement avec une technique sélective en élément chimique, comme le dichroïsme magnétique circulaire des rayons X (XMCD). L'accès difficile de cette technique, qui utilise le rayonnement synchrotron, explique le faible nombre d'études dédiées à ce sujet.

Puisque les techniques de laboratoire permettent d'accéder seulement à l'aimantation moyenne du système magnétique, l'influence du couplage sur la dynamique de l'aimantation est mal connue. D'autre part, la dépendance du couplage de la dynamique est également peu étudiée, et on suppose toujours que les effets du couplage sont indépendants de la vitesse à laquelle on applique le champ magnétique externe.

Dans ce chapitre, j'illustrerai l'étude de la dynamique de l'aimantation d'une série de tricouches  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}/\text{Co}$  (type vannes de spin) utilisant les mesures de XMCD résolues en temps [35] introduites dans le chapitre 1. Il s'agit de la première utilisation de la structure temporelle du rayonnement synchrotron pour l'étude de la dynamique de l'aimantation d'une structure magnétique, avec sélectivité chimique. La dynamique de l'aimantation des deux couches ferromagnétiques, le Co et le  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ , est étudiée séparément en ajustant l'énergie des rayons X respectivement aux seuils  $L_3$  du Co et Ni. Nous avons ainsi pu étudier l'effet du couplage sur la dynamique de l'aimantation des deux couches magnétiques, et démontrer que l'effet du couplage de Néel entre les couches de Co et  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  décroît fortement en conditions dynamiques, quand le retournement de l'aimantation est induit par des impulsions de quelques nanosecondes [64].

L'aboutissement de nos mesures a ouvert la voie à plusieurs études de la dynamique de microstructures magnétiques utilisant comme sonde les rayons X, et en particulier aux études de microscopies X résolues en temps. Les développements les plus récents des mesures de XMCD-PEEM résolues en temps [65] seront illustrés dans le chapitre 5.

### 3.1 Les échantillons

Les échantillons, des tricouches  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}/\text{Co}$  type “vanne de spin” déposées sur des substrats de  $\text{Si}(111)$  à accumulation de marches, ont été réalisés par épitaxie par jet moléculaire au laboratoire mixte CNRS-Thales en collaboration avec F. Petroff [66]. La structure des couches est la suivante :  $\text{Si}/\text{Cu}(0.3)/\text{Au}(3)/\text{Co}(5)/\text{Cu}(t)/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(5)/\text{Cu}(2)/\text{Au}(1.5)$  (entre parenthèses: épaisseurs des couches en nm) avec des épaisseurs de cuivre de 6, 8 et 10 nm. Les substrats de  $\text{Si}(111)$  ont été coupés avec un angle de  $4^\circ$  vers la direction  $[11\bar{2}]$ , par rapport au plan (111) [67]. Un traitement thermique de ces substrats conduit à une surface avec des terrasses de forme ellipsoïdale de 60 nm de large et 1-2  $\mu\text{m}$  de long, séparées par des marches de 6 nm de haut. Les images de microscopie électronique en transmission obtenues pour une jonction tunnel  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}$  déposée sur le même substrat, montrent que cette structure en terrasses est transférée aux couches magnétiques et influence fortement les propriétés magnétiques du système (Figure 3.1). La forme allongée des terrasses conduit à une anisotropie magnétique planaire dans les couches magnétiques, avec un axe de facile aimantation parallèle aux marches (anisotropie de forme). De plus, la corrélation entre les profils topologiques (la “rugosité”) des couches de Co et  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  à travers la couche de Cu, conduit à l’apparition du couplage “peau d’orange”. L’interaction entre les charges magnétiques déposées dans le Co et le  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  au niveau des marches séparant les terrasses favorise un alignement parallèle des aimantations des deux couches. Cela est révélé, pour la tricouche avec 10 nm de cuivre, par un décalage des courbes d’hystérésis statiques du permalloy par rapport au champ nul.

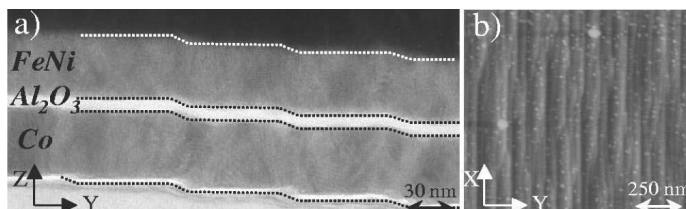


Figure 3.1: (a) Microscopie électronique en transmission d’une jonction tunnel magnétique déposée sur un substrat à accumulation de marches. b) Microscopie à force atomique de la barrière d’alumine de la jonction tunnel magnétique. Après traitement thermique, les marches atomiques induites par l’angle de coupe du substrat de Si s’accroissent afin de minimiser l’énergie de surface. Les marches, présentes selon les deux directions X et Y, sont les lieux des interactions magnéto-statiques.

### 3.2 Les mesures XMCD résolues en temps

Les mesures XMCD résolues en temps effectuées sur ces échantillons ont été décrites dans notre article publié dans Phys. Rev. Lett. en 2001 [64] et dans notre article de revue de 2003 [35].

Les cycles d’hystérésis quasi statiques et sélectifs en élément chimique, mesurés par XMCD pour les trois tricouches  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}/\text{Co}$ , sont présentés sur la Figure 3.2 (haut). Les aimantations des couches de Co et  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  sont sondées séparément par des mesures XMCD en fonction du champ, appliqué en conditions quasi-statiques, aux seuils  $L_3$  du

Co et du Ni respectivement. Avec 6 et 8 nm de cuivre les cycles d'hystérésis des couches de Co et Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub> sont pratiquement équivalents : les deux couches magnétiques sont fortement couplées *via* le couplage magnétostatique. Pour 10 nm de cuivre le couplage est moins fort et deux cycles d'hystérésis séparés, révélant les différentes coercivités des couches magnétiques, sont mesurés. Tous les cycles sont très carrés, ce qui indique qu'en conditions quasi-statiques le retournement est initié par quelques domaines inverses, et s'effectue par propagation rapide des parois de ces domaines [68].

Les mesures dynamiques sont effectuées en mode pompe-sonde, en synchronisant des impulsions de champ magnétique de durée 30 ns produites avec des microbobines [36] avec les paquets de rayons X sur la ligne ID8 de l'ESRF. En l'absence des impulsions du champ, l'aimantation des couches est saturée dans la direction négative par la présence d'un champ de bias  $H_{bias}$  négatif et constant. Le retournement de l'aimantation des couches de Co et Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub> est induit par l'application du champ pulsé  $H_{pulse}$  dans la direction positive. La dynamique de l'aimantation est sondée par des mesures de XMCD au seuil  $L_3$  du Co et du Ni, effectuées pour plusieurs valeurs du délai entre la pompe et la sonde. Les mesures sont effectuées pour différentes amplitudes du champ pulsé, ce qui nous permet d'accéder à la valeur de la coercitivité dynamique de chaque couche.

Les impulsions sont appliquées dans le plan de la couche, dans la direction parallèle à l'axe de facile aimantation, et la relaxation de l'aimantation est liée à la compétition entre la nucléation de domaines inverses et la propagation de parois. Pour des amplitudes du champ en dessous d'un champ critique  $H_{crit}$ , ces processus sont thermiquement activés à travers des barrières d'énergie  $E_A$  associées à la présence de défauts et à d'autres centres de piégeage. La relaxation de l'aimantation s'effectue donc selon la loi:

$$M(t) - M_\infty = [M(t=0) - M_\infty] e^{-t/\tau} \quad (3.1)$$

où  $M_\infty$  est la valeur d'équilibre de l'aimantation après le front de montée et de descente des impulsions et  $\tau$  est le temps de relaxation  $\tau = \tau_0 e^{E_A/kT}$  [69].

Pour chaque couche, on va supposer que  $E_A = V^* M_s (H - H_o)$  où  $V^*$  est le volume de Barkhausen,  $M_s$  l'aimantation à saturation,  $H$  le champ appliqué et  $H_o$  le champ coercitif "intrinsèque", *i.e.* le champ nécessaire pour retourner l'aimantation en absence d'activation.

Les amplitudes des signaux XMCD en fonction du temps mesurées pour Co et Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub>, *i.e.* la dynamique de leur aimantation, sont présentées sur la Figure 3.2 (bas).

Pour 6 nm de cuivre, les couches de Co et Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub> se retournent pour le même champ magnétique appliqué (entre 13 et 16 mT) et les courbes de relaxation vers la saturation positive puis négative sont les mêmes pour les deux couches. Cela indique que, comme dans le cas quasi-statique, les deux couches sont fortement couplées dans ce domaine temporel. Dans ce cas le temps de relaxation de l'aimantation des deux couches dépend du champ  $H - H_{Co}$  où  $H = H_{pulse} + H_{bias}$  et  $H_{Co}$  est la coercitivité intrinsèque du Co.

Pour 10 nm de cuivre, les aimantations des deux couches sont découplées, comme dans le régime statique. Les amplitudes de champs utilisées, jusqu'à 23 mT, ne sont pas suffisantes pour retourner l'aimantation du Co, qui reste saturée dans la direction négative. L'aimantation de Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub>, moins coercitif, se retourne dans un champ autour de 10 mT et sa dynamique après l'impulsion est plus rapide que celle du cobalt dans

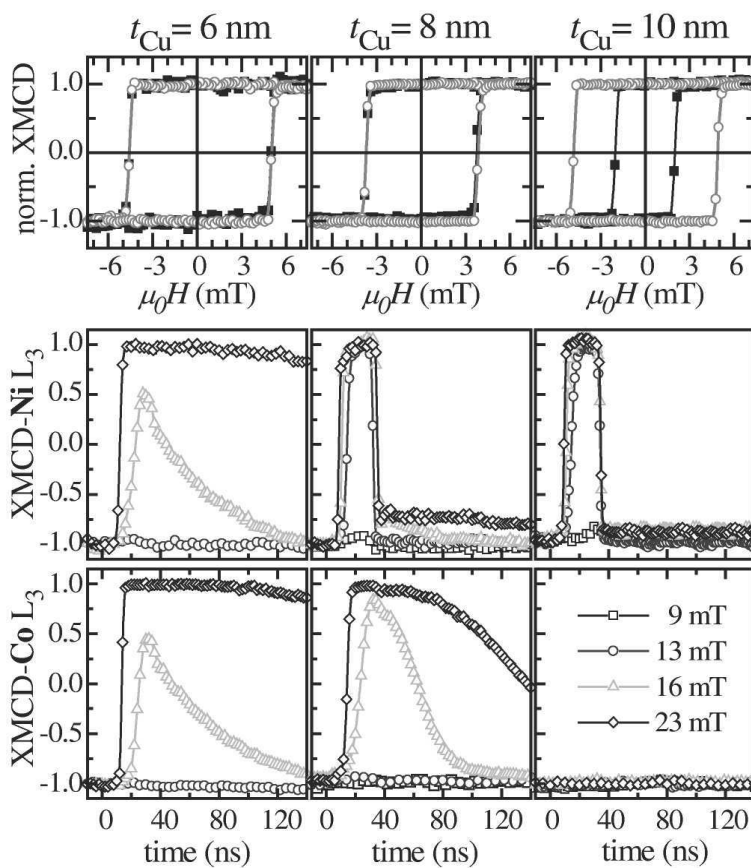


Figure 3.2: Haut: cycles d'hystérésis quasi-statiques et sélectifs mesurés par XMCD pour les couches de Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub> (carrés noirs) et Co (points blancs); (bas) variation temporelle du signal XMCD pour les deux couches ferromagnétiques, mesurée pour les trois vannes de spin pour des impulsions de 30 ns de durée et d'amplitude variable.

l'échantillon avec 6 nm de Cu. Ceci est dû à la plus faible valeur de la coercitivité intrinsèque du permalloy  $H_{\text{FeNi}}$  par rapport au cobalt, qui conduit à une plus faible valeur de  $H - H_o = H - H_{\text{FeNi}}$  et donc de  $\tau$ .

L'échantillon avec 8 nm de cuivre a le comportement le plus intéressant. Alors qu'en conditions quasi-statiques les deux couches se retournent pour le même champ de 4 mT, et leurs aimantations sont toujours parallèles, pour les impulsions de 30 ns les deux couches se retournent pour des champs différents. L'aimantation du Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub> se retourne pour un champ de l'ordre de 10 mT, et il existe une gamme de champs, jusqu'à environ 16 mT, pour laquelle les aimantations des deux couches sont antiparallèles. Pour le flanc descendant du champ magnétique, l'aimantation du Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub> relaxe rapidement comme dans l'échantillon avec 10 nm de cuivre, alors que le cobalt relaxe avec des temps plus longs. Ceci est en accord avec le fait que  $H_{\text{Co}} > H_{\text{FeNi}}$ . *Ces résultats montrent donc que contrairement au régime quasi-statique, les deux couches sont largement découplées dans le régime dynamique.* La possibilité d'avoir un couplage dynamique différent du couplage statique est démontrée ici pour la première fois grâce à la sélectivité chimique du XMCD.

Au moment de la réalisation de ces mesures et de l'écriture du papier, nous n'étions

pas en mesure d'expliquer cet effet. Des mesures d'effet Kerr dynamique et des simulations micromagnétiques, effectuées pendant la thèse de Y. Pennec [70], nous ont permis de développer un modèle pour expliquer la différence entre le couplage en conditions quasi-statiques et dynamiques.

### 3.3 Les mesures Kerr dynamiques

La coercitivité des couches de  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  et de Co dans la tricouche  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(5\text{nm})/\text{Cu}(10\text{nm})/\text{Co}(5\text{nm})$  a été mesurée par effet Kerr longitudinal en fonction de la vitesse de variation du champ,  $dH/dt$ , en utilisant le montage expérimental mis à point pendant la thèse de Yan Pennec [70]. La Figure 3.3(a) présente les courbes d'hystérésis mesurées pour différentes valeurs de  $dH/dt$ , de 1 T/s à 500 T/s. Puisque le couplage entre couches FM est faible, deux transitions associées aux coercitivités  $H_c$  des couches de Co et  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  sont visibles. Les variations des deux coercitivités en fonction de  $dH/dt$  peuvent être étudiées séparément. Lorsque  $dH/dt$  augmente,  $H_c$  pour les deux couches augmente et les transitions de l'aimantation associées aux coercitivités deviennent moins abruptes [71, 72]. Le décalage, d'environ 0.5 mT par rapport à l'origine, des cycles mineurs de la couche de permalloy révèle la présence, en conditions quasi-statiques, d'un couplage de Néel ( $H_E$ ) entre les deux couches.

Dans la Figure 3.3(b) sont tracées les valeurs de  $H_c$  et  $H_E$  en fonction de  $\ln(dH/dt)$ . Pour de faibles valeurs de la vitesse de variation du champ, la coercitivité augmente linéairement avec  $\ln(dH/dt)$ . A partir d'environ 100 T/s, les cycles s'élargissent et une variation de la pente de la courbe  $H_c$  vs  $\ln(dH/dt)$  est observée. Cela indique un changement du régime de retournement de l'aimantation.

A quoi est dû ce changement de régime? Les effets dynamiques observés sont révélateurs des processus de retournement de l'aimantation thermiquement activés. Les calculs analytiques de Raquet *et al.* [71] basés sur la théorie de Fatuzzo [73] et de Labrune [74], permettent de modéliser la forme des courbes d'hystérésis et les effets dynamiques en tenant compte de la compétition entre processus de propagation de parois et de nucléation. Les résultats du modèle, appliqués à la dynamique du système Au/Co, suggèrent que pour de faibles valeurs de  $dH/dt$  le retournement par propagation de parois est prépondérant, tandis que pour des vitesses de variation du champ importantes, la nucléation de domaines commence à dominer.

Le modèle, appliqué à la dynamique des parois, prévoit une dépendance logarithmique du champ coercitif avec le taux de balayage  $dH/dt$  [69, 71]. La barrière d'énergie pour le renversement de l'aimantation est supposée varier linéairement avec le champ appliqué. Pour un taux de balayage  $dH/dt$  donné, le champ coercitif  $H_c$  peut être décrit par l'équation :

$$H_c = \frac{kT}{V^*M_S} \ln \left[ \tau \left( \frac{dH}{dt} \right) \frac{V^*M_S}{kT} \ln(2) + 1 \right] \quad (3.2)$$

où  $M_S$ ,  $V^*$  et  $\tau$  ont été introduits ci-dessus.

La dépendance logarithmique de  $H_c$  que nous avons observée pour des basses valeurs de  $dH/dt$  est donc consistante avec un retournement par propagation de parois. La pente

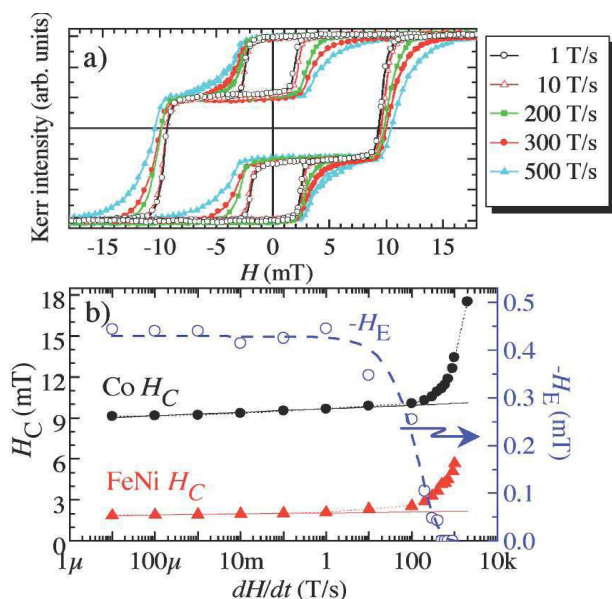


Figure 3.3: Courbes d'hystérésis (mineurs et majeurs) pour la tricouche  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(5\text{nm})/\text{Cu}(10\text{nm})/\text{Co}(5\text{nm})/\text{Si}(111)$  pour différentes valeurs de  $dH/dt$ ; b) Champs coercitifs des couches de FeNi et de Co en fonction de  $dH/dt$ , ainsi que le couplage  $H_E$ .

de la courbe permet de remonter au volume de Barkhausen, qui est de l'ordre de  $10^{-18} \text{ cm}^3$ . D'autre part nous suggérons, selon le modèle de Raquet *et al.*, que le changement de la pente de  $H_c$  vs  $\ln(dH/dt)$  observé à haute fréquence soit associé à un changement vers un régime dominé par la nucléation de domaines.

Le résultat le plus étonnant de nos mesures est que le décalage du cycle du permalloy (et donc le couplage entre les deux couches FM) est constant avec  $dH/dt$  jusqu'à 1 T/s, puis il décroît progressivement jusqu'à s'annuler lors du changement du régime de retournement. La réduction du couplage entre les deux couches ferromagnétiques de la tricouche  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(5\text{nm})/\text{Cu}(8\text{nm})/\text{Co}(5\text{nm})$ , observée par XMCD résolu en temps dans le régime de la nanoseconde, est cohérent avec la réduction du couplage mise en évidence par les mesures Kerr.

### 3.4 Les mesures XMCD-PEEM

Pour confirmer ce changement de régime de retournement, nous avons effectué des mesures de microscopie à photoémission d'électrons (XMCD-PEEM) sur la couche de permalloy dans la vanne de spin  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(5\text{nm})/\text{Cu}(8\text{nm})/\text{Co}(5\text{nm})$ .

Un microscope XMCD-PEEM est un microscope à électrons qui exploite l'effet XMCD pour former une image de la structure en domaines de la couche sondée à partir des électrons secondaires émis lors du processus d'absorption X. Le contraste magnétique vient du fait que le nombre d'électrons émis est proportionnel à l'absorption locale, qui, pour les photons X polarisés circulairement, dépend de l'orientation relative entre le vecteur de propagation du faisceau X incident et la direction d'aimantation locale (voir [12, 13] pour des papiers de revue récents).

Nos mesures XMCD-PEEM ont été effectuées au synchrotron Bessy à Berlin en collaboration avec le groupe de W. Kuch de MPI-Halle. En ajustant l'énergie des photons au seuil  $L_3$  du Fe, nous avons observé la structure en domaines de la couche de permalloy [75]. L'aimantation de l'échantillon est saturée dans la direction négative et la structure

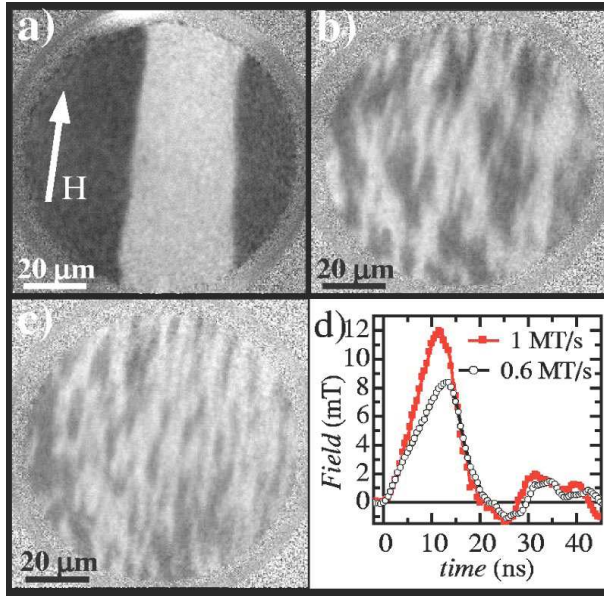


Figure 3.4: Images PEEM montrant la structure en domaines de la couche de permalloy de la vanne de spin  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(5\text{nm})/\text{Cu}(8\text{nm})/\text{Co}(5\text{nm})$ , après l'application du champ magnétique: (a) une impulsion de durée 1 ms et amplitude 2 mT; (b) et (c) une impulsion de 8 mT et 12 mT avec les valeurs de  $dH/dt$  indiquées dans (d)

en domaines est observée en champ nul, après une impulsion de champ magnétique appliquée dans la direction opposée.

Partant de la saturation négative qui donne un contraste noir, une impulsion quasi-statique de durée 1 ms et amplitude 2 mT donne lieu à un domaine magnétique blanc qui s'est propagé dans le champ de vue du microscope (Figure 3.4(a)). Lorsque des amplitudes plus fortes avec des  $dH/dt$  plus importantes (de l'ordre de  $10^6$ ) sont appliquées (Fig. 3.4 (b) et (c)), le retournement change fortement et une densité importante de petits domaines apparaît. Lorsque  $dH/dt$  augmente, la densité augmente et la taille des domaines diminue. Ceci indique que pour des valeurs de  $dH/dt$  croissantes, le retournement par nucléation de domaines devient de plus en plus important.

Ces résultats renforcent l'hypothèse que la disparition du couplage entre les couches ferromagnétiques en conditions dynamiques est associée à la transition d'un régime de retournement dominé par la propagation à un régime où la nucléation est le phénomène prépondérant.

### 3.5 Simulations micromagnétiques et interprétation

Pour expliquer la différence de couplage dans les deux régimes de retournement, nous avons effectué des simulations micromagnétiques en collaboration avec J.C. Toussaint au LLN. Le retournement quasi-statique de l'aimantation du FeNi est décrit en termes d'interaction entre une paroi de domaine qui se propage dans le  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  et les charges magnétostatiques déposées sur les marches aux interfaces  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}$  et  $\text{Co}/\text{Cu}$ . L'évolution du système est basée sur la résolution de l'équation de précession de Landau-Lifschitz-Gilbert. Le programme utilise les paramètres standards du micromagnétisme (énergie Zeeman, énergie d'échange, énergie d'anisotropie et interactions dipolaires) en tenant compte de la topologie exacte de l'échantillon [76, 77].

Dans le cas de notre système fortement anisotrope, il faut distinguer entre la propagation d'une paroi dans la direction parallèle à l'axe facile, et la propagation selon l'axe

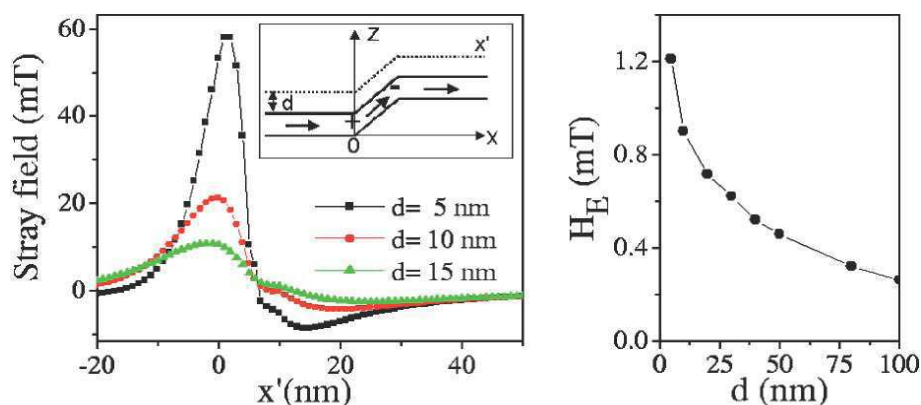


Figure 3.5: A gauche: Composante  $H_x$  du champ de fuite émis par un film de Co d'épaisseur 5 nm autour d'une marche topologique de largeur 6 nm, calculée pour une hauteur de vol constante  $d$  de 5, 10 et 15 nm. Dans l'insert, le profil de la couche de Co et son aimantation, autour d'une marche perpendiculaire à l'axe facile d'aimantation. A droite: Champ de couplage entre FeNi et Co, calculé pour différentes épaisseurs de l'intercalaire.

difficile. Lorsqu'une paroi se propage dans la direction perpendiculaire à l'axe facile, elle doit franchir des marches parallèles à l'axe long des terrasses. Puisque ces marches sont parallèles à la direction de l'aimantation dans le Co, il n'y a pas de charge déposée et ces marches n'induisent pas de couplage de Néel entre les deux couches FM. La couche du FeNi se comporte alors comme une couche isolée. Lorsqu'une paroi de Néel est localisée sur une marche, son aimantation est perpendiculaire à la marche et des charges sont créées localement. Pour se propager, la paroi doit franchir une barrière équivalente au champ démagnétisant créé par ces charges. Les marches agissent donc comme des "marches de piégeage" qui tendent à isoler les terrasses les unes par rapport aux autres.

Quand la paroi se propage dans la direction facile, à travers une marche parallèle à l'axe difficile, la direction de l'aimantation au centre de la paroi est parallèle à la marche et ne la charge pas. La marche agit comme un centre de piégeage pour la propagation, à cause du couplage local avec l'aimantation du cobalt (on parlera de "marche de couplage"). Les simulations montrent que la direction de l'aimantation dans la couche de Co suit le profil topologique, conduisant au dépôt de charges magnétiques dans la région des marches. La Figure 3.5(gauche) montre le calcul du champ de fuite créé par ces charges. Le couplage est localisé autour de la marche, son profil est asymétrique par rapport au centre de la marche, et son amplitude maximum peut être de plusieurs mT à une distance de 5 nm de la surface du Co. Le couplage entre les couches de Co et FeNi est ensuite calculé comme la différence entre les barrières d'énergie associées à la propagation d'une paroi dans le FeNi dans les directions respectivement parallèle ou antiparallèle à la direction de l'aimantation du Co. Les valeurs du champ de couplage en fonction de la distance entre les deux couches sont reportées dans la Figure 3.5(droite). Pour une séparation de 10 nm le couplage est de 0.8 mT, en bon accord avec la valeur de 0.5 mT trouvée expérimentalement.

En combinant les résultats expérimentaux et les simulations, nous pouvons maintenant expliquer la décroissance du couplage entre les deux couches FM pour des valeurs importantes de  $dH/dt$ . Pour des faibles valeurs de  $dH/dt$ , le retournement est dominé



par la propagation des parois. Le champ de fuite associé aux charges magnétiques locales déposées au niveau des marches perpendiculaires à l'axe facile dans la couche de Co est à l'origine du couplage.

Pour des valeurs importantes de  $dH/dt$  le retournement est dominé par la nucléation. On peut supposer que les domaines magnétiques apparaissent aux centres des terrasses, où les aimantations des films sont parallèles et le couplage pratiquement nul. La propagation à travers les marches n'est plus nécessaire pour retourner l'aimantation et le couplage de Néel reste donc inefficace.

### 3.6 Conclusion

Dans ce chapitre j'ai d'abord montré que grâce aux mesures de XMCD résolues en temps développées à l'ESRF, nous avons pu étudier séparément, et pour la première fois, la dynamique de l'aimantation des deux couches ferromagnétiques d'une vanne de spin, à l'échelle de temps de la nanoseconde. Ces mesures ont montré un phénomène jamais observé auparavant: la diminution, en conditions dynamiques, du couplage magnétostatique entre les couches de Co et  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  à travers une couche de cuivre.

Grâce aux résultats plus récents des mesures Kerr dynamiques, aux images de la structure en domaines du FeNi obtenues par XMCD-PEEM et aux simulations micro-magnétiques, nous avons pu démontrer que la disparition du couplage est associée au fait que le retournement passe d'un régime dominé par la propagation des parois (pour des faibles  $dH/dt$ ) à un régime dominé par la nucléation (pour des forts  $dH/dt$ ). Le couplage est inefficace dans ces dernières conditions.

Nos mesures de XMCD ont donné la première démonstration de l'intérêt d'associer le dichroïsme magnétique et la structure temporelle du rayonnement synchrotron pour étudier la dynamique rapide de l'aimantation de couches minces avec sélectivité chimique.

Récemment, en continuité avec les mesures que je viens de décrire, nous avons développé les premières mesures de XMCD-PEEM résolues en temps [78, 79]. Ce type de mesures rajoute la résolution spatiale à la résolution temporelle et à la sélectivité chimique du XMCD. Elles permettent donc visualiser la structure en domaines et sa dynamique, pour chacune des couches magnétiques d'un système, avec une résolution spatiale qui est actuellement de l'ordre de 30 nm. Ces mesures nous ont permis de poursuivre nos études sur le tricouche  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{X}/\text{Co}$  ( $\text{X} = \text{Cu}, \text{Al}_2\text{O}_3$ ) et de mettre en évidence de façon directe l'effet du couplage entre les deux couches FM sur la dynamique de l'aimantation [80]. Quelques résultats des mesures, effectuées depuis l'été 2002 au synchrotron Bessy de Berlin, seront résumés et discutés dans le Chapitre 5.

## Chapitre 4

# Dynamique dans des multicouches Pt/Co à décalage d'échange

Dans le cadre des études effectuées au sein de notre groupe sur la dynamique de l'aimantation dans des systèmes en couches minces couplées, notre groupe s'intéresse depuis quelques années à l'étude de systèmes dits à "décalage d'échange" ou "exchange bias", dans lesquels une couche ferromagnétique (FM) est en contact avec une couche anti-ferromagnétique (AF). Au sein de la collaboration avec Bernard Dieny et son groupe à Spintec, notre apport a été d'éclaircir par des mesures de magnéto-optique résolues en temps les mécanismes déterminant le retournement de l'aimantation dans la couche FM, à des échelles de temps allant de la milliseconde à la nanoseconde.

Des systèmes FM/AF avec anisotropie magnétique dans le plan des couches (Co/NiO, FeNi/NiO/Co) ont été étudiés depuis l'année 2000 pendant le stage Post-Doctoral de Julio Camarero et la thèse de Yan Pennec [72, 81, 82].

Plus récemment, pendant la thèse de Fabien Romanens, nous nous sommes intéressés à des systèmes à anisotropie perpendiculaire, les multicouches  $(\text{Pt/Co})_n$  avec IrMn ou FeMn comme couche AF. Du point de vue des applications, les systèmes à anisotropie perpendiculaire sont prometteurs comme supports pour l'enregistrement magnétique à ultra-haute densité et comme cellules de mémoire dans les mémoires MRAM [83, 84, 85].

Les systèmes à "décalage d'échange" sont largement étudiés depuis une dizaine d'années pour des raisons fondamentales mais aussi pour leurs applications dans les dispositifs pour l'électronique de spin. Dans ces systèmes, une anisotropie unidirectionnelle est induite par un refroidissement sous champ effectué à partir d'une température au-dessus de la température de Néel de la couche anti-ferromagnétique ( $T_N$ ) vers une température en-dessous de  $T_N$ . Ceci conduit à une augmentation de la coercitivité  $H_C$  de la couche ferromagnétique et à un décalage du cycle d'hystérésis d'un champ d'échange  $H_E$ , en général dans la direction opposée à celle du champ de refroidissement. Cet effet est largement utilisé dans les dispositifs pour bloquer l'aimantation de la couche FM de référence d'une vanne de spin ou d'une jonction tunnel. Les phénomènes microscopiques conduisant à l'exchange bias sont étudiés depuis la découverte de l'effet par Meiklejohn et Bean en 1956 [86]. Leur premier modèle suppose que le décalage d'échange dépend de l'interaction d'échange directe entre les spins FM et les spins d'une surface non compensée de l'AF, supposés *fixes*. Le couplage résultant est d'un ordre de grandeur trop fort par rapport aux expériences, et ne peut pas rendre compte des effets d'hystérésis observés pour les systèmes FM/AF. On sait aujourd'hui que  $H_E$  et  $H_C$  dépendent des détails de la microstructure cristallographique et magnétique des couches FM et AF (*i.e.* la

rugosité, les défauts, la présence de parois de domaines dans le FM et AF) et de la dynamique des spins aux interfaces. L'augmentation de la coercitivité est expliquée en tenant compte du retournement thermiquement activé de l'aimantation des grains de l'AF, lorsque l'aimantation de la couche FM se retourne [87, 88, 89]. Le décalage d'échange dépend de l'anisotropie unidirectionnelle associée à la présence de spins non compensés à l'interface FM/AF, qui sont piégés dans la couche AF et ne suivent pas le champ appliqué. Les travaux récents de XMCD sur les systèmes Co/NiO et Co/IrMn [90] montrent que seulement une fraction des moments non compensés de la couche AF est piégée, ce qui permet d'expliquer de façon quantitative la valeur du décalage d'échange.

Les différents modèles microscopiques développés sont décrits dans les papiers de revue de Noguès [4], Berkowitz [91] et Stamps [92].

Dans une couche FM uniaxiale, le retournement de l'aimantation pour un champ appliqué selon l'axe facile s'effectue par nucléation et agrandissement de domaines inverses. Dans le cas d'une couche piégée, l'interaction d'échange à l'interface FM/AF modifie les mécanismes de retournement de l'aimantation par rapport à ceux trouvés pour une couche "libre". En particulier, les domaines sont plus petits et irréguliers par rapport à ceux qu'on observe pour des couches simples [93, 94, 95]. De plus, comme formulé par Malozemoff [96], à cause d'imperfections aux interfaces, l'amplitude du décalage d'échange n'est pas constante à une échelle microscopique et des régions à fort couplage coexistent avec des régions à plus faible couplage [93, 97, 98]. Ceci a une influence sur les processus de retournement, comme nous le verrons pour les systèmes (Pt/Co)/IrMn.

Plusieurs travaux récents ont été dédiés à la relaxation et au retournement thermiquement activés dans des systèmes FM/AF [92, 99, 100, 101, 102, 103]. Lorsque l'aimantation de la couche FM se retourne, l'aimantation de la couche AF se réorganise. Cela implique que à des échelles de temps comparables avec les temps de relaxation de la couche AF, le retournement de la couche FM dépend de l'histoire magnétique de la couche AF [103].

Pour des systèmes à aimantation planaire, on a également observé [104, 105, 106, 107, 108, 109, 98] et prédit [110] que les mécanismes de retournement de l'aimantation de la couche FM peuvent être différents, selon que les champs magnétiques externes sont appliqués parallèlement ou antiparallèlement à la direction de  $H_E$ . Cette différence se manifeste par des cycles d'hystérésis asymétriques.

Les mécanismes microscopiques à la base de cette asymétrie ne sont pas totalement clairs. Pour la plupart des systèmes [98, 104, 106, 107, 109, 111] le retournement dans la branche facile du cycle d'hystérésis, où le champ magnétique est appliqué dans la direction du champ d'échange, est attribué à la nucléation et à la propagation de domaines, tandis que le retournement dans la branche difficile est attribué à la rotation cohérente de l'aimantation ou à une densité plus importante de domaines. Pour d'autres systèmes le comportement opposé a été proposé [105, 108]. En général, le retournement de l'aimantation dépend d'une série de paramètres, parmi lesquels la force du décalage d'échange, l'orientation du champ magnétique externe par rapport à la direction du champ d'échange, et l'orientation du champ d'échange par rapport à l'axe d'anisotropie [111].

L'étude de systèmes à décalage d'échange perpendiculaire est très récente [112, 113, 114, 115, 116, 117, 118, 119, 120, 121, 122, 123] et le groupe de B. Dieny à Grenoble

est leader dans le sujet. La dynamique de l'aimantation des tricouches Pt/Co/Pt et Au/Co/Au sans décalage d'échange a été largement étudiée par le groupe de J. Ferré à Orsay [68, 124]. La variation de la structure en domaines avec l'amplitude du champ appliqué a été étudiée récemment par Woodward *et al.* [125]. Les études de la dynamique de l'aimantation de systèmes à décalage d'échange perpendiculaire sont beaucoup plus rares [113]. Avant notre étude, la dépendance du retournement de la direction du champ externe par rapport à la direction du champ d'échange n'avait pas été étudiée en détail.

Dans la suite je décrirai nos études sur les multicouches  $(\text{Pt/Co})_n$  AF (AF = FeMn, IrMn) effectuées par effet Kerr résolu en temps dans le cadre de la thèse de F. Romanens (2003-2005). Ces mesures nous ont permis de mettre en évidence très clairement la dépendance du mode de retournement de l'amplitude du décalage d'échange, et de clarifier la dépendance du mode de retournement de la direction relative entre le champ appliqué et le champ d'échange. Une première étude effectuée sur des multicouches  $(\text{Pt/Co})_n/\text{FeMn}$  par des mesures de relaxation de l'aimantation par effet Kerr a montré que pour des systèmes FM/AF le retournement est dominé par la nucléation de domaines inverses [126]. La deuxième étude a concerné des mesures de microscopie Kerr résolues en temps sur une série de multicouches  $(\text{Pt/Co})_n/\text{IrMn}$ , qui ont montré directement, pour la première fois, la différence des mécanismes de retournement dans les deux branches du cycle d'hystérésis [127].

## 4.1 Relaxation de l'aimantation dans des couches $(\text{Pt/Co})_5/\text{Pt}/\text{FeMn}$

### 4.1.1 Méthodes expérimentales

Les systèmes étudiés sont des multicouches de composition  $(\text{Pt}(2\text{nm})/\text{Co}(0.4\text{nm}))_5/\text{Pt}(t_{\text{Pt}})/\text{FeMn}(13\text{nm})$  dans lesquelles une couche ultramince de Pt d'épaisseur  $t_{\text{Pt}}$  entre 0.2 et 2 nm est introduite entre la dernière couche de Co et la couche AF de FeMn. Les couches sont déposées par pulvérisation magnétron dc sur des substrats de Si oxydés et sont recouvertes par 2 nm de Pt. Les couches sont polycristallines et présentent une légère texture (111). Pour induire un champ d'échange, les échantillons sont refroidis à partir de 150°C dans un champ FC ("Field-Cool") de 1.5 T appliqué dans la direction perpendiculaire au plan [117, 119]. La valeur maximale du champ d'échange, 25 mT, est obtenue pour une épaisseur de FeMn de 13 nm et pour  $t_{\text{Pt}} \approx 0.2$  nm.

Les échantillons présentent un décalage d'échange  $H_E$ , une coercivité  $H_c$  et une anisotropie perpendiculaire  $K$  qui dépendent de l'épaisseur de la couche intercalaire de Pt (Figure 4.1). Le champ de "bias" est maximum pour 0.2 nm de Pt puis diminue exponentiellement pour de plus grandes épaisseurs ( $H_E=0$  pour  $t = 2\text{nm}$ ). Garcia *et al.* [119] ont attribué l'augmentation de  $H_E$  et  $H_c$  observée pour de faibles épaisseurs de Pt à l'augmentation de l'anisotropie perpendiculaire de la couche plus externe de Co (et donc de toute la multicouche) qui est obtenue quand l'interface avec le FeMn (qui favorise une anisotropie dans le plan) est substituée par une interface avec le Pt. Cette anisotropie augmente pour de faibles épaisseurs de Pt, puis sature pour des épaisseurs plus importantes. L'augmentation de l'anisotropie perpendiculaire pour des épaisseurs croissantes de Pt se manifeste par des cycles d'hystérésis qui deviennent de plus en plus carrés. L'augmentation de la coercitivité et du champ d'échange sont liés à l'augmentation de

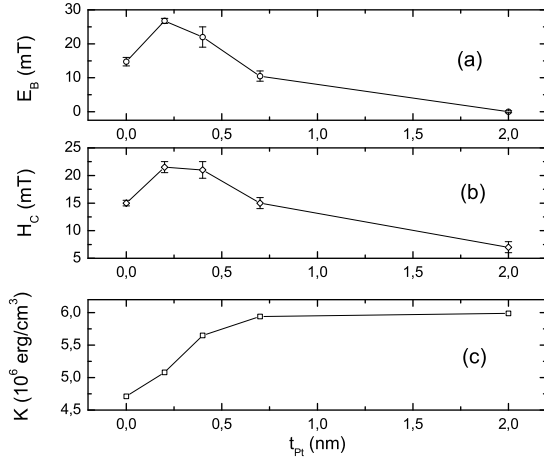


Figure 4.1: Valeurs du champ d'échange  $H_E$  (a), de la coercitivité  $H_C$  (b) et de l'énergie d'anisotropie  $K$  (c) en fonction de l'épaisseur de l'intercalaire de Pt  $t_{Pt}$ , pour des multicouches (Pt/Co)<sub>5</sub>/Pt( $t_{Pt}$ )/FeMn.

la projection de l'aimantation du Co dans la direction normale. Quand les moments FM sont mieux alignés selon la direction perpendiculaire, leur projection le long de la direction des moments AF augmente, puisque ces moments sont à leur tour alignés selon l'axe de facile aimantation le plus proche du champ FC, qui est perpendiculaire à la couche. La décroissance exponentielle de  $H_C$  et  $H_E$  observée pour de grandes épaisseurs de Co est due au fait que l'interaction FM/AF est à courte portée.

Pour comprendre les mécanismes de retournement dans ces systèmes, nous avons effectué des mesures de relaxation de l'aimantation [126] sur trois échantillons:

- échantillon I:  $t_{Pt} = 2$  nm,  $H_E = 0$
- échantillon II:  $t_{Pt} = 0.4$  nm,  $H_E \approx 22$  mT
- échantillon III:  $t_{Pt} = 0.2$  nm,  $H_E \approx 27$  mT

La procédure est la suivante. Un champ (positif) est appliqué pour saturer l'aimantation. Au temps  $t=0$  un champ opposé d'amplitude proche de la coercitivité (négative) est appliqué et maintenu constant. Pendant la relaxation de l'aimantation de  $+M_S$  à  $-M_S$ , la variation temporelle  $M(t)$  de l'aimantation est mesurée par effet Kerr polaire. Cette mesure est effectuée avec le champ appliqué selon les deux branches du cycle d'hystérésis. Les amplitudes du champ sont telles que les temps de relaxation se situent entre quelques microsecondes et quelques secondes.

En utilisant le modèle proposé par Fatuzzo [73] et appliqué à la relaxation magnétique par Labrune *et al.* [74] on peut montrer que la forme des courbes de relaxation dépend du processus qui domine le retournement de l'aimantation. On suppose que le retournement soit thermiquement activé et qu'il a lieu par nucléation de domaines inverses selon un processus statistique ayant une probabilité  $R$  par unité de temps :

$$N = N_0(1 - e^{-Rt}) \quad (4.1)$$

où  $N$  est le nombre total de domaines au temps  $t$  et  $N_0$  est le nombre total de sites de nucléation. Les domaines, supposés circulaires, ont un rayon initial  $r_c$  et s'agrandissent avec une vitesse  $v$ . On peut démontrer que la surface  $B(t)$  dont l'aimantation ne

s'est pas retournée au temps  $t$  peut être décrite par une expression [74] qui dépend du seul paramètre  $k = v/Rr_c$ , rapport entre le volume de l'échantillon qui se renverse par nucléation et celui qui se renverse par propagation de parois. Quand la propagation de parois domine le retournement ( $k \gg 1$ ), l'équation complète est réduite à  $B(t) \simeq \exp(-k^2 R^3 t^3 / 3)$  ce qui donne une variation temporelle de l'aimantation en forme de S. Quand la nucléation domine le renversement (pour  $k \ll 1$ ), alors  $B(t) \simeq \exp(-Rt)$  et l'aimantation a une décroissance exponentielle. Une des limitations du modèle de Fatuzzo est qu'il considère une seule énergie de barrière pour chaque processus de retournement ( $E_p$  pour la propagation,  $E_n$  pour la nucléation).

#### 4.1.2 Résultats

Les cycles d'hystérésis et les courbes de relaxation obtenues pour les échantillons I ( $t_{Pt}=2$  nm,  $H_E = 0$ ), II ( $t_{Pt} = 0.4$  nm) et III ( $t_{Pt} = 0.2$  nm) sont reportées dans la Figure 4.2. A droite, les courbes de relaxation sont présentées pour différentes valeurs du champ inverse appliqué. Les ajustements des courbes avec le modèle de Fatuzzo sont présentées dans la Figure 4.3.

Qualitativement, les courbes en S et la valeur de  $k \approx 100$  obtenue pour l'échantillon I, indiquent que le retournement de la couche sans décalage d'échange est dominé par la propagation des parois à partir de quelques domaines inverses. La qualité de l'ajustement permet de dire que le retournement thermiquement activé est associé au franchissement d'une seule barrière d'énergie (ou à une faible distribution d'énergies de barrière). Pour la gamme de champs considérée ici, toutes les courbes tracées en fonction du temps réduit  $t/t_{1/2}$  sont superposables, ce qui indique que la valeur de  $k$  (et donc le rapport entre le volume retourné par propagation et celui retourné par nucléation) ne change pas en fonction du champ.

Pour les échantillons II et surtout III, pour lesquels un champ d'échange est présent, les courbes  $M(t)$  ont une forme plus exponentielle et la nucléation joue donc un rôle plus important. Une différence entre la forme des courbes de relaxation pour les branches ascendante et descendante est visible pour l'échantillon II. La nucléation semble nettement plus importante quand l'aimantation se renverse contre la direction du champ d'échange. Cette différence n'est pas visible pour l'échantillon III, puisque la forme des courbes de relaxation est beaucoup moins sensible à des changements des valeurs de  $k$  quand elles sont très faibles, comme dans le cas où  $k \approx 0$ .

Les courbes de relaxation des deux échantillons avec décalage d'échange, ne peuvent pas être ajustées avec le modèle de Fatuzzo, qui considère seulement une barrière d'énergie associée à la nucléation ou à la propagation (voir Figure 4.3). Une partie de l'aimantation se retourne avec des temps plus longs que ceux prévus par ce modèle. Nous avons dû utiliser deux barrières pour ajuster les deux courbes. Les deux barrières expriment respectivement le retournement initial de l'aimantation, selon le modèle de Fatuzzo, et la relaxation plus lente d'une partie de l'aimantation.

Pour l'échantillon III, la relaxation rapide peut être ajustée en considérant une valeur de  $k = 0$  pour les deux branches, et des différences fiables pour les deux branches ne peuvent pas être extraites des ajustements. Pour l'échantillon II, au contraire, l'ajustement de la partie rapide de la relaxation avec la formule de Fatuzzo donne des valeurs de  $k \approx 5$

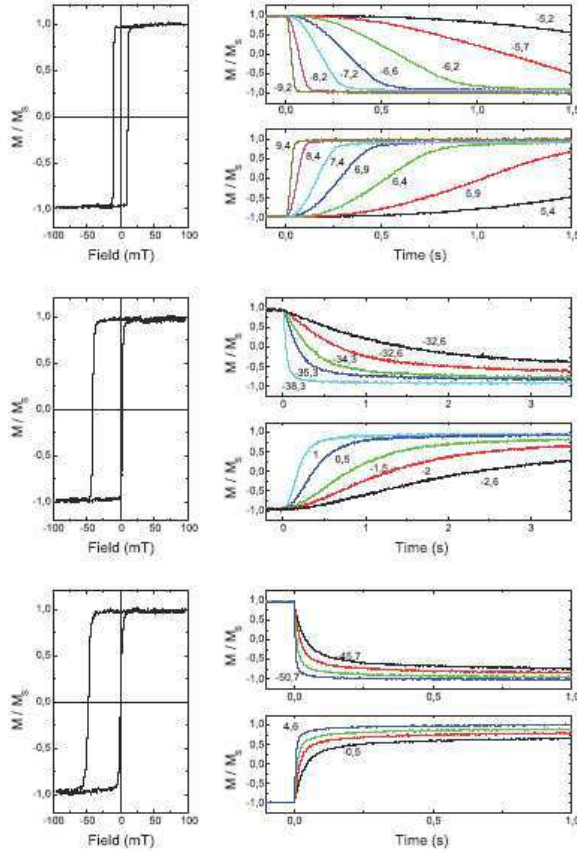


Figure 4.2: Cycles d'hystérésis (gauche) et courbes de relaxation  $M(t)$  associées (droite), mesurés pour les multicouches  $(\text{Pt}/\text{Co})_5/\text{Pt}(t_{\text{Pt}})/\text{FeMn}$ : échantillon I (haut), II (milieu) et III (bas). Les courbes de relaxation sont mesurées en partant d'une saturation positive (négative) pour plusieurs valeurs de champ opposés voisins de  $H_c$  dans la branche difficile (facile).

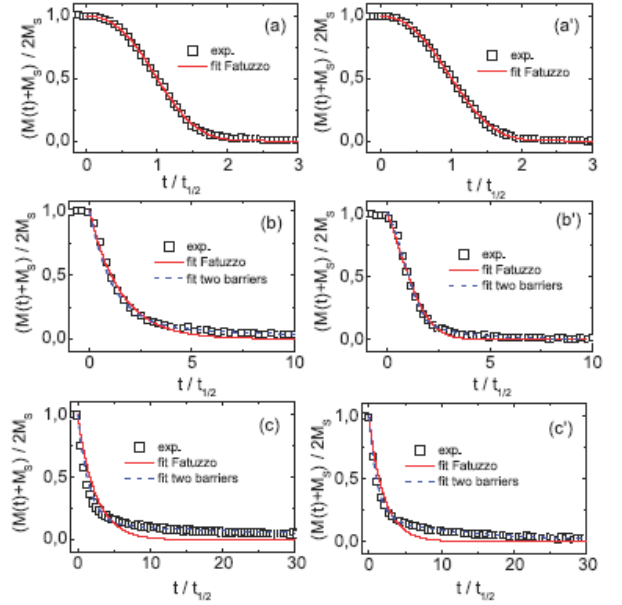


Figure 4.3: Courbes de relaxation (symboles) mesurées pour l'échantillon I (haut), II (milieu) et III (bas) pour les branches difficile (a,b,c) et facile (a',b',c') du cycle d'hystérésis. Les lignes continues sont les ajustements au modèle de Fatuzzo avec une seule barrière. Les lignes hachées sont les ajustements avec deux barrières d'énergie.

pour la branche facile et  $k \approx 0$  pour la branche difficile. Quand le champ externe est appliqué dans la direction opposée au champ d'échange, la relaxation procède donc par la formation d'un plus grand nombre de centres de nucléation.

Pour les deux échantillons II et III, les constantes de temps associées au retournement du volume "dur" dépendent de l'amplitude du champ appliqué. Les barrières d'énergie associées à ce volume sont plus importantes que celles associées au retournement initial. La fraction du volume "dur" est plus importante pour l'échantillon III (où le champ d'échange est plus fort et la nucléation domine) que pour l'échantillon II. Pour les deux échantillons, elle est plus importante pour la branche difficile (où la nucléation est plus importante) que pour la branche facile.

Des effets similaires ont été observés par Pommier *et al.* [128] pour des courbes de relaxation dans des couches  $\text{Au}/\text{Co}/\text{Au}$ . Dans ce cas, la relaxation lente d'une partie du volume avait été attribuée à la présence dans la couche de centres de piégeage durs. Nous ne pouvons pas exclure cette possibilité, mais la relation existante entre le volume "dur"

et la valeur du champ d'échange (ce volume est nul pour l'échantillon I où la propagation domine, et est maximum pour la branche difficile de l'échantillon III où la densité de nucléation est maximum) est assez frappante et suggère une autre explication. Nous pensons que la relaxation lente de l'aimantation dans les derniers stages du retournement pourrait être due à la formation d'un grand nombre de parois à  $360^\circ$  qui demandent un champ externe fort pour être évacuées. Puisque le volume associé à ces parois augmente avec la densité de nucléation, la relation entre volume non retourné et décalage d'échange peut être expliquée.

Ces mesures indiquent donc que le mécanisme de retournement change fortement en présence de l'interaction d'échange FM/AF : i) pour l'échantillon I ( $H_E=0$ ) la propagation de domaines domine le retournement, ii) pour les échantillons II et III la densité de domaines devient de plus en plus importante. Pour l'échantillon II, nous observons également une différence claire entre le retournement de l'aimantation dans la branche difficile et facile, la nucléation étant plus importante pour la branche difficile. Je reviendrai sur l'explication de cet effet à la fin de ce chapitre. Il aurait été souhaitable de confirmer ces résultats par des mesures d'imagerie magnétique par effet Kerr résolues en temps. Ces mesures ne sont malheureusement pas possibles sur ces échantillons, puisque la couche épaisse de FeMn (13 nm) absorbe une grande partie de la lumière incidente. La structure en domaines a pu être mesurée seulement pour une multicouche simple (Pt/Co)<sub>4</sub> sans AF et une multicouche (Pt/Co)<sub>4</sub>/FeMn(1.8nm) avec une couche AF très mince. Les résultats sont présentés sur la Figure 4.4, avec le schéma de fonctionnement du microscope Kerr que nous avons monté au Laboratoire Louis Néel [70].

Pour l'échantillon sans couche AF (que l'on peut comparer à l'échantillon I où la couche épaisse de Pt annule l'effet du champ d'échange) le retournement est dû à la propagation des parois de domaines à partir de quelques centres de nucléation. Lorsqu'une couche de FeMn est déposée sur la multicouche, la densité de domaines augmente fortement. Pour la couche de FeMn utilisée ici, la courbe de relaxation conserve une forme en S, et le retournement continue à être dominé par la propagation des domaines.

## 4.2 Microscopie magnéto-optique résolue en temps de multicouches (Pt/Co)<sub>5</sub>/Pt/IrMn

### 4.2.1 Méthodes expérimentales

Je présente ici les résultats d'une série de mesures d'imagerie Kerr résolues en temps, effectuées sur des multicouches (Pt/Co)<sub>5</sub>/Pt/IrMn. Le but de cette étude a été d'observer les mécanismes impliqués dans le retournement de l'aimantation, et de démontrer de façon directe et pour la première fois, l'existence d'une différence entre le retournement pour des champs magnétiques appliqués dans la direction parallèle et antiparallèle au champ d'échange. L'observation des structures en domaines a été possible pour des systèmes avec 5nm d'IrMn comme couche AF.

Les échantillons ont la composition (Pt(2nm)/Co(0.4nm))<sub>5</sub>/Pt( $t_{Pt}$ )/IrMn( $t_{IrMn}$ ) et sont comparés avec la multicouche simple (Pt/Co)<sub>4</sub> (échantillon I) sans AF. Trois multicouches sont étudiées:



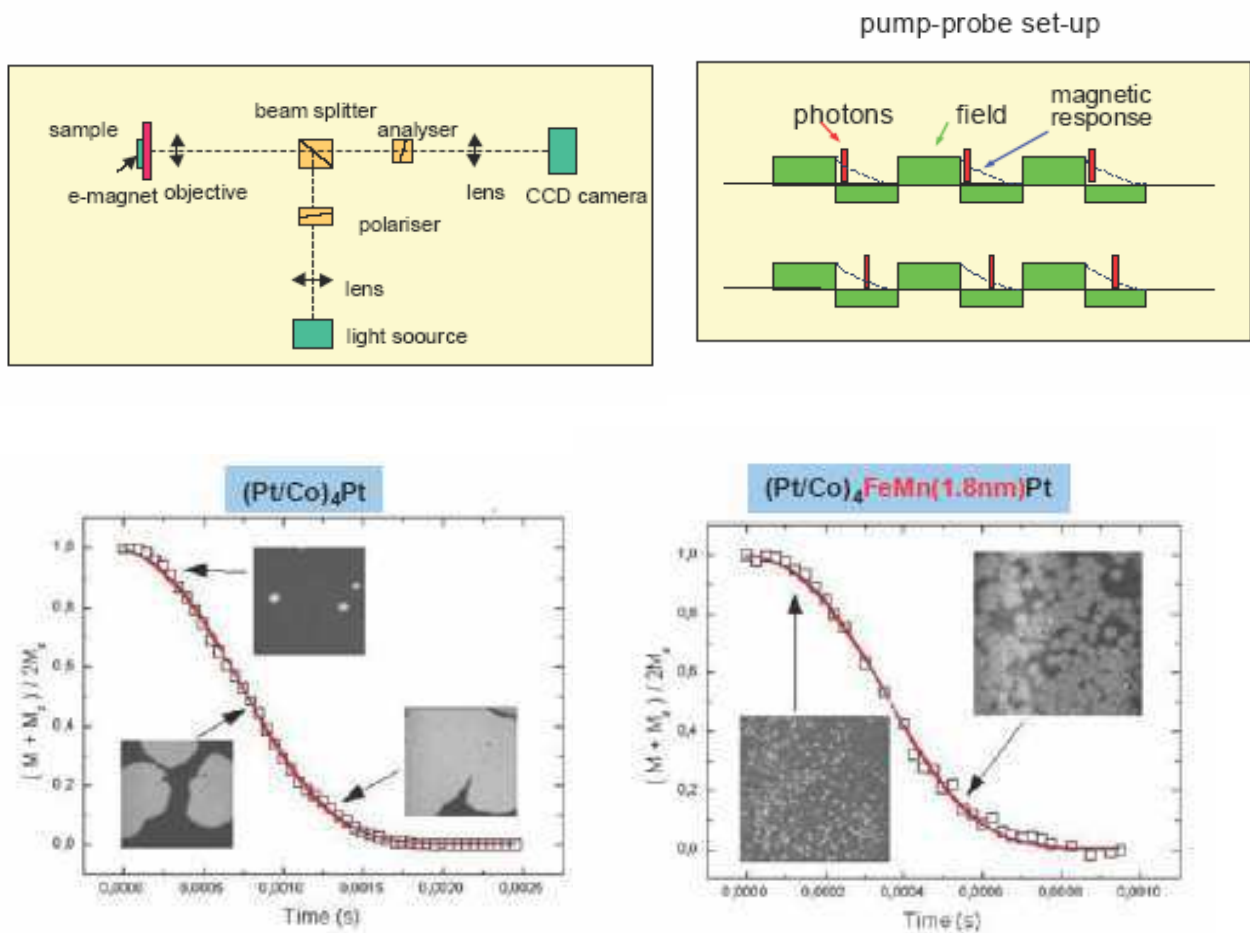


Figure 4.4: Schéma du microscope Kerr résolu en temps que nous avons monté au Laboratoire Louis Néel. Les images sont obtenues en mode pompe-sonde, en synchronisant les flash de lumière avec le champ magnétique. L'échantillon est saturé dans une direction, puis la relaxation de l'aimantation est mesurée pour différents temps après l'application d'un champ négatif. A droite les images obtenues pour un échantillon  $(\text{Pt}/\text{Co})_4$  sans couche AF (haut) et pour une multicouche  $(\text{Pt}/\text{Co})_4\text{FeMn}(1.8\text{nm})$ . Le champ de vue des images est de  $250\mu\text{m}$ .

- échantillon II:  $t_{Pt} = 0.4$  nm,  $t_{IrMn} = 2$  nm,  $H_E = 0$
- échantillon III:  $t_{Pt} = 2$  nm,  $t_{IrMn} = 5$  nm,  $H_E = 0$
- échantillon IV:  $t_{Pt} = 0.4$  nm,  $t_{IrMn} = 5$  nm,  $H_E = 9.5$  mT

La procédure de fabrication et le traitement thermique utilisés pour optimiser le décalage d'échange perpendiculaire sont les mêmes que pour les échantillons (Pt/Co)<sub>5</sub>/Pt/FeMn. L'effet d'une couche intercalaire de Pt entre l'AF et la couche la plus externe de cobalt est aussi identique. Le maximum du décalage d'échange est obtenu pour une épaisseur  $t_{IrMn}=5$  nm et pour  $t_{Pt}=0.2-0.4$  nm.  $H_E$  s'annule pour 2 nm de Pt. L'échantillon IV présente un décalage d'échange  $H_E$  et une coercitivité  $H_c$  plus importants que la multicouche (Pt/Co)<sub>4</sub>. Pour l'échantillon II,  $H_E=0$  puisque la couche d'IrMn est paramagnétique pour une épaisseur de 2 nm. Pour l'échantillon III l'absence de  $H_E$  est due à la forte épaisseur  $t_{Pt}$  qui découple le Co de l'IrMn. Les courbes d'hystérésis et les courbes de relaxation sont mesurées de façon analogue aux échantillons précédents. La structure en domaines est étudiée en fonction du temps par des mesures d'imagerie Kerr polaire (Figure ??). La source de lumière, une lampe flash de Xe, donne des impulsions de quelques  $\mu s$ . La lumière est polarisée par un prisme de Glan-Thomson et focalisée sur l'échantillon par un objectif 50x. Pour optimiser le contraste magnéto-optique, l'angle d'incidence est presque perpendiculaire à la surface de l'échantillon. La rotation de la polarisation de la lumière est analysée par un deuxième prisme. Des images avec un champ de vue de 250  $\mu m$  sont enregistrées avec une caméra CCD 16 bits refroidie par effet Peltier.

Le champ magnétique, produit par un électroaimant de ferrite, est appliqué perpendiculairement à la surface. Comme pour les mesures de relaxation, l'échantillon est d'abord saturé avec un fort champ magnétique, puis le champ est renversé rapidement et maintenu constant. Dans tous les échantillons, le retournement de l'aimantation s'effectue par nucléation et propagation de parois. L'évolution de la structure en domaines est mesurée en utilisant une approche pompe-sonde, dans laquelle les impulsions de lumière sont synchronisées avec le champ magnétique, avec un délai ajustable. En ajustant ce dernier, toutes les étapes du retournement peuvent être imagées. Bien que le contraste magnéto-optique soit suffisant pour effectuer des mesures "single shot", pour éliminer les effets stochastiques du retournement (qui est thermiquement activé à travers une distribution de barrières d'énergie) les images enregistrées sont obtenues en effectuant la moyenne de 15 impulsions de lumière. L'analyse des images permet d'obtenir la vitesse des parois de domaines ainsi que la densité de nucléation pour différentes valeurs de champ appliqué. Les détails expérimentaux sont données dans [127].

### 4.2.2 Résultats

Les courbes d'hystérésis et les courbes de relaxation magnétique obtenues pour les quatre échantillons sont tracées dans la Figure 4.5. Les échantillons II et III ont la même coercitivité et ne présentent pas de décalage d'échange. La coercitivité est légèrement supérieure à celle de l'échantillon I, probablement à cause du nombre supérieur de périodes, qui en augmente l'anisotropie. L'échantillon IV présente une coercitivité plus

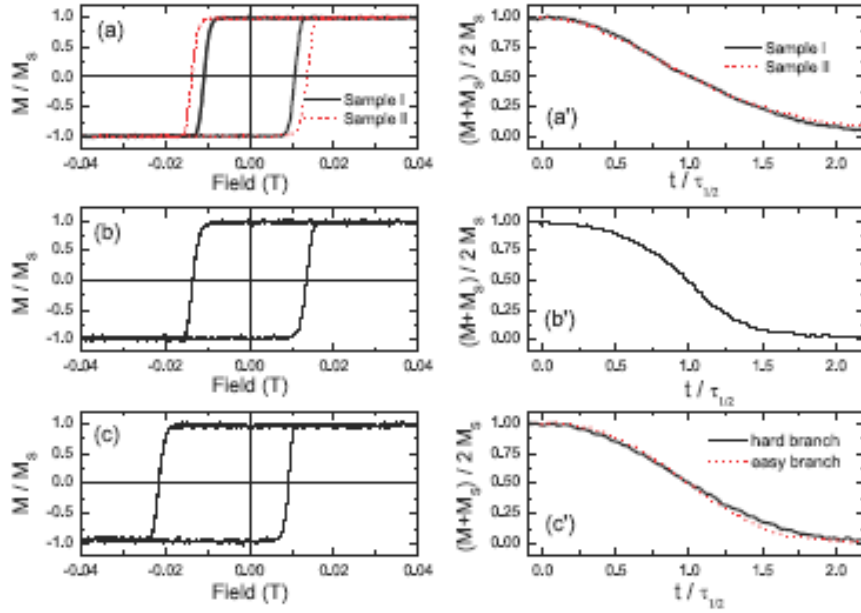


Figure 4.5: Cycles d'hystérésis (gauche) et courbes de relaxation (droite) mesurés pour les multicouches  $(\text{Pt}/\text{Co})_5/\text{Pt}(t_{Pt})/\text{IrMn}$  par effet Kerr polaire. Les valeurs des champs sont 8mT pour I, 7.5 mT pour II, 20 mT pour III et -35 mT and 7 mT respectivement pour la branche difficile et facile de IV, donnant des temps de relaxation d'environ 10 mT. (a) et (a') échantillon I et II; (b) et (b') échantillon III; (c) et (c') échantillon IV.

importante et un décalage d'échange  $H_E$  d'environ 9.5 mT. A noter que la valeur de  $H_E$  est bien inférieure à celle trouvée pour les multicouches ayant FeMn comme couche AF. Ceci pourrait être dû à la plus faible anisotropie de la couche d'IrMn, ou à des effets liés à la taille des grains de l'AF.

Les courbes de relaxation ont une forme en S pour tous les échantillons et les ajustements selon Fatuzzo révèlent des valeurs de  $k \gg 1$ . Cela indique que la propagation de domaines domine le retournement de l'aimantation. Pour l'échantillon IV,  $k = 12$  pour la branche difficile et  $k = 90$  pour la branche facile du cycle d'hystérésis. Cela indique qu'une plus forte densité de nucléation est associée au retournement contre la direction du champ d'échange. Ce dernier résultat est en accord avec les résultats obtenus pour les multicouches  $(\text{Pt}/\text{Co})_5/\text{Pt}/\text{FeMn}$ . Notons par contre que dans les échantillons  $(\text{Pt}/\text{Co})_5/\text{FeMn}$  la forme exponentielle des courbes de relaxation (et les plus faibles valeurs de  $k$ ) indiquaient une densité de centres de nucléation beaucoup plus importante.

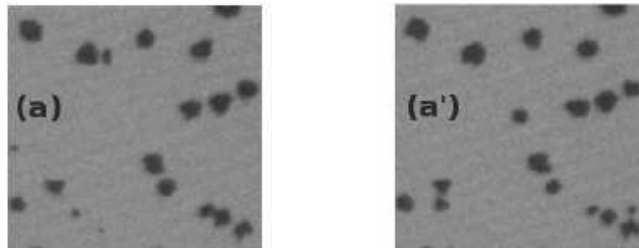


Figure 4.6: Deux images "single shot" mesurées pour l'échantillon IV avec un champ de 20 mT.

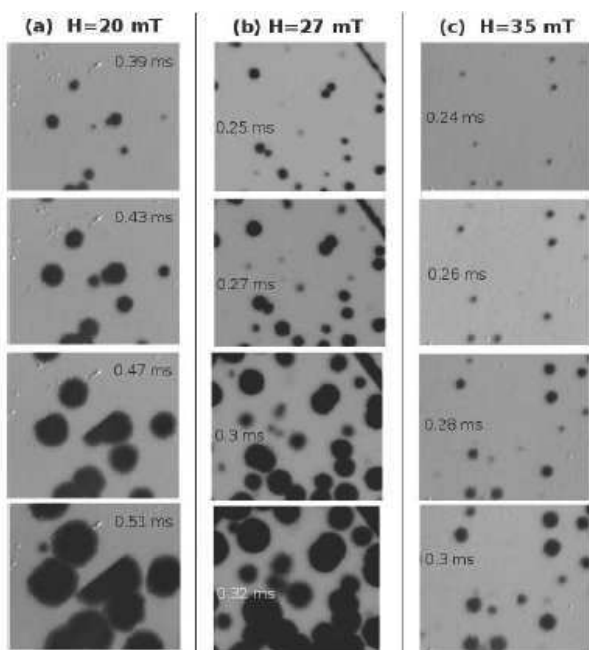


Figure 4.7: Evolution de la structure en domaines des trois échantillons  $\text{Pt}(2\text{nm})/\text{Co}(0.4\text{nm})_5/\text{Pt}(t_{Pt})/\text{IrMn}(t_{IrMn})$  sans décalage d'échange, pour des champs appliqués près de la coercitivité négative: échantillon I (a); échantillon II (b); échantillon III (c). Pour l'échantillon I, une autre région est imagée par rapport à celle de la Figure 4.4. Le champ de vue est de  $250\ \mu\text{m}$ .

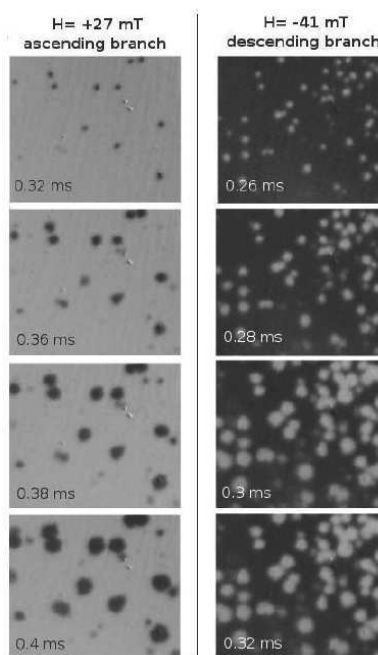


Figure 4.8: Structure en domaines de l'échantillon IV,  $(\text{Pt}(2\text{nm})/\text{Co}(0.4\text{nm}))_5/\text{Pt}(0.4\text{nm})/\text{IrMn}(5\text{nm})$  pour des champs appliqués selon la branche facile (gauche) et difficile (droite).

Les images de la structure en domaines mesurée en fonction du temps confirment et clarifient ces résultats (Figures 4.7 et 4.8). Dans tous les échantillons, l'aimantation est initiée par la formation d'un certain nombre de centres de nucléation, et procède par la propagation des parois de domaines. Les centres de nucléation sont probablement associés à des défauts structuraux ou à des régions de plus faible anisotropie uniaxiale, où les barrières d'énergie de nucléation sont plus basses. Les images obtenues en mode "single shot" pour l'échantillon IV (Figure 4.6) montrent que les domaines ne sont pas parfaitement circulaires. Ils ont en revanche le profil "rugueux" que l'on s'attend pour des champs appliqués dans le régime thermiquement activé, en présence d'une distribution étroite de barrières d'énergie de propagation [129]. Dans les images moyennées sur 15 flash de lumière, les domaines sont plus circulaires puisque la vitesse moyenne est isotrope. Puisque la nucléation est un phénomène statistique, certains domaines, correspondant aux barrières d'énergie les plus hautes, n'apparaissent pas sur chaque image "single shot". Cela est à l'origine de l'échelle de gris trouvée dans les images moyennes. A noter également qu'à cause de la présence d'une large distribution de barrières d'énergie de nucléation, un plus grand nombre de domaines est activé pour des champ plus intenses.

Pour les images "15 shots" nous avons supposé que les domaines sont circulaires et nous avons analysé l'évolution de leur rayon en fonction du temps pour en extraire la vitesse de propagation des parois  $v$  (voir [127] pour les détails). Avec ce but, nous avons

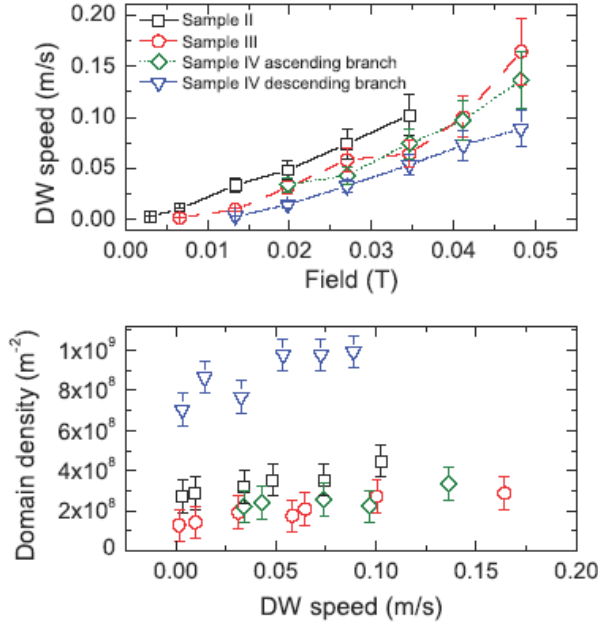


Figure 4.9: (a) Variation de la vitesse de propagation des parois  $v$  en fonction du champ magnétique  $H$ ; (b) Variation de la densité de nucléation  $N$  en fonction de la vitesse de propagation des parois  $v$ .

choisi les domaines les plus isolés, i.e. ceux qui ne se superposent pas trop rapidement à leurs voisins. Les vitesses de propagation en fonction du champ appliqué sont montrées dans la Figure 4.9(a). Pour les valeurs du champ utilisées ici, le retournement est lié à des processus thermiquement activés à travers une barrière d'énergie, conduisant donc à une dépendance non linéaire de la vitesse en fonction du champ [128].

Les densités de domaines pour les quatre échantillons sont présentées dans la Figure 4.9(b). Pour pouvoir comparer les densités de nucléation dans les deux branches du cycle d'hystérésis de l'échantillon IV, nous devons considérer deux champs équivalents. Puisque nous voulons comparer l'importance relative du retournement par nucléation et propagation, nous avons choisi de comparer la densité de nucléation pour deux champs donnant la même vitesse de propagation dans les deux branches. Pour les échantillons I, II, III et pour la branche facile de l'échantillon IV, les densités de nucléation sont pratiquement les mêmes. Au contraire, pour des vitesses de propagation équivalentes, une densité bien plus importante est trouvée pour la branche difficile de l'échantillon IV. Dans la région reportée dans la Figure 4.8 le taux de nucléation dans la branche difficile ( $N_{diff}$ ) est environ 5 fois la densité dans la branche facile ( $N_{fac}$ ). Des images prises avec un champ de vue plus large montrent que le taux de nucléation n'est pas homogène, et qu'en moyenne  $N_{diff} \approx 2-3 N_{fac}$ . Notons aussi que pour les échantillons étudiés ici la densité de domaines  $N$  augmente avec le champ appliqué. Cela indique la présence d'une distribution des énergies de barrière de nucléation.

### 4.3 Interprétation

Pour expliquer le taux plus élevé de nucléation que nous avons observé pour les échantillons avec décalage d'échange (que ce soit avec une couche AF de FeMn ou d'IrMn) quand le champ est appliqué selon la branche difficile (par rapport à la branche facile)

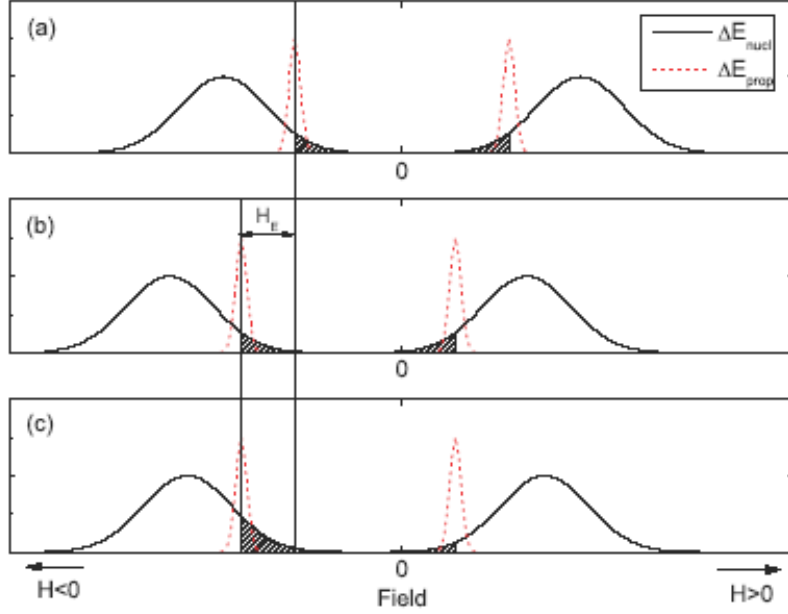


Figure 4.10: Distributions des énergies de barrière de nucléation ( $\Delta E_{nucl}$ ) et de propagation ( $\Delta E_{prop}$ ) pour un échantillon sans décalage d'échange (a), pour un décalage d'échange homogène (b) et pour un décalage d'échange  $H_E$  non homogène (c).

référons-nous à la Figure 4.10. Les images reportées dans les Figures 4.7 et 4.8 montrent que le retournement est initié par la nucléation d'un faible nombre de domaines, probablement liés à des défauts, et qu'il continue par la propagation des parois. La coercitivité est donc liée à la barrière de propagation moyenne  $\Delta E_{prop}$ . Supposons maintenant qu'il existe, pour tous les échantillons, une certaine distribution de barrières de nucléation et de propagation, comme le confirment la dépendance en champ de  $N$  et le profil rugueux des parois de domaines. Ceci est schématisé dans la Figure 4.10(a) pour le cas d'un échantillon sans décalage d'échange. La même densité de domaines est observée pour deux champs de propagation équivalents dans les deux branches du cycle d'hystérésis, puisque la même portion de la distribution est activée. Rajoutons maintenant un décalage d'échange, que nous supposons être *homogène* sur tout l'échantillon, y compris les endroits où s'effectue la nucléation. Le décalage d'échange se comporte alors comme un champ externe, qui déplace les énergies de propagation et de nucléation d'un champ  $H_E$  (Figure 4.10(b)). Cette situation est similaire au cas (a): pour des champs de propagation équivalents la densité de domaines est la même dans les deux branches, puisque la position relative de la barrière de propagation et de nucléation n'a pas changé. Cela montre qu'une distribution homogène du champ d'échange ne peut pas expliquer la différence entre  $N_{fac}$  et  $N_{diff}$ .

Supposons maintenant que le champ d'échange soit *inhomogène* et que des valeurs plus faibles de  $H_E$  soient obtenues pour certains défauts de l'échantillon, où la nucléation arrive de façon préférentielle. Le décalage vers des champs négatifs de la distribution des barrières de propagation est alors plus important que celui de la distribution des barrières de nucléation. Comme on l'observe dans la Figure 4.10(c) ceci donne lieu à une différence entre les énergies moyennes de propagation et de nucléation dans les

deux branches. Pour des champs de propagation équivalents, une plus grande densité de domaines est alors obtenue pour des champs dans la branche difficile, en accord avec les données expérimentales.

Nous pensons donc que la plus grande densité de nucléation observée pour des champs appliqués dans la direction antiparallèle à la direction du champ d'échange, peut être expliquée par la présence d'inhomogénéités du champ d'échange  $H_E$ . L'affaiblissement local de  $H_E$  pourrait être dû à des défauts dans la couche FM, mais également à des inhomogénéités de la couche AF, qui donnerait lieu localement à une anisotropie uniaxiale plus faible et donc à une plus facile formation de parois de domaines dans la branche difficile.

En conclusion, nos mesures de relaxation magnétique et de microscopie Kerr résolues en temps ont montré clairement et de façon directe plusieurs effets:

- la structure en domaines dans les systèmes  $(\text{Pt}/\text{Co})_n$  est modifiée fortement par l'interaction avec une couche AF. En général, les domaines deviennent plus petits, et la densité de centres de nucléation augmente fortement par rapport à une multicouche simple. Pour de fortes valeurs du décalage d'échange, le retournement est dominé par la nucléation de domaines. C'est le cas des multicouches  $(\text{Pt}/\text{Co})_5/\text{Pt}/\text{FeMn}$ . L'augmentation de la densité de domaines est beaucoup moins importante dans les systèmes à plus faible décalage d'échange  $(\text{Pt}/\text{Co})_5/\text{Pt}/\text{IrMn}$ . Pour ces multicouches le retournement reste dominé par la propagation des parois de domaines.
- L'inhomogénéité du champ d'échange est à l'origine de la différence du retournement observé selon que le champ externe soit appliqué parallèle ou antiparallèle à la direction du champ d'échange. De telles inhomogénéités ont été postulées dans le papier théorique de Malozemoff [96] et observées expérimentalement par Chopra *et al.* [93] et Nikitenko *et al.* [98].

## Chapitre 5

### Bilan et perspectives

Dans les chapitres précédents j'ai montré que depuis quelques années mon activité de recherche est centrée sur la dynamique de l'aimantation de couches minces magnétiques en interaction, éléments essentiels des dispositifs utilisés dans l'enregistrement magnétique et l'électronique de spin. Pour le fonctionnement optimal des dispositifs, il est souhaitable de connaître et de contrôler les mécanismes de retournement de l'aimantation des différentes couches et de les manipuler séparément, traditionnellement par l'application d'un champ magnétique. Le renversement de l'aimantation s'opère par la nucléation de domaines inverses et la propagation de parois. Ces processus se retrouvent sous des formes assez similaires mais à des échelles spatiales différentes dans tous les matériaux, des aimants permanents aux nano-objets.

Dans les dernières années, de nouveaux moyens d'opérer le renversement de l'aimantation à des échelles de temps inférieures à la nanoseconde ont été découverts : (i) par précession autour d'un champ magnétique pulsé [59]; ii) par résonance non-linéaire induite par un champ magnétique hyperfréquence [130] ou encore (iii) par injection d'un fort courant polarisé en spin [3].

Ces processus ouvrent des voies nouvelles de recherche, au niveau expérimental et théorique: la notion de 'trajectoire de spin' lors du renversement, la compréhension et la manipulation de l'amortissement, le transfert de spin entre un courant polarisé et l'aimantation. On constate une forte augmentation des activités dans ce secteur qui est probablement amené à jouer un rôle central dans le magnétisme de demain.

Dans ce nouveau contexte, si d'un côté nous prévoyons de poursuivre nos études sur le retournement de l'aimantation des couches magnétiques couplées (vannes de spin, jonctions tunnel, systèmes FM/AF) pour continuer à comprendre le rôle du couplage sur la dynamique de l'aimantation induite par des impulsions de champ magnétique, nous prévoyons également d'explorer l'utilisation de courants polarisés pour le retournement de l'aimantation à très haute vitesse. Un de nos projets sera d'observer directement le déplacement et la déformation d'une paroi pendant l'application d'impulsions de courant, par des techniques de microscopie Kerr et XMCD-PEEM résolues en temps sur des microstructures de géométrie adaptée.

L'originalité des études de notre équipe est double : (i) des microbobines de cuivre associées à des alimentations de courant basées sur des MOSFET, développées au laboratoire, nous permettent de créer des champs magnétiques pulsés intenses. Nous pouvons donc étudier (par effets magnéto-optiques ou par XMCD et PEEM) des systèmes réels ayant de plus fortes coercivités que le permalloy, système sur lequel se concentre la



plupart des travaux récents ; (ii) dans des centres de rayonnement synchrotron, les techniques basées sur l'absorption X dans lesquelles nous sommes spécialistes (XMCD et PEEM) sont sélectives en élément chimique. La dynamique de l'aimantation de chaque couche magnétique d'un système complexe, ainsi que l'effet de l'interaction entre couches sur la dynamique, peuvent être étudiées séparément.

La technique de XMCD résolue en temps a été décrite dans les chapitres 1 et 3. Plus récemment nous avons développé les premières mesures de X-PEEM résolues en temps (responsable J. Vogel), qui rajoutent la résolution spatiale à la résolution temporelle et à la sélectivité chimique du XMCD. Elles permettent donc suivre les variations de la structure en domaines induites par l'application d'une impulsion de champ, pour chacune des couches magnétiques d'un système multicouches. La résolution spatiale dans les meilleurs instruments PEEM est de l'ordre de 30 nm, et la résolution temporelle de nos mesures est limitée par la largeur des paquets X (environ 100 ps).

La microscopie à photoélectrons émis (PEEM) en combinaison avec l'XMCD est une technique puissante pour l'étude de la structure en domaines dans les échantillons en couches minces [12]. Le XMCD-PEEM construit une image avec les électrons secondaires photoémis à la suite de l'absorption de photons X mous (300-1600 eV). Compte tenu de la faible profondeur d'échappement des électrons, cette technique est sensible à la surface et aux couches ultraminces. Par l'effet XMCD, l'utilisation de rayons X polarisés circulairement rend le PEEM sensible à la direction de l'aimantation dans la couche sondée.

Les mesures de PEEM résolues en temps ont été effectuées, depuis l'été 2002, au synchrotron Bessy de Berlin en collaboration avec W. Kuch de MPI Halle et M. Bonfim de l'Université de Curitiba, en utilisant un microscope PEEM de Omicron appartenant à l'équipe allemande. L'électronique et la procédure expérimentale en mode pompe-sonde sont les mêmes que celles des mesures XMCD effectuées à l'ESRF. Les impulsions magnétiques fournies à l'échantillon par une microbobine (la pompe) installée dans le microscope, sont synchronisées avec les paquets de rayons X (la sonde) (Figure 5.1). En modifiant le délai entre la pompe et la sonde, et en effectuant une image pour chaque délai, on accède à l'évolution temporelle de la structure en domaines de la couche sondée. Dans des systèmes vannes de spin et jonctions tunnel, les résultats les plus intéressants concernent l'effet du couplage magnétostatique entre les couches de Co et de FeNi, sur la dynamique de l'aimantation de la couche de FeNi [80, 131].

Depuis un an nous disposons de notre propre microscope PEEM (financement CPER Nanophysique et mi-lourd CNRS STIC/SPM) qui sera dédié aux mesures résolues en temps. Une partie importante de mon activité scientifique dans les quelques années futures sera consacrée aux mesures dynamiques sur des couches et microstructures magnétiques couplées. J'exploiterai cet instrument couplé avec des mesures d'effet Kerr et de microscopie magnéto-optique au Laboratoire Louis Néel.

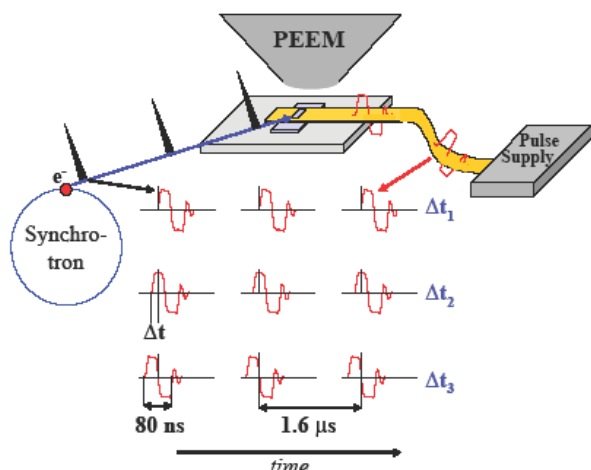


Figure 5.1: Le principe des expériences pompe-sonde avec un PEEM. Une impulsion magnétique ultracourte est appliquée périodiquement pour renverser l'aimantation de la couche magnétiquement douce. Les impulsions magnétiques (rouge) sont synchronisées avec les paquets de photons (noir). Des images sont capturées pour plusieurs délais  $\Delta t$  entre les impulsions magnétiques (pompe) et les paquets X (sonde).

## 5.1 Dynamique rapide de l'aimantation dans les systèmes F/AF à anisotropie perpendiculaire

Notre étude sur les multicouches  $(\text{Pt}/\text{Co})_n/\text{AF}$  ( $\text{AF}=\text{FeMn}, \text{IrMn}$ ) conduite par des mesures de relaxation magnétique et de microscopie Kerr en collaboration avec l'équipe de B. Dieny à Spintec a contribué à montrer que le retournement de l'aimantation dans ces systèmes est fortement influencé par le couplage à l'interface ferro/antiferro [126, 127].

Dans des systèmes avec aimantation dans le plan, il a été observé par plusieurs groupes que, par suite de la présence de frustrations à l'interface, les domaines magnétiques dans la couche FM sont plus petits que dans les couches libres. De façon similaire, nos mesures montrent pour les systèmes à anisotropie perpendiculaire, une très forte augmentation de la densité des centres de nucléation en présence d'échange bias. A cause de la non-homogénéité de l'anisotropie d'échange, le retournement se fait de façon différente, selon que le champ magnétique est appliqué dans la direction parallèle ou antiparallèle au champ d'échange.

Ces phénomènes sont actuellement l'objet d'études d'effet Kerr et imagerie Kerr résolue en temps, dans le cadre de la thèse de Fabien Romanens. Nous nous sommes pour le moment limités au domaine temporel allant du quasi-statique à la microseconde, en utilisant des électroaimants comme source de champ magnétique et une lampe flash comme source de lumière pulsée. Les images "single shot" sur ces systèmes révèlent la présence de plusieurs phénomènes statistiques intéressants indiquant une très forte distribution des énergies de barrière pour la nucléation. Nos études futures visent à quantifier ces phénomènes et à déterminer comment la présence du décalage d'échange influence la distribution de ces barrières.

Puisque les champs magnétiques nécessaires pour retourner l'aimantation des couches de Co à des échelles de temps autour de la nanoseconde sont importants (de l'ordre du Tesla), il existe très peu d'études de la dynamique rapide de ces systèmes. Cette gamme temporelle est pourtant importante, puisque c'est à la fréquence du GHz que s'opère le retournement de l'aimantation dans les cellules des mémoires MRAM et dans les médias pour l'enregistrement magnétique.

Des mesures préliminaires de la dynamique de l'aimantation de multicouches Pt/Co simples (sans AF), à des échelles de temps autour de la ns, ont été effectuées au sein de mon équipe pendant la thèse de Marlio Bonfim. Ce domaine temporel est accessible avec l'utilisation des microbobines développées au laboratoire. Pour des impulsions de champ de 60 ns de longueur, il fallait environ 1 Tesla pour retourner l'aimantation d'une multicouche (Pt/Co)<sub>4</sub>. La forme des courbes de relaxation de l'aimantation indiquait que le retournement était encore dominé par la propagation de parois de domaines.

Avec la même procédure, nous prévoyons donc d'explorer les systèmes FM/AF que j'ai décrits dans le Chapitre 3 et de clarifier le rôle du couplage d'échange sur leur dynamique à l'échelle de temps de la nanoseconde. Il est bien connu que l'application de champs magnétiques pulsés intenses amplifie le retournement de l'aimantation par nucléation de domaines inverses. Dans les systèmes à échange bias ce phénomène devrait être exacerbé par la présence de frustrations aux interfaces F/AF et on peut prévoir un retournement procédant essentiellement par une très grande densité de nucléation de domaines magnétiques. On peut par conséquent s'interroger sur le rôle de l'anisotropie unidirectionnelle. A ces échelles de temps la propagation des parois devrait jouer un rôle moins significatif dans le retournement, et la distance entre domaines FM pourrait atteindre une taille similaire à celle des domaines AF (inférieures au micron). Le couplage interfacial se manifestera par un décalage du cycle d'hystérésis plus ou moins important que dans le domaine quasi-statique? Comment se manifesteront les effets de "champ aléatoire" introduits par Malozemoff? Est-ce qu'on pourra encore observer une différence significative entre le retournement de l'aimantation dans les deux branches du cycle d'hystérésis? Toutes ces questions importantes devraient trouver une réponse par des mesures de magnétométrie et microscopie Kerr résolues en temps et par des mesures XMCD-PEEM.

Il est tout à fait possible qu'aux échelles de temps de quelques nanosecondes, la densité de domaines devienne trop importante pour pouvoir être observée par microscopie Kerr. Cela sera sans doute le cas pour les systèmes (Pt/Co)<sub>n</sub>FeMn, où nous avons trouvé que la densité de domaines est déjà élevée pour de faibles champs. Nous envisageons donc également de mesurer la dynamique de la structure en domaines des systèmes AF/AF par XMCD-PEEM à haute résolution. Ces mesures sur des systèmes à anisotropie perpendiculaire pourront être effectuées avec notre microscope PEEM, pour lequel, à la différence d'autres microscopes commerciaux, l'angle d'incidence des photons X est suffisamment grand (30°) pour avoir accès à la composante hors-plan de l'aimantation.

Je prévois également une orientation de notre recherche vers des systèmes FM/AF micro- et nanostructurés. Des plots formés d'empilements (Pt/Co)/AF de dimensions latérales sub-micrométriques sont clairement importants pour les applications, puisqu'ils pourraient constituer les points mémoires dans des futures mémoires magnétiques MRAM perpendiculaires. Les recherches sur des systèmes dont la taille latérale approche celle des domaines dans la couche AF sont cruciales pour la compréhension du phénomène du couplage d'échange, puisqu'elles permettent de sonder le rôle des domaines AF. Les effets de taille finie sur le décalage d'échange et la coercivité des nanostructures FM/AF commencent à être étudiés dans la littérature [85, 8]. Les résultats des différents groupes concernant le décalage d'échange dans des plots de l'ordre de quelques centaines de nm sont contradictoires : certaines études trouvent une augmentation de  $H_E$  par rapport à

une couche continue, d'autres le contraire. Le travail de Baltz *et al.* semble pouvoir expliquer l'ensemble des résultats : le décalage d'échange est déterminé par la compétition entre deux effets, le confinement des spins de la couche AF, qui tendrait à augmenter  $H_E$  dans des nanostructures, et les phénomènes d'activation thermique, qui sont exacerbées dans les plots et tendent à réduire de décalage d'échange. L'amplitude de  $H_E$  peut être inférieure ou supérieure à celle d'une couche continue, selon l'épaisseur de la couche AF et selon la température.

Une des voies d'exploration possibles consiste à étudier les échantillons élaborés à Spintec sur des substrats pré-structurés [85]. Des mesures préliminaires effectuées sur des plots de Pt/Co sans exchange-bias pendant la thèse de M. Bonfim avaient révélé la présence d'une très large distribution d'énergie de barrière de nucléation. L'un des désavantages des systèmes pré-gravés est que les couches sont déposées sur les sommets des plots, mais également dans les tranchées entre les plots. Seule une technique résolue spatialement pourra sélectionner le signal provenant des nanostructures.

Une autre voie possible est donc d'élaborer des nanostructures par des techniques de lithographie ou encore, de façon plus originale, par dépôt auto-organisé sur des substrats AF (en collaboration avec O. Fruchart). La différence fondamentale entre ces deux approches est que, dans le premier cas la couche AF, ainsi que la couche FM sont confinées. Dans le deuxième cas, seule la couche FM est confinée. On pourra donc étudier, pour des tailles de domaines AF bien définies, les effets de la taille des plots FM sur le décalage d'échange et la structure en domaines FM. A l'inverse, pour des dimensions de plots fixes, on pourra suivre le décalage d'échange et la structure en domaines FM en fonction de la taille des domaines AF (en changeant l'épaisseur du substrat). Les mesures de magnétométrie (décalage d'échange, coercitivité en conditions statiques et dynamiques) pourront être effectuées par effet Kerr au laboratoire. Les structures en domaines dans la couche FM pourront être observées par XMCD-PEEM. En choisissant de façon adéquate la couche AF, les domaines de la couche AF pourront être mesurés par dichroïsme magnétique linéaire de rayons X (XMLD, [132]). Il sera donc possible de corrélérer directement les effets d'échange dans la couche FM avec la structure magnétique dans la couche AF.

## 5.2 Dynamique de l'aimantation et de parois magnétiques induite par des impulsions de champ et de courant

Un des sujets les plus étudiés au sein de l'équipe concerne les systèmes en couches minces couplées, et en particulier les vannes de spin et les jonctions tunnel. Les deux couches FM, l'une douce et l'autre dure, sont couplées à travers une couche intercalaire non-magnétique (NM), en général par des interactions magnétostatiques dues à la rugosité corrélée des interfaces F/NM. Dans les dispositifs, la couche douce doit se retourner rapidement pour garantir une lecture ou une écriture rapide d'un bit d'information. Le couplage entre les couches ferromagnétiques est très important dans la dynamique du retournement de l'aimantation. On trouve très peu d'études sur ce sujet, puisque peu de techniques sont capables d'étudier de façon indépendante les aimantations des différentes couches magnétiques du système. Le XMCD et le PEEM résolu en temps

que nous avons développés dans les centres de rayonnement synchrotron, permettent ce type d'étude grâce à leur sélectivité en espèce chimique.

Par des mesures de microscopie PEEM résolues en temps, nous avons mis en évidence plusieurs phénomènes nouveaux :

- le couplage magnétique entre couches ferromagnétiques dans une structure type vanne de spin dépend du régime temporel auquel s'effectue le retournement (quasi-statique ou dynamique). Ceci peut être expliqué par le fait que dans les différents régimes temporels, des phénomènes différents (la propagation de parois ou la nucléation de domaines) dominent le retournement [70] ;
- le couplage est également l'un des paramètres qui déterminent la corrélation entre la structure en domaines dans les deux couches magnétiques, à travers la couche non magnétique. Celui-ci est en compétition avec d'autres propriétés du système comme l'anisotropie magnétique et la présence de centres de piégeage pour les parois [80] ;
- enfin, nos mesures récentes ont montré que le champ de fuite associé à une paroi de domaines dans la couche de Co influence fortement le retournement de l'aimantation de la couche de FeNi. Le retournement de l'aimantation est initié dans les régions du FeNi où le champ de fuite est le plus fort, directement au dessus de la paroi du Co. Ceci est expliqué par le fait que le champ de fuite induit une composante du champ magnétique effectif perpendiculaire à la direction de facile aimantation. Ceci provoque un abaissement de la barrière et donc une nucléation plus facile [131]. Ce type d'étude, rendu possible grâce à la sélectivité de l'XMCD, ouvre un champ de recherche peu exploré, celui de la dynamique des parois magnétiques.

La propagation des parois intervient dans le retournement de l'aimantation induite par des champs magnétiques mais également, comme démontré plus récemment, par injection d'un courant qui se polarise dans le matériau ferromagnétique [133]. Alors que les parois ont longtemps été traitées simplement comme des régions de transition entre deux régions d'aimantation homogène d'un matériau magnétique, elles sont de plus en plus considérées comme des nano-objets en elles-mêmes. Elles présentent des propriétés physiques comme une magnétorésistance [134], une 'masse' [135] et sont une source de champ magnétostatique [136]. L'étude de ces propriétés constitue un champ de recherche nouveau. Elles peuvent être modifiées en changeant les paramètres du matériau, comme l'anisotropie magnétique et l'interaction d'échange, mais également en manipulant la forme et la taille de la paroi. Il est possible, par exemple, de piéger une paroi sur un défaut naturel ou artificiel comme une nanoconstriction, et de manipuler ses propriétés physiques par des conditions géométriques et topologiques particulières.

Des dispositifs utilisant des parois comme stockage de l'information ont été proposés: par exemple un système binaire dans lequel une paroi transiterait de façon contrôlable entre deux sites de piégeage, codant 0 ou 1, par application d'impulsions de courants opposés [133, 137].

Pour pouvoir envisager des applications de ce phénomène aux dispositifs, plusieurs problèmes restent encore ouverts. Les vitesses de propagation observées expérimentalement

sont faibles par rapport à celles prévues par la théorie. Des travaux théoriques sont en cours pour pouvoir expliquer ces différences. Pour augmenter ces vitesses, différents paramètres peuvent être manipulés et optimisés : i) l'aimantation à saturation  $M_s$ , qui doit être faible ; ii) la polarisation des porteurs, qui doit être la plus importante possible (on pourrait envisager l'utilisation de systèmes tels que des demi-métaux) ; iii) la forme des parois. Les travaux théoriques de Thiaville [6] ont montré que dans des bandes étroites, les parois transverses se déforment par la formation de vortex et antivortex, ce qui conduit à un effondrement de la propagation. Les mesures de Klaui *et al.* [7] ont d'ailleurs montré que suite à l'application de plusieurs impulsions de courant, les parois initialement en vortex, présentes dans des bandes de permalloy plus larges, se transforment en parois transverses et éventuellement ralentissent leur progression.

Pour une meilleure compréhension théorique et expérimentale du retournement par courant polarisé, il est crucial de pouvoir observer directement et au cours du temps la déformation de la paroi. Les études décrites dans la littérature visualisent le déplacement de la paroi en mode statique, une fois qu'elles se sont déplacées après l'application d'une impulsion de courant. Notre objectif est au contraire d'observer une paroi de domaine pendant son déplacement et en décrire de façon précise sa déformation en fonction du temps et de sa vitesse.

Les techniques de microscopie résolues en temps que nous utilisons au laboratoire (la microscopie Kerr) ou aux centres de rayonnement synchrotron (microscopie PEEM) devraient être particulièrement adaptées à ces études.

Les observations du déplacement des parois et leurs déformations éventuelles nécessiteront une résolution spatiale élevée. Elles seront effectuées avec notre microscope PEEM. Dans un premier temps, la paroi sera confinée entre deux positions dans la microstructure, correspondantes soit à des nanoconstrictions soit à des coudes dans la couche magnétique. Le déplacement entre une position et l'autre se fera par des impulsions de courant de quelques nanosecondes de durée et de signes opposés. On pourra ensuite envisager d'utiliser les interactions entre parois magnétiques que nous avons trouvées pour les jonctions tunnel. Les champs de fuite générés par des parois dans la couche de cobalt pourraient être utilisés pour bloquer une paroi dans la couche de permalloy dans deux positions correspondantes aux parois dans le Co.

Le dispositif permettra d'appliquer des impulsions de champ, avec une microbobine, ainsi que des impulsions de courant. L'intégration de contacts électriques aux alimentations de courants pulsés est en cours.

Avant l'installation sur le PEEM, les échantillons seront caractérisés par effet Kerr au laboratoire. En focalisant la largeur de faisceau laser à des dimensions latérales de l'ordre de 200 nm, nous sommes en mesure de visualiser une paroi de domaine dans une bande étroite, de suivre son mouvement le long de la bande, et d'en déduire les vitesses de propagation en fonction de l'amplitude du courant. L'une des conditions nécessaires pour le succès des mesures synchrotron en mode pompe-sonde est que les phénomènes de propagation soient reproductibles. Ceci est l'un des points qu'on devra aborder au préalable par des mesures Kerr dynamiques.

Cette étude sera menée en collaboration avec l'équipe de CNRS-Thales (V. Cros) qui est fortement impliquée dans ce sujet et qui élaborera les échantillons. Ceux-ci seront des microstructures de permalloy dans lesquelles des nano-constrictions ou des coudes

constitueront les centres de piégeage pour la paroi.

### 5.3 Conclusions

Mon activité de recherche pour les prochaines années sera donc centrée sur la dynamique de l'aimantation de systèmes F/AF et de parois dans des couches minces continues et des microstructures magnétiques. La dynamique, provoquée par l'application d'impulsions de champs magnétiques ou par des impulsions de courant, sera étudiée par les techniques originales que nous avons développées au laboratoire Louis Néel et aux centres de rayonnement synchrotron.

## Bibliographie

- [1] M. Baibich et al., Phys.Rev.Lett **61**, 2472 (1988).
- [2] J. Moodera, L. Kinder, T. Wong, and R. Meservey, Phys. Rev. Lett. **74**, 3273 (1995).
- [3] E. Myers, D. Ralph, J. Katine, R. Louie, and R. Buhrman, Science **285**, 867 (1999).
- [4] J. Noguès and I. K. Schuller, J. Magn. Magn. Mat. **192**, 203 (1999).
- [5] <http://neasia.nikkeibp.com/neasiaarchivedetail/001097>
- [6] A. Thiaville, Y. Nakatani, J. Miltat, and Y. Suzuki, Europhys. Lett. **69** (6), 990 (2005).
- [7] M. Kläüi et al., Phys. Rev. Lett. **95**, 026601 (2005).
- [8] V. Baltz, J. Sort, S. Landis, B. Rodmacq, and B. Dieny, Phys. Rev. Lett. **94**, 117201 (2005).
- [9] J. Stöhr, J. Magn. Magn. Mater. **200**, 470 (1999).
- [10] M. Sacchi and J. Vogel, *Magnetism and Synchrotron Radiation, Lecture Notes in Physics, vol. 565, pag. 87*, Springer Verlag, Berlin, 2001.
- [11] H. Wende, Rep. Prog. Phys. **67**, 2105 (2004).
- [12] W. Kuch, Phys. Scr. **T109**, 89 (2004).
- [13] C. Schneider and G. Schönhense, Rep. Prog. Phys. **65**, 1785 (2002).
- [14] Y. Wu and J. Stöhr, Phys. Rev. Lett. **69**, 2307 (1992).
- [15] B. Thole, P. Carra, F. Sette, and G. van der Laan, Phys. Rev. Lett. **68**, 1943 (1992).
- [16] P. Carra, B. Thole, M. Altarelli, and X. Wang, Phys. Rev. Lett. **70**, 694 (1993).
- [17] M.Hikam, PhD thesis, Université de Nancy, France, 1993.
- [18] S. Stähler, G. Schütz, and H. Ebert, Phys. Rev. B **47**, 818 (1993).
- [19] C. Brouder, M. Alouani, and K. Benneman, Phys. Rev. B **54**, 7334 (1996).
- [20] G. Guo, J. Phys.:Condens. Matter **8**, L747 (1996).
- [21] S. Pizzini et al., Phys. Rev. B **50**, 3779 (1994).
- [22] H. Tolentino, F. Baudelet, E. Dartyge, A. Fontaine, and G. Tourillon, Nucl. Instrum. methods. **A289**, 307 (1990).



- [23] F. Baudelet et al., *Magnetic Multilayers*, chapter X-Ray Magnetic Dichroism, pages 227–276, World Scientific, 1994.
- [24] P. Elleaume, Nucl. Instrum. Methods **A291**, 371 (1990).
- [25] K. Hirano, K. Izumi, T. Ishikawa, S. Annaka, and S. Kikuta, Jpn. J. Appl. Phys. **30**, L407 (1991).
- [26] V. Dmitrienko and V. Belyakov, Sov. Tech. Phys. Lett. **6**, 621 (1980).
- [27] A. Authier, Bull. Soc. Fr. Mineral. Cristallogr. **84**, 51 (1961).
- [28] C. Giles et al., J. Appl. Cryst. **27**, 232 (1994).
- [29] C. Giles et al., Rev. Sci. Instrum. **66**, 1549 (1995).
- [30] C. Chen et al., Phys. Rev. B **48**, 642 (1993).
- [31] S. Pizzini et al., J. Mag. Mag. Mat. **166**, 38 (1997).
- [32] L. Varga et al., J. Synchrotron Rad. **6**, 1125 (1999).
- [33] M. Hagelstein, A. S. Miguel, A. Fontaine, and J. Goulon, J. Phys. IV **C2**, 303 (1997).
- [34] S. Pizzini et al., J. Synchrotron Rad. **5**, 1298 (1998).
- [35] S. Pizzini, J. Vogel, M. Bonfim, and A. Fontaine, *Spin Dynamics in Confined Magnetic Structures II*, chapter Time-Resolved X-Ray Magnetic Circular Dichroism - A Selective Probe of Magnetization Dynamics on Nanosecond Timescales, pages 155–184, Springer, 2003.
- [36] K. Mackay, M. Bonfim, D. Givord, and A. Fontaine, J. Appl. Phys. **87**, 1996 (2000).
- [37] S. Parkin, N. More, and K. Roche, Phys. Rev. Lett. **66**, 2152 (1991).
- [38] S. Parkin, Phys. Rev. Lett. **67**, 3598 (1991).
- [39] P. Bruno and C. Chappert, Phys. Rev. Lett. **67**, 1602 (1991).
- [40] P. Bruno and C. Chappert, Phys. Rev. B **54**, 261 (1992).
- [41] D. Mosca et al., J. Mag. Mag. Mat. **94**, 1 (1991).
- [42] F. Petroff et al., Phys. Rev. B **44**, 5355 (1991).
- [43] S. Pizzini et al., Phys. Rev. B, Rapid Comm. **46**, 1253 (1992).
- [44] S. Pizzini et al., Phys. Rev. B **47**, 8754 (1993).
- [45] B. Heinrich et al., Phys. Rev. Lett. **64**, 673 (1990).
- [46] P. Bruno, J. Mag. Mag. Mat. **116**, L13 (1992).
- [47] J. Ortega and F. Himpsel, Phys. Rev. Lett. **69**, 844 (1992).
- [48] J. Ortega, F. Himpsel, G. Mankey, and R. Willis, Phys. Rev. B **47**, 1540 (1993).

- [49] N. Brookes, Y. Chang, and P. Johnson, *Phys. Rev. Lett.* **67**, 354 (1991).
- [50] C. Carbone, E. Vescovo, O. Rader, W. Gudat, and W. Eberhardt, *Phys. Rev. Lett.* **71**, 2805 (1993).
- [51] K. Garrison, Y. Chang, and P. Johnson, *Phys. Rev. Lett.* **71**, 2801 (1993).
- [52] S. Pizzini et al., *Phys. Rev. Lett.* **74**, 1470 (1995).
- [53] F. Baudelet, PhD thesis, Universit Paris-Sud, Orsay, 1991.
- [54] M. Samant et al., *Phys. Rev. Lett.* **72**, 1112 (1994).
- [55] D. Weller et al., *Phys. Rev. Lett.* **75**, 3752 (1995).
- [56] B. Hillebrands and K. Ounadjela, editors, *Spin Dynamics in Confined Magnetic Structures I*, Springer, 2002.
- [57] B. Hillebrands and K. Ounadjela, editors, *Spin Dynamics in Confined Magnetic Structures II*, Springer, 2003.
- [58] J. Miltat, G. Albuquerque, and A. Thiaville, *Spin Dynamics in Confined Magnetic Structures I*, chapter An Introduction to Micromagnetics in the Dynamic Regime, pages 1–33, Springer, 2002.
- [59] C. Back et al., *Science* **285**, 864 (1999).
- [60] H. Schumacher et al., *Phys. Rev. Lett.* **90**, 017201 (2003).
- [61] B. Dieny, *J. Magn. Magn. Mater.* **136**, 335 (1994).
- [62] Y. Ohno et al., *Nature* **402**, 790 (1999).
- [63] L. Néel, *C.R. Hebd. Séances Acad. Sci.* **255**, 1676 (1962).
- [64] M. Bonfim et al., *Phys. Rev. Lett.* **86**, 3646 (2001).
- [65] J. Vogel et al., *Appl. Phys. Lett.* **82**, 2299 (2003).
- [66] A. Encinas et al., *J. Mag. Mag. Mat.* **198-199**, 15 (1999).
- [67] M. Sussiau, F. N. V. Dau, P. Galtier, A. Encinas, and A. Schuhl, *J. Mag. Mag. Mat.* **165**, 1 (1996).
- [68] J. Ferré, *Spin Dynamics in confined Magnetic Structures I*, chapter Dynamics of Magnetization Reversal: From Continuous to Patterned Ferromagnetic Films, pages 127–165, Springer, Berlin, 2002.
- [69] P. Bruno et al., *J. Appl. Phys.* **68**, 5759 (1990).
- [70] Y. Pennec, *Dynamique de l'aimantation : d'un film simple aux systèmes couplés*, PhD thesis, Université Joseph Fourier (Grenoble), 2003.
- [71] B. Raquet, R. Mamy, and J. Ousset, *J. Mag. Mag. Mat.* **165**, 492 (1997).
- [72] J. Camarero et al., *Phys. Rev. B* **64**, 172402 (2001).

- [73] E. Fatuzzo, Phys. Rev. **127**, 1999 (1962).
- [74] M. Labrune, S. Andrieu, F. Rio, and P. Bernstein, J. Magn. Magn. Mat. **80**, 211 (1989).
- [75] K. Fukumoto et al., J. Mag. Mag. Mat. **293**, 863 (2005).
- [76] Y. Pennec et al., Phys. Rev. B **69**, 180402 (2004).
- [77] J. Toussaint, A. Marty, N. Vukadinovic, J. B. Youssef, and M. Labrune, Comput. Mater. Sci. **24**, 175 (2002).
- [78] J. Vogel et al., Appl. Phys. Lett. **82**, 2299 (2003).
- [79] J. Vogel et al., J. Appl. Phys. **95**, 6533 (2004).
- [80] J. Vogel et al., Phys. Rev. B **71**, 060404(R) (2005).
- [81] J. Camarero et al., Phys. Rev. B **67**, 020413(R) (2003).
- [82] J. Camarero et al., Phys.Rev.Lett. **91**, 027201 (2003).
- [83] J. Moritz et al., J. Appl. Phys. **91**, 7314 (2002).
- [84] S. Landis, B. Rodmacq, and B. Dieny, Phys. Rev. B **62**, 12271 (2000).
- [85] V. Baltz, *Effets de taille finie sur les couplages magnétostatiques et l'anisotropie d'échange dans le domaine de l'enregistrement magnétique*, PhD thesis, Université Joseph Fourier, Grenoble, 2005.
- [86] W. H. Meiklejohn and C. P. Bean, Phys. Rev. **102**, 1413 (1956).
- [87] M. D. Stiles and R. D. McMichael, Phys. Rev. B **59**, 3722 (1999).
- [88] T. Mewes and R. Stamps, Appl. Phys. Lett. **84**, 3840 (2004).
- [89] J. McCord, R. Mattheis, and D. Elefant, Phys. Rev. B **70**, 094420 (2004).
- [90] H. Ohldag et al., Phys. Rev. Lett. **91**, 017203 (2003).
- [91] A. E. Berkowitz and K. Takano, J. Magn. Magn. Mat. **200**, 552 (1999).
- [92] R. L. Stamps, J. Phys. D **35**, R247 (2000).
- [93] H. D. Chopra et al., Phys. Rev. B **61**, 15312 (2000).
- [94] J. Yu, A. D. Kent, , and S. S. P. Parkin, J. Appl. Phys. **87**, 5049 (2000).
- [95] W. Kuch et al., Phys. Rev. B **65**, 140408 (2002).
- [96] A. P. Malozemoff, Phys. Rev. B **35**, 3679 (1987).
- [97] F. Nolting et al., Nature **405**, 767 (2000).
- [98] V. I. Nikitenko et al., Phys. Rev. Lett. **84**, 765 (2000).
- [99] R. L. Stamps, Phys. Rev. B **61**, 12174 (2000).

- [100] R. L. Stamps, *J. Appl. Phys.* **89**, 7101 (2001).
- [101] P. A. A. van der Heijden et al., *Appl. Phys. Lett.* **72**, 492 (1998).
- [102] R. H. Taylor, R. O'Barr, S. Y. Yamamoto, and B. Dieny, *J. Appl. Phys.* **85**, 5036 (1999).
- [103] T. Hughes, K. O'Grady, H. Laidler, and R. W. Chantrell, *J. Magn. Magn. Mat.* **235**, 329 (2001).
- [104] A. Kirilyuk, T. Rasing, H. Jaffres, D. Lacour, and F. Nguyen Van Dau, *J. Appl. Phys.* **81**, 7745 (2002).
- [105] J. McCord, R. Schäfer, R. Mattheis, and K.-U. Barholz, *J. Appl. Phys.* **93**, 5491 (2003).
- [106] M. Gierlings, M. J. Prandolini, H. Fritzsche, M. Gruyters, and D. Riegel, *Phys. Rev. B* **65**, 092407 (2002).
- [107] F. Radu et al., *Phys. Rev. B* **67**, 134409 (2003).
- [108] P. Blomqvist, K. M. Krishnan, and H. Ohldag, *Phys. Rev. Lett.* **94**, 107203 (2005).
- [109] M. R. Fitzsimmons et al., *Phys. Rev. Lett.* **84**, 3986 (2000).
- [110] B. Beckmann, U. Nowak, and K. D. Usadel, *Phys. Rev. Lett.* **91**, 187201 (2003).
- [111] J. Camarero et al., *Phys. Rev. Lett.* **95**, 057204 (2005).
- [112] S. Maat, K. Takano, S. S. P. Parkin, and E. E. Fullerton, *Phys. Rev. Lett.* **87**, 087202 (2001).
- [113] O. Hellwig, S. Maat, J. B. Kortright, and E. E. Fullerton, *Phys. Rev. B* **65**, 144418 (2002).
- [114] B. Kagerer, C. Binek, and W. Kleemann, *J. Magn. Magn. Mat.* **217**, 139 (2000).
- [115] Z. Y. Liu and S. Adenwalla, *J. Appl. Phys.* **94**, 1105 (2003).
- [116] S. M. Zhou, L. Sun, P. C. Searson, and C. L. Chien, *Phys. Rev. B* **69**, 024408 (2004).
- [117] F. Garcia et al., *IEEE Trans. Magn.* **38**, 2730 (2002).
- [118] F. Garcia, F. Fettar, S. Auffret, B. Rodmacq, and B. Dieny, *J. Appl. Phys.* **93**, 8397 (2003).
- [119] F. Garcia, J. Sort, B. Rodmacq, S. Auffret, and B. Dieny, *Appl. Phys. Lett.* **83**, 3537 (2003).
- [120] J. Sort, B. Rodmacq, S. Auffret, and B. Dieny, *Appl. Phys. Lett.* **83**, 1800 (2003).
- [121] J. Sort et al., *Appl. Phys. Lett.* **84**, 3696 (2004).
- [122] J. Sort, V. Baltz, F. Garcia, B. Rodmaq, and B. Dieny, *Phys. Rev. B* **71**, 054411 (2005).
- [123] S. van Dijken, J. Moritz, and J. M. D. Coey, *J. Appl. Phys.* **97**, 063907 (2005).
- [124] M. Bauer et al., *Phys. Rev. Lett.* **94**, 207211 (2005).

- [125] R. C. Woodward, A. M. Lance, R. Street, and R. L. Stamps, *J. Appl. Phys.* **93**, 6567 (2003).
- [126] F. Romanens et al., *Eur. Phys. J. B* **45**, 185 (2005).
- [127] F. Romanens et al., *Phys. Rev. B* **72**, 1 (2005).
- [128] J. Pommier et al., *Phys. Rev. Lett.* **65**, 2054 (1990).
- [129] A. Lyberatos and J. Ferré, *J. Phys. D* **33**, 1060 (2000).
- [130] C. Thirion, W. Werndorsfer, and D. Maily, *Nature Mater.* **2**, 524 (2003).
- [131] J. Vogel et al., *Phys. Rev. B Rapid Comm.* **72**, 220402(R) (2005).
- [132] H. Ohldag et al., *Phys. Rev. B* **87**, 7201 (2001).
- [133] J. Grollier et al., *Appl. Phys. Lett.* **83**, 509 (2003).
- [134] J. F. Gregg et al., *Phys. Rev. Lett.* **77**, 1580 (1996).
- [135] P. M. Levy and S. Zhang, *Phys. Rev. Lett.* **79**, 5110 (1997).
- [136] U. Ebels, L. Buda, K. Ounadjela, and P. E. Wigen, *Phys. Rev. B* **63**, 174437 (2001).
- [137] A. Yamaguchi et al., *Phys. Rev. Lett.* **92**, 077205 (2004).