



HAL
open science

**Imagerie Magnéto-optique du retournement de
l'aimantation dans des couches minces de La_{0,7} Sr_{0,3}
MnO₃**

Mohammed Saib

► **To cite this version:**

Mohammed Saib. Imagerie Magnéto-optique du retournement de l'aimantation dans des couches minces de La_{0,7} Sr_{0,3} MnO₃. Electronique. Université de Caen, 2007. Français. NNT: . tel-00179291

HAL Id: tel-00179291

<https://theses.hal.science/tel-00179291>

Submitted on 15 Oct 2007

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.



UNIVERSITE de CAEN / BASSE – NORMANDIE

U.F.R. : SCIENCES CAEN

ECOLE DOCTORALE : SIMEM

THESE

Présentée par

Mr. SAIB MOHAMED

Le 13 juillet 2007

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITE de CAEN / BASSE – NORMANDIE

Spécialité : ELECTRONIQUE ET MICROELECTRONIQUE

(Arrêté du 7 Août 2006)

Titre :

IMAGERIE MAGNETO-OPTIQUE DU RETOURNEMENT

DE L'AIMANTATION DANS DES COUCHES MINCES

DE $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$

MEMBRES du JURY

Mr **Niels Keller**, Chargé de Recherche (HDR), à l'Université de Versailles (Rapporteur)

Mr **Philippe Lecoœur**, Professeur des Universités à l'Université Paris Sud (Rapporteur)

Mr **Yves Souche**, Ingénieur de Recherche (HDR), Institut Louis Néel de Grenoble

Mr **Jérôme Wolfman**, Chargé de Recherche à l'Université de Tours

Mr **Pierre Bernstein**, Professeur des Universités à l'Université de Caen

Mme **Méchin Laurence**, Chargé de Recherche (HDR) à l'Université de Caen

Mr **Daniel Bloyet**, Professeur des Universités à l'Université de Caen.

Mr **Stéphane Flament**, Professeur des Universités à l'Université de Caen (Directeur de thèse)



UNIVERSITE de CAEN / BASSE – NORMANDIE

U.F.R. : SCIENCES CAEN

ECOLE DOCTORALE : SIMEM

THESE

Présentée par

Mr. SAIB MOHAMED

Le 13 juillet 2007

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITE de CAEN / BASSE – NORMANDIE

Spécialité : ELECTRONIQUE ET MICROELECTRONIQUE

(Arrêté du 7 Août 2006)

Titre :

IMAGERIE MAGNETO-OPTIQUE DU RETOURNEMENT

DE L'AIMANTATION DANS DES COUCHES MINCES

DE $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$

MEMBRES du JURY

Mr **Niels Keller**, Chargé de Recherche (HDR), à l'Université de Versailles (Rapporteur)

Mr **Philippe Lecoœur**, Professeur des Universités à l'Université Paris Sud (Rapporteur)

Mr **Yves Souche**, Ingénieur de Recherche (HDR), Institut Louis Néel de Grenoble

Mr **Jérôme Wolfman**, Chargé de Recherche à l'Université de Tours

Mr **Pierre Bernstein**, Professeur des Universités à l'Université de Caen

Mme **Méchin Laurence**, Chargé de Recherche (HDR) à l'Université de Caen

Mr **Daniel Bloyet**, Professeur des Universités à l'Université de Caen.

Mr **Stéphane Flament**, Professeur des Universités à l'Université de Caen (Directeur de thèse)

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Niels KELLER et Philippe LECOEUR pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ma thèse. Un grand merci pour les remarques et les conseils qui m'ont permis d'améliorer nettement la qualité de mon manuscrit. Je suis très reconnaissante aux examinateurs : Yves SOUCHE, Jérôme WOLFMAN et Pierre BERNSTEIN.

Je remercie ceux qui m'ont accueilli à l'équipe Electronique du laboratoire GREYC de Caen. Je veux commencer par témoigner toute ma gratitude à Stéphane FLAMENT et Daniel BLOYET qui m'ont proposés le thème de recherche et qui ont dirigé cette thèse ainsi qu'à Laurence MECHIN qui m'a encadrée au jour le jour pendant ces années de thèse. Leur enthousiasme et leur dynamisme ont pour beaucoup contribué à faire de mon initiation à la recherche une expérience inédite.

Cette thèse n'aurait tout simplement pas pu avoir lieu si un certain nombre de personnes n'avaient, un jour ou un autre, donné un coup de pouce sans même se douter combien leur rôle aura pu m'être précieux. Merci à Bruno GUILLET, Sébastien SAEZ, Didier ROBBES, Jean-marc ROUTOURE et Régis CARIN pour leurs conseils concernant mes enseignements. Je souhaite à présent mentionner les gens qui, bien que n'ayant pas directement participé à l'avancement de ma thèse, ont contribué à mon épanouissement scientifique et personnel au sein du laboratoire GREYC : *Gwenal Le Dem, Ahmed Qasimi, Lehui Ding, Wei Guo, Bogdan Cretu, Yves Monfort, Pierre Langlois, Marc Lam, Mohamed Belmeguenai, Chantal Gunther, Sylvain Lebargy, Christophe Dolabdjian, Christian Dubuc, Laurette chardon, Gilles Allègre, Nicole Delamotte, Agnès Zannier, Nathalie Lavenier, Veronique Rocher, Malek Boukhanoufa, Amel Boutaghou, Hamitouche Linda, Larbi Boubchir, Malik Sekher.*

Table des matières

Introduction générale	6	
CHAPITRE I		
Micromagnétisme : État de l'art		
1	Introduction	9
2	Etat magnétique de la matière	10
2.1	Diamagnétisme	11
2.2	Paramagnétisme	12
2.3	Ferromagnétisme	13
2.4	Antiferromagnétisme	14
2.5	Ferrimagnétisme	15
3	Axes cristallins et plans cristallins	15
4	Energie et équilibre thermodynamique	16
4.1	Anisotropie magnétique d'origine cristalline	17
4.1.1	Anisotropie magnétocristalline	17
4.1.2	Anisotropie magnétoélastique	20
4.1.3	Anisotropie de surface	21
4.1.4	Anisotropie résultante	22
4.2	Energie d'échange	22
4.3	Energie Zeeman	22
4.4	Anisotropie de forme ou magnétostatique	23
5	Equilibre thermodynamique – Domaines magnétiques	24
5.1	Parois de domaines	26
5.2	Modèle de retournement de l'aimantation	27
5.2.1	Retournement uniforme	27
5.2.2	Retournement non uniforme (multi domaines)	35
6	Techniques de caractérisation de l'aimantation	42
6.1	Microscopie SSM	42
6.2	« Imagerie Bitter pattern » ou décoration magnétique	44
6.3	Microscopie SEMPA	45
6.4	Microscopie a balayage Lorentz	48

6.5	Microscopie à sonde de Hall (SHPM)	51
6.6	Holographie Electronique	54
6.7	Microscopie Magnéto-optique	57
6.7.1	Banc d'imagerie Faraday	57
6.7.2	Banc d'imagerie Kerr	59
6.8	Dichroïsme Circulaire Magnétique de Rayons X (XMCD)	62
6.9	Microscopie à force magnétique (MFM)	63
7	Choix du banc d'imagerie	65

CHAPITRE II

Imagerie Kerr Magnéto-Optique

1	Introduction	70
2	Etat de polarisation de la lumière	70
2.1	Définition de la polarisation	70
2.2	Etats de polarisation d'une onde électromagnétique	71
2.3	Polarisation elliptique	72
2.4	Polarisation circulaire	72
2.5	Polarisation linéaire	73
3	L'effet Kerr Magneto- Optique (MO)	74
3.1	Origine des effets magnéto-optiques	74
3.2	Effets Kerr MO polaire, longitudinal et transverse	76
3.3	Coefficients de réflexion à la surface d'un milieu magnétique	78
3.4	Séparation vectorielle des effets Kerr	80
3.4.1	Par modulation de polarisation	80
3.4.2	Sans modulation de polarisation	82
3.5	Imagerie Kerr vectorielle	83
3.5.1	Microscope Kerr	83
3.5.2	Banc de mesure développé au GREYC	83
4	Caractéristiques du banc expérimental d'imagerie MO	88
4.1	La source lumineuse	89
4.2	Le polariseur et Analyseur	90
4.3	L'objectif	90
4.4	La mise au point	91
4.5	La caméra CCD utilisée et le logiciel d'exploitation HiPic	92

4.5.1	Les propriétés de la caméra CCD	92
4.5.2	Le courant d'obscurité	93
4.5.3	Le temps total d'acquisition d'une image	94
4.5.4	Instabilité du gain de la caméra	95
4.5.5	Le logiciel HiPic 5.02	96
4.6	Bobine de champ magnétique	97
5	Protocoles de mesure et d'imagerie	97
5.1	Incidence de la lumière à 45°	98
5.2	Incidence normale	99
6	Limitations du banc de mesure	100
6.1	Résolution spatiale	100
6.2	Effets des fluctuations thermiques	101
6.3	Bruit de fond du système et sensibilité de la mesure	102
7	Conclusion	104

CHAPITRE III

Résultats expérimentaux

1	Introduction	106
2	Résumé des propriétés structurales, électriques et magnétiques du La _{0,7} Sr _{0,3} MO ₃ (LSMO)	107
2.1	Structure pérovskite	107
2.2	Facteur de tolérance	108
2.3	Structure électronique	109
2.4	Les interactions d'échange et le mécanisme de conduction	110
2.5	Propriétés magnéto-optiques (MO) du LSMO	112
2.6	Domaines magnétiques dans LSMO (cas de l'aimantation planaire)	114
3	Bibliographie de l'anisotropie magnétique dans LSMO	116
3.1	Contraintes structurales liées aux désaccords de maille entre film et substrat	116
3.2	LSMO sur LSAT	119
3.3	LSMO sur STO	120
3.3.1	SrTiO ₃ (001)	120
3.3.2	Substrat vicinal SrTiO ₃ (001)	122
4	Résultats expérimentaux	125

4.1	Liste des échantillons testés	125
4.2	Effet des contraintes : exemple de la couche LSMO /(LaAlO ₃) _{0,3} (Sr ₂ AlTaO ₆) _{0,7} , noté LSAT (001) – FEX044	126
4.2.1	Propriétés structurales et magnétiques	126
4.2.2	Retournement d'aimantation	130
4.3	Effet du facteur de forme et des défauts dans LSMO sur STO (001) – AL2643 et AL2644	133
4.3.1	Propriétés structurales et magnétiques des couches	133
4.3.2	Effet du facteur de forme d'une série de motifs rectangulaires sur le champ coercitif	134
4.3.3	Effet des défauts sur le mode de retournement de l'aimantation	138
4.4	Effet des substrats vicinaux sur l'anisotropie magnétique dans LSMO	141
4.4.1	Propriétés structurales, magnétiques et de surface des films	142
4.4.2	LSMO sur STO (001) (échantillon témoin)	144
4.4.3	LSMO sur STO vicinal (10°)	147
4.4.4	LSMO sur STO vicinal (2°)	153
4.4.5	LSMO sur STO vicinal (6°)	155
4.4.6	Discussion	157
5	Conclusion	160
	Conclusion générale	162
	Bibliographie	165

Introduction générale

Cette thèse s'est déroulée au sein de l'équipe Electronique du GREYC dont les compétences et centre d'intérêt se situent au niveau de l'instrumentation à faible niveau de bruit et le développement de capteurs. Les capteurs étudiés sont de type bolomètre et magnétomètre. Ils sont réalisés à partir de matériaux innovants de type supraconducteurs, manganites, GMI (Giant Magnetic Inductance)... L'équipe maîtrise le dépôt d'oxydes en couches minces par ablation par laser pulsé et dispose des équipements de micro-technologies lui permettant de réaliser des dispositifs de taille micrométrique.

Ma thèse s'inscrit dans un projet de recherche vaste visant au développement de capteurs à base de couches minces d'oxyde magnétique $\text{La}_{2/3}\text{Sr}_{1/3}\text{MnO}_3$ (LSMO), dont la température de Curie se situe autour de 370K. Cet oxyde présente d'une part des propriétés de transport qui dépendent fortement de sa microstructure et d'autre part une anisotropie magnétique. Si l'on parvient à contrôler localement cette anisotropie, on peut alors envisager de contrôler certaines propriétés magnétiques locales (champ coercitif, cycle d'hystérésis, magnétorésistance..) pour ensuite concevoir des capteurs magnétiques originaux. Parmi les paramètres agissant sur l'anisotropie magnétique, nous avons notamment étudié les contraintes, imposées au film mince par la différence de paramètres de mailles entre le film et le substrat, et le facteur de forme de géométries gravées dans la couche mince.

Mon travail de thèse a consisté à développer un banc d'imagerie magnéto-optique Kerr dédié à l'analyse du processus de retournement de l'aimantation au sein de motifs simples gravés dans des couches minces de LSMO.

Ce mémoire est organisé de la manière suivante :

Le premier chapitre débute par des rappels de magnétisme utiles pour la compréhension du processus de retournement de l'aimantation. Vient ensuite une revue des différentes techniques expérimentales d'imagerie magnétique. Pour chaque technique, le principe physique utilisé est expliqué, des exemples d'images magnétiques obtenues sont fournies et les avantages et inconvénients de la technique sont précisés. Le chapitre se termine par une comparaison synthétique des différentes techniques (résolution spatiale, sensibilité au champ magnétique, coût de réalisation du banc, temps d'acquisition, grandeur magnétique sondée) pour finalement justifier le choix de l'imagerie magnéto-optique Kerr pour notre étude.

Le second chapitre est consacré à l'effet Kerr magnéto-optique. Différentes techniques permettant d'accéder à la mesure des composantes vectorielles de l'aimantation par voie magnéto-optique sont présentées. Nous insistons en particulier sur la méthode que nous avons développée qui est adaptée à une imagerie vectorielle des domaines magnétiques et pas seulement à une mesure globale d'aimantation vectorielle. Le chapitre est complété par une présentation du banc de mesure puis du protocole expérimental.

L'application de ce banc d'imagerie magnéto-optique Kerr à l'étude du processus de retournement de l'aimantation, dans des couches minces $\text{La}_{0,67}\text{Sr}_{0,33}\text{MnO}_3$, déposées sur différents substrats, est l'objet du troisième chapitre. Nous avons en particulier étudié le retournement au sein de motifs de diverses formes. Les substrats utilisés ont été :

- le substrat $(\text{LaAlO}_3)_{0,3}(\text{Sr}_2\text{AlTaO}_6)_{0,7}$, qui impose une compression uniaxiale sur la couche mince $\text{La}_{0,67}\text{Sr}_{0,33}\text{MnO}_3$ et par conséquent risque de modifier les propriétés magnétiques du film.
- le substrat SrTiO_3 (STO), qui a principalement permis d'étudier l'effet de l'anisotropie de forme sur les cycles d'hystérésis magnétiques dans des couches d'épaisseur variable.
- des substrats vicinaux (STO) avec différents angles de vicinalité. L'étude a porté ici sur la capacité de piégeage de la direction d'aimantation par les marches du substrat vicinal et ce en fonction de la direction du champ appliqué et en fonction de la forme et de la direction principale des motifs vis-à-vis de la direction des marches.

Chapitre I

Micromagnétisme : État de l'art

Sommaire

1	Introduction.....	9
2	Etat magnétique de la matière	10
2.1	Diamagnétisme	11
2.2	Paramagnétisme.....	12
2.3	Ferromagnétisme	13
2.4	Antiferromagnétisme	14
2.5	Ferrimagnétisme	15
3	Axes cristallins et plans cristallins	15
4	Energie et équilibre thermodynamique.....	16
4.1	Anisotropie magnétique d'origine cristalline.....	17
4.1.1	<i>Anisotropie magnétocristalline</i>	17
4.1.2	<i>Anisotropie magnétoélastique</i>	20
4.1.3	<i>Anisotropie de surface</i>	21
4.1.4	<i>Anisotropie résultante</i>	22
4.2	Energie d'échange	22
4.3	Energie Zeeman	22
4.4	Anisotropie de forme ou magnétostatique	23
5	Equilibre thermodynamique – Domaines magnétiques	24
5.1	Parois de domaines	26
5.2	Modèle de retournement de l'aimantation.....	27
5.2.1	<i>Retournement uniforme</i>	27
5.2.2	<i>Retournement non uniforme (multi domaines)</i>	35
6	Techniques de caractérisation de l'aimantation.....	42
6.1	Microscopie SSM	42
6.2	« Imagerie Bitter pattern » ou décoration magnétique.....	44
6.3	Microscopie SEMPA	45
6.4	Microscopie a balayage Lorentz	48
6.5	Microscopie à sonde de Hall (SHPM)	51
6.6	Holographie Electronique	54
6.7	Microscopie Magnéto-optique	57
6.7.1	<i>Banc d'imagerie Faraday</i> :	57
6.7.2	<i>Banc d'imagerie Kerr</i>	59
6.8	Dichroïsme Circulaire Magnétique de Rayons X (XMCD).....	62
6.9	Microscopie à force magnétique (MFM)	63
7	Choix du banc d'imagerie.....	65

1 Introduction

La première mention du phénomène du magnétisme remonte à la découverte de la *Pierre d'aimant* « Fe_3O_4 », citée par Guanzhong, un écrivain chinois décédé en 645 avant notre ère. Cependant, il a fallu attendre le 19^{ème} siècle pour qu'une approche cartésienne des phénomènes physiques et du magnétisme en particulier connaisse le jour. Cette voie de recherche permettra un développement beaucoup plus rapide des concepts. De plus, des progrès spectaculaires des techniques expérimentales ont été d'une grande utilité aux chercheurs pour enrichir les bases théoriques des propriétés magnétiques de la matière.

Les percées technologiques dans les méthodes d'élaboration des couches minces ont rendu possible la fulgurante émergence de dispositifs à partir des années 60. Cela a bouleversé la physique fondamentale en révélant de nouvelles propriétés magnétiques spécifiques à ce type de structures : par exemple l'apparition d'un terme d'anisotropie lié à la symétrie de la surface ou le couplage entre des couches magnétiques séparées par une couche métallique non magnétique. Grâce aux nouvelles techniques de micro et nano fabrication, permettant la réduction en tailles des dimensions latérales, l'étude de ces matériaux a subi un nouvel essor depuis le milieu des années 1990. Cet essor a été notamment favorisé par le transfert réussi des techniques d'élaboration des dispositifs semiconducteurs de basse dimensionnalité vers les systèmes magnétiques. On assiste à une course effrénée à la miniaturisation des composants électroniques, telles les mémoires magnétiques à haute densité, de la part des industriels [OEP99, RIC99, SUN00].

Nous nous limiterons dans ce chapitre aux notions nécessaires à la compréhension de ce travail de thèse. Nous allons, dans la première partie, présenter un très bref rappel historique de l'évolution des connaissances sur le magnétisme et suivre par la définition des différents comportements magnétiques de la matière: dia-, para-, ferro-, antiferro- et ferrimagnétiques.

Nous définirons ensuite l'ensemble des anisotropies magnétiques existant dans les couches minces (magnétostatique, magnétoélastique, d'échange, magnétocristalline et de surface) et qui agissent sur l'aimantation propre de l'échantillon. Nous aborderons ensuite les notions de domaines magnétiques, modes de retournement d'aimantation ainsi que des concepts phénoménologiques tel que les cycles d'hystérésis et le champ coercitif.

Ce chapitre se poursuivra par un paragraphe consacré aux techniques de mesure d'aimantation parmi les plus connues, dont plusieurs permettent de produire des images magnétiques.

Enfin, une comparaison de ces méthodes sera menée en analysant plusieurs critères : la sensibilité, la résolution spatiale, la flexibilité et la complexité du système. Nous tenterons de mettre en évidence les avantages et inconvénients des différentes méthodes par rapport à nos besoins et nous justifierons notre choix de recourir à l'imagerie par effet Kerr dans le cadre de cette thèse.

2 Etat magnétique de la matière

Lorsqu'un champ magnétique H est appliqué à un matériau, celui-ci agit sur le mouvement des électrons associés aux atomes constituant le matériau et sur le moment magnétique résultant des atomes (dû à l'ensemble du cortège électronique), s'ils en sont pourvus. Suivant le type d'interactions mises en jeu, le comportement macroscopique du matériau, sous l'effet du champ ou de la température, sera notablement différent. Pour les matériaux ne comportant que des atomes non magnétiques, le champ magnétique modifie le mouvement orbital des électrons : le comportement induit est alors qualifié de *diamagnétique*. Pour les matériaux comportant des atomes magnétiques, plusieurs comportements existent. Lorsque les moments magnétiques n'interagissent pas entre eux, le comportement observé est de type *paramagnétique*. Dans le cas où des interactions existent entre les moments magnétiques des atomes, apparaissent des comportements de type *ferromagnétique*, *antiferromagnétique* ou *ferrimagnétique*. La théorie des interactions d'échange proposée par Heisenberg en 1928 constitue le fondement théorique permettant d'expliquer ces comportements. Le matériau est ferromagnétique lorsque le couplage entre moments magnétiques favorise un alignement de ceux-ci. Pour d'autres matériaux comme le Chrome, ou le Manganèse, la configuration la plus stable correspond à des moments antiparallèles. Il n'y a alors plus d'aimantation apparente à grande distance car chaque moment élémentaire est compensé par son voisin ; on parle alors de matériau antiferromagnétique. Le comportement ferrimagnétisme est observé dans les matériaux produisant deux réseaux de moments magnétiques d'aimantation différente et orientés de façon opposée.

Pour les matériaux *diamagnétiques* et *paramagnétiques*, les effets magnétiques sont faibles et la perturbation apportée par le matériau au champ magnétique extérieur est minime. Par contre, les matériaux *ferromagnétiques* modifient fortement la distribution du champ dans lequel ils sont plongés.

Le paramètre permettant la classification des matériaux suivant leur comportement magnétique est la susceptibilité magnétique χ_m , terme sans dimension, définie par :

$$M = \chi_m \cdot H \quad (1.1)$$

où H désigne le champ magnétique appliqué.

L'induction magnétique B , à l'intérieur du matériau, est liée à son aimantation M de la façon suivante :

$$B = \mu_0 (H + M) \quad (1.2)$$

où μ_0 représente la perméabilité magnétique du vide ($\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ H/m).

Nous pouvons ainsi exprimer la perméabilité magnétique relative du matériau définie par :

$$\mu_r = 1 + \chi_m \quad (1.3)$$

La figure 1.1 résume le comportement magnétique des éléments du tableau périodique.

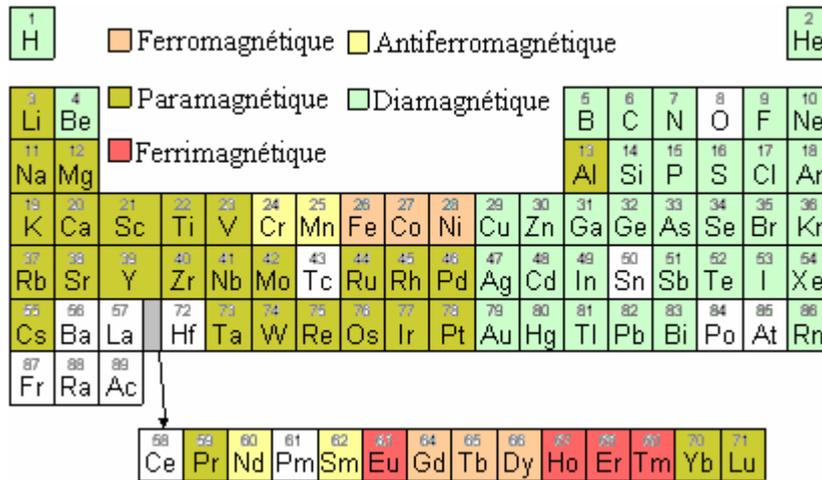


Figure 1.1 : Classification des éléments du tableau périodique suivant leurs comportements magnétiques à la température ambiante [LAC99].

Nous décrivons maintenant les différents états magnétiques de la matière.

2.1 Diamagnétisme

Le diamagnétisme est un phénomène réversible qui caractérise les milieux qui ne sont pas aimantés en l'absence de champ. En présence de champ magnétique, l'aimantation M et le champ H sont de sens inverse à l'intérieur du matériau. Sur le plan microscopique, cette propriété de la matière est directement liée aux moments cinétiques orbitaux des électrons atomiques ou moléculaires*. Dans les matériaux diamagnétiques, les électrons forment autour des atomes des paires de spin opposé, de façon que leur moment magnétique total soit nul. La plupart des substances solides et liquides, la majorité des gaz et des millions de composés organiques sont très faiblement magnétiques à cause du mouvement orbital des électrons. Sous l'effet d'un champ magnétique appliqué H , leurs orbites sont légèrement déformées et leur moment cinétique change. En adoptant un modèle d'orbite circulaire pour les électrons, Langevin a démontré que la susceptibilité d'un diamagnétique, χ_m est négative (Figure 1.2), telle que $-10^{-4} < \chi_m < -10^{-9}$), c'est-à-dire que

* L'existence du moment magnétique atomique est déterminée par le mouvement des électrons autour de l'atome. Dans une représentation où on assimile le mouvement de l'électron autour du noyau atomique à une spire de courant, on associe à ce mouvement un moment cinétique et un moment magnétique orbitaux proportionnels entre eux. Les propriétés quantiques de l'atome font que le moment magnétique orbital est obligatoirement multiple d'une quantité élémentaire, le magnéton de Bohr, donné par :

$$\mu_B = \hbar \cdot e / (2 \cdot m_e) = 9,273 \cdot 10^{-24} \text{ A} \cdot \text{m}^2$$

Où $\hbar = h / (2\pi) = 1,04 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$ désigne la constante de Planck divisée par 2π , $e = 1,619 \cdot 10^{-19} \text{ C}$ désigne la valeur absolue de la charge de l'électron, $m_e = 9,11 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$ désigne la masse de l'électron.

l'intensité de l'aimantation induite dans le corps, par un champ H , sera dans la direction opposée.

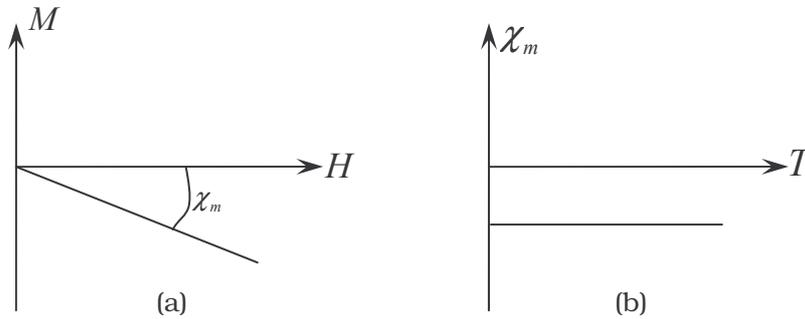


Figure 1.2: (a) Susceptibilité d'un diamagnétique représentée sur la courbe d'aimantation M en fonction du champ magnétique H . (b) Courbe d'évolution de la susceptibilité magnétique en fonction de la température montrant la persistance de l'effet diamagnétique pour toutes les températures [LAC99].

2.2 Paramagnétisme

Comme pour le diamagnétisme, il s'agit d'un phénomène faible et réversible. Mais contrairement à ce dernier, la réponse d'un matériau paramagnétique vise à renforcer l'action du champ H extérieur. Cet effet n'est qu'un processus d'aimantation par passage d'un état désordonné à un état ordonné (Figure 1.3 (a)). C'est un comportement classique des éléments de transition et des terres rares. Sous l'action d'un champ magnétique appliqué au matériau, chaque moment magnétique atomique, de module m_{at} , créé par le cortège électronique en mouvement autour de l'atome, subit un couple qui a tendance à aligner le moment la direction du champ. Dans le même temps, l'agitation thermique désordonne les dipôles. Langevin a calculé l'aimantation macroscopique M d'un paramagnétique en adoptant une statistique de Boltzmann pour exprimer la probabilité d'un électron d'occuper un niveau d'énergie $E = -\mu_0 m_{\text{at}} H$. La susceptibilité paramagnétique $\chi_m = M/H$ ainsi calculée est toujours positive. Elle croît avec le champ magnétique mais décroît avec la température (Figure 1.3 (c)).

Pour $\mu_0 m_{\text{at}} H / k_B T \ll 1$, le modèle conduit à la loi de Curie (Figure 1.3 (b)) :

$$\chi_m = \frac{C}{T} \quad (1.4)$$

où la constante C dépend du matériau. La valeur de la susceptibilité varie souvent entre 10^{-3} et 10^{-5} à la température ambiante. (Dans 1.4, K_B désigne la constante de Boltzmann).

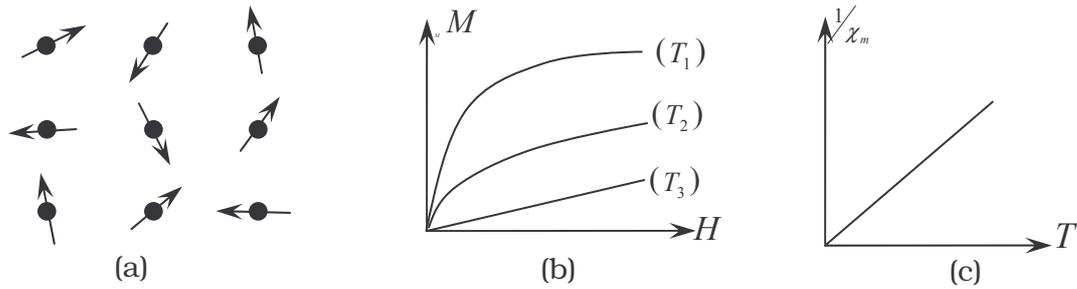


Figure 1.3 : (a) Orientation aléatoire des moments magnétiques en absence de champ magnétique H . (b) Courbe d'aimantation d'un paramagnétique ayant comme paramètre la température T ($T_1 < T_2 < T_3$). (c) Variation linéaire de l'inverse de la susceptibilité d'un corps paramagnétique en fonction de la température [LAC99].

2.3 Ferromagnétisme

On désigne par ferromagnétisme (FM), la propriété qu'ont certains corps de s'aimanter très fortement sous l'effet d'un champ magnétique extérieur et très souvent de garder, par la suite, une aimantation importante même en champ nul (Figure 1.4 (a)). L'existence de cette aimantation spontanée, même en l'absence de champ externe, peut être expliquée par la mise en ordre des moments magnétiques (Figure 1.4 (b)) grâce à des interactions (dites interactions d'échanges) entre moments magnétiques d'atomes voisins. Sous l'effet d'un champ magnétique externe H , ces substances acquièrent une aimantation importante et modifient en conséquence fortement l'induction magnétique. On peut supprimer cette aimantation « permanente » à condition de chauffer ces matériaux à une température suffisamment élevée, dite température de Curie, propre à chaque matériau.

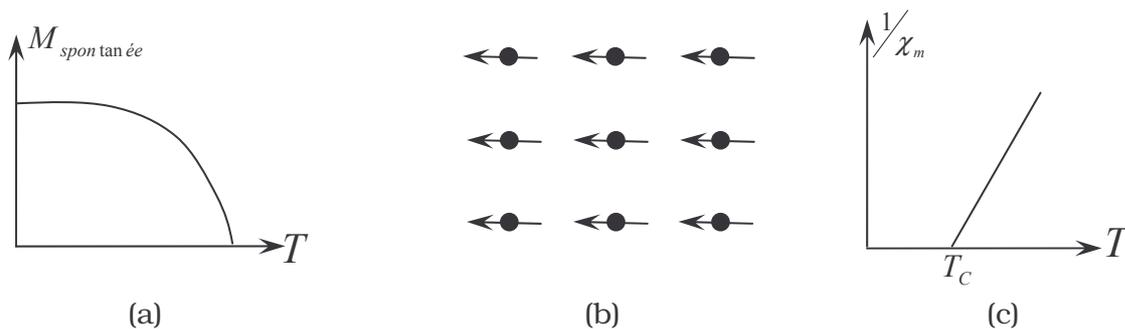


Figure 1.4 : (a) Variation de l'aimantation spontanée M en fonction de la température. (b) Réseaux de spins parallèles d'un ferromagnétique. (c) Variation caractéristique de l'inverse de la susceptibilité $1/\chi_m$ en fonction de la température [LAC99].

La susceptibilité χ_m d'un ferromagnétique suit la loi de Curie-Weiss pour les températures supérieures à la température de Curie T_C (Figure 1.4 (c)) [BRO62] :

$$\chi_m = \frac{C}{(T - T_C)} \quad (1.5)$$

Nous remarquons que la susceptibilité n'est pas infinie à $T = 0$ K comme dans le cas d'un paramagnétique mais elle devient infinie à la température de Curie (T_C).

2.4 Antiferromagnétisme

La structure cristalline d'un antiferromagnétique (AF) conduit à la subdivision des moments magnétiques en deux réseaux de moments magnétiques de direction opposée et d'amplitude identique. La résultante de ces moments à l'échelle du matériau est donc nulle : les moments se compensent. Les interactions d'échange peuvent, en fonction de la distance entre atomes magnétiques proches voisins et en fonction de leur nature, donner lieu à un arrangement antiparallèle des moments magnétiques. On a alors une substance magnétiquement ordonnée qui présente deux sous-réseaux dont les aimantations sont égales et opposées (Figure 1.5 (a)). On parle alors d'antiferromagnétisme colinéaire. Des arrangements plus complexes existent, présentant un état magnétiquement ordonné dont la résultante reste une polarisation spontanée nulle par compensation. Il s'agit alors d'antiferromagnétisme non colinéaire.

Globalement, le matériau antiferromagnétique présente donc une polarisation spontanée nulle, mais une susceptibilité dont l'étude permet d'identifier le passage de l'état ordonné à l'état désordonné à une température T_N dénommée température de Néel, température pour laquelle la susceptibilité est maximale. La dépendance de la susceptibilité avec la température suit la loi de Néel (Figure 1.5 (b)):

$$\chi_m = \frac{C}{(T + T_N)} \quad (1.6)$$

La somme des moments magnétiques des sous-ensembles parallèle et antiparallèle est nulle dans un matériau antiferromagnétique, ce qui n'est pas le cas des matériaux ferromagnétique ou bien ferrimagnétique. La susceptibilité résultante sera très faible, de l'ordre de celle des substances paramagnétiques.

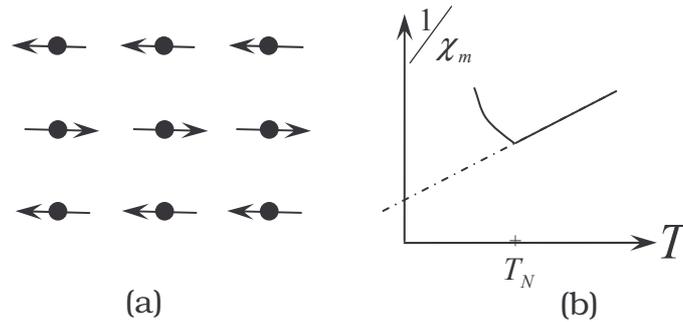


Figure 1.5 : (a) le réseau des moments orbitaux est formé de deux sous réseaux opposés de direction et d'amplitude égale. (b) représentation de $1/\chi_m$ en fonction de la température montrant les deux phases d'aimantation (ordonné et désordonné) [LAC99].

2.5 Ferrimagnétisme

A l'instar des antiferromagnétiques, les ferrimagnétiques présentent différents sous-réseaux dont les aimantations sont antagonistes (Figure 1.6). La grande différence avec le cas précédent est que la compensation n'est pas totale, de sorte que subsiste une aimantation spontanée. Ces matériaux se comportent comme des matériaux ferromagnétiques mais avec des champs nécessaires au basculement d'aimantation (champs coercitifs H_C) très élevés au voisinage du point de compensation et des valeurs de saturation de l'aimantation faibles.

On observe ce comportement pour des substances dont les sous-réseaux sont constitués d'atomes différents ou dont le nombre d'atomes de chaque sous-réseau est différent. Le comportement ferrimagnétique a donné son nom à la grande classe des matériaux ferrites, constitués d'oxydes magnétiques.

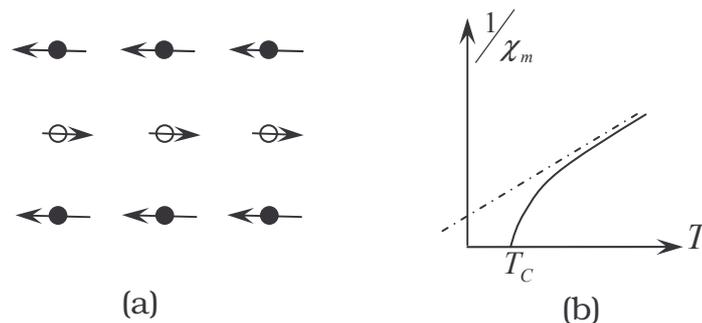


Figure 1.6 : (a) Répartition des moments magnétiques élémentaires d'un ferrimagnétique formé de deux réseaux de moments magnétiques opposés, et d'amplitudes différentes. (b) Dépendance en température de $1/\chi_m$ [LAC99].

3 Axes cristallins et plans cristallins

Dans de nombreux matériaux à l'état solide, les atomes sont empilés d'une manière régulière et périodique dans les trois directions de l'espace. On parle alors de cristaux (ou

d'état cristallin). L'ensemble des points « équivalents » (distants d'une période du réseau) s'appelle le réseau cristallin et les points le constituant sont appelés *nœuds* du réseau. Ce réseau peut posséder des symétries, qui doivent être compatibles avec la condition de périodicité. Les axes cristallins sont repérés par un vecteur colinéaire à leur direction exprimé dans le repère cartésien xyz . Ils sont notés entre crochets comme $[001]$ pour désigner l'axe z .

Un plan cristallin est défini à partir de trois nœuds non alignés lui appartenant. Il est caractérisé par un ensemble de 3 nombres entiers (positifs, négatifs, ou nuls) appelés ses indices de Miller, et écrits entre parenthèses : $(h\ k\ l)$. Ils constituent le symbole du plan, ainsi le plan (001) représente les indices de Miller du plan xy (Figure 1.7).

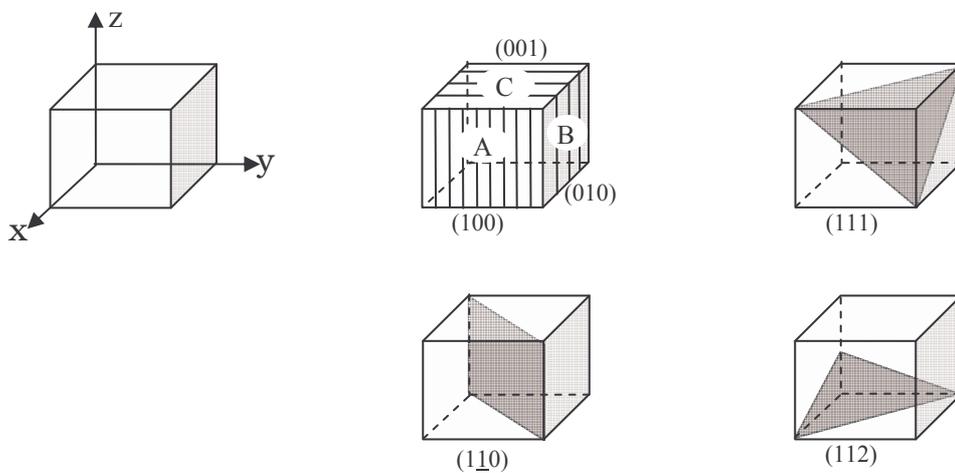


Figure 1.7: Les indices de Miller de quelques plans dans une maille cubique.

4 Energie et équilibre thermodynamique

On peut montrer que, à température T , volume V , excitation magnétique H donnés, l'état magnétique le plus favorable correspond à la minimisation de l'énergie libre définie par :

$$F = E_{inn} + E_{an} + E_{ech} + E_d + E_{zeeman} \quad (1.7)$$

Avec E_{inn} l'énergie interne non magnétique, E_{an} l'énergie résultante des termes d'anisotropies dépendante de la structure cristalline et de l'angle que fait \vec{M} avec les axes principaux. E_{ech} est l'énergie d'échange qui exprime l'interaction entre les domaines magnétiques. L'énergie dipolaire liée aux interactions à longues portées est notée E_d tandis que E_{zeeman} correspond à l'énergie de Zeeman.

4.1 Anisotropie magnétique d'origine cristalline

L'anisotropie magnétique traduit la dépendance de l'énergie interne d'un matériau magnétique vis-à-vis de la direction de son aimantation spontanée. L'orientation pour laquelle cette énergie libre est minimale (respectivement maximale) correspond à un axe de facile (difficile) aimantation. La plupart des propriétés magnétiques obéissent aux contraintes imposées par la compétition des différentes sortes d'anisotropie. Ces dernières peuvent être d'origine cristalline, élastique, de forme, de surface ou de contrainte. Dans ce paragraphe, nous décrirons de manière phénoménologique les différentes contributions engendrant des anisotropies magnétiques dépendantes de la structure cristalline dans les couches minces.

4.1.1 Anisotropie magnétocristalline

Cette anisotropie résulte de la structure cristalline elle-même. Elle provient de l'interaction électrostatique entre la distribution de charge de l'environnement et les orbitales des électrons magnétiques de l'atome considéré. Plus précisément en raison des champs électrostatiques dus à l'environnement, les électrons responsables du magnétisme ne peuvent plus occuper indifféremment n'importe quelle orbitale. Il en résulte une anisotropie du moment cinétique orbital et par suite du moment magnétique associé. Le champ cristallin influe sur la direction privilégiée des moments magnétiques mais aussi sur leur amplitude. L'interaction dipolaire entre les moments magnétiques des spins en interaction est une autre origine microscopique de l'anisotropie magnétocristalline. L'approche phénoménologique consiste à considérer que l'énergie associée à cette anisotropie ne dépend que de l'orientation du moment magnétique. La densité d'énergie libre est alors exprimée à l'aide d'un polynôme faisant intervenir les cosinus directeurs de l'aimantation vis-à-vis des axes cristallins.

Cas de la symétrie cubique

Rappelons qu'un axe binaire, ternaire, quaternaire ou sénaire est tel que le système reste invariant dans une rotation de π , $2\pi/3$, $\pi/2$ ou $\pi/3$ respectivement.

Désignons par $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ les cosinus des angles que fait l'aimantation avec les axes x, y, z parallèles aux axes quaternaires. La densité d'énergie d'anisotropie s'écrit dans ce cas:

$$E_{mc} = K_0 + K_1 (\alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2 + \alpha_2^2 \alpha_1^2) + K_2 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2) + \dots \quad (1.8)$$

Les K_i sont des constantes d'anisotropie qui dépendent de la température.

A titre d'exemple nous avons calculé la variation de E_{mc} dans le plan contenant les trois axes de symétrie principaux, en coordonnées polaires, dans deux cas simples où $K_2 = 0$ avec $K_1 > 0$ et $K_1 < 0$. L'énergie magnétocristalline est représentée en fonction de la direction de l'aimantation dans le plan (perpendiculaire à un axe binaire) contenant les trois directions principales de symétrie. L'énergie étant définie à une constante près, nous avons rajouté un terme K_0 pour faciliter la représentation.

- Si l'aimantation est selon z (001) alors :

$$\begin{cases} \alpha_1 = 0 \\ \alpha_2 = 0 \text{ donc } E_{mc} = K_0 \\ \alpha_3 = 1 \end{cases} \quad (1.9)$$

- Si l'aimantation est selon (110) alors :

$$\begin{cases} \alpha_1 = 1/\sqrt{2} \\ \alpha_2 = 1/\sqrt{2} \text{ donc } E_{mc} = K_0 + \frac{K_1}{4} \\ \alpha_3 = 0 \end{cases} \quad (1.10)$$

- Si l'aimantation est selon (111) alors :

$$\begin{cases} \alpha_1 = 1/\sqrt{3} \\ \alpha_2 = 1/\sqrt{3} \text{ d'où } E_{mc} = K_0 + \frac{K_1}{3} \\ \alpha_3 = 1/\sqrt{3} \end{cases} \quad (1.11)$$

La figure 1.8 résume l'évolution de l'énergie E_{mc} selon les directions xyz :

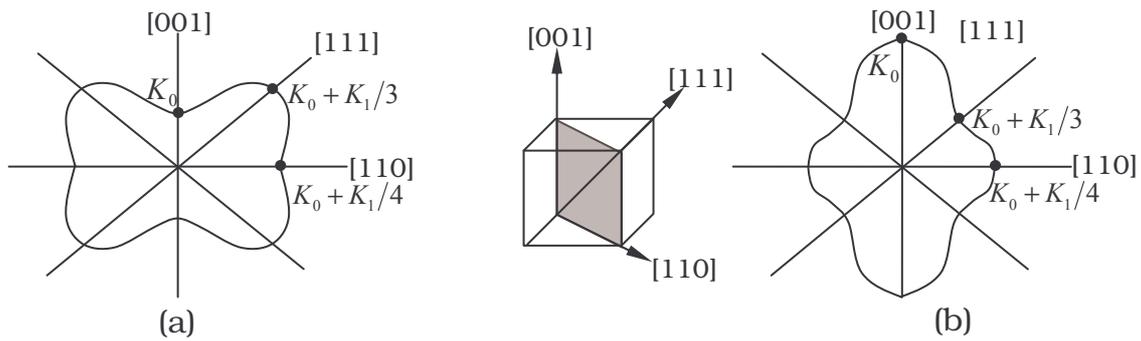


Figure 1.8 : Représentation polaire de l'énergie d'anisotropie magnétocristalline : a) $K_1 > 0$, b) $K_1 < 0$ [LAC99].

On peut aisément en conclure que, pour $K_1 > 0$, l'énergie est minimum lorsque les moments sont orientés selon un axe quaternaire $\langle 001 \rangle$ ($[001]$, $[100]$ ou $[010]$ car toutes directions sont équivalentes). Cette direction est donc de facile aimantation. En revanche, pour $K_1 < 0$, ce sont les axes ternaire comme $[111]$ qui sont de facile aimantation.

Cas de la symétrie hexagonale :

L'axe z étant parallèle à l'axe sénaire $[001]$ (Figure 1.9 (a)), la densité d'énergie libre se présente sous la forme :

$$E_{mc} = K_1 \sin^2(\alpha_z) + K_2 \sin^4(\alpha_z) + K_3 \sin^4(\alpha_z) + K_4 \sin^6(\alpha_z) \cdot \cos(6\phi) + \dots \quad (1.12)$$

Cas de la symétrie quadratique :

Dans cette symétrie (Figure 1.9 (b)) caractérisée par un axe quaternaire $[001]$ parallèle à z , on a l'expression suivante de l'énergie d'anisotropie magnétique :

$$E_{mc} = K_1 \sin^2(\alpha_z) + K_2 \sin^4(\alpha_z) + K_3 \sin^4(\alpha_z) \cdot \cos(4\phi) + \dots \quad (1.13)$$

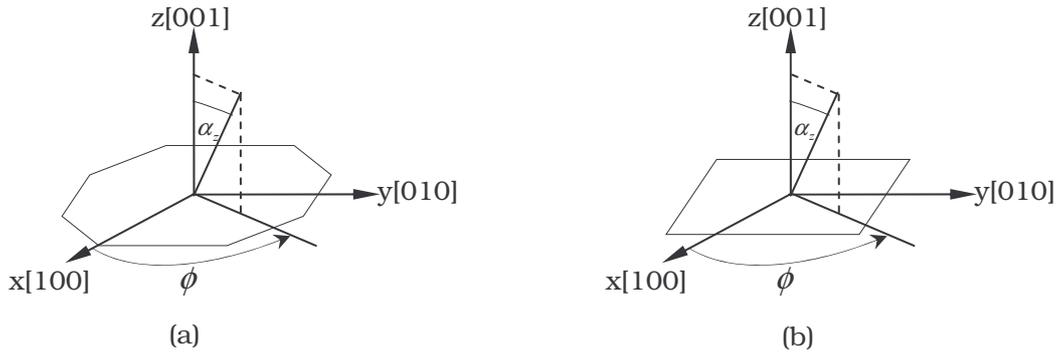


Figure 1.9 : Définition des angles α_z et ϕ en symétrie (a) hexagonale et (b) quadratique [LAC99].

NB : En symétrie hexagonale, les directions [001] et [010] font entre elles un angle de 120° , alors qu'en symétrie quadratique, elles sont orthogonales. C'est la direction [120] qui est perpendiculaire à [100] en symétrie hexagonale.

Cas de la symétrie uniaxiale :

En symétries hexagonale et quadratique, nous venons de voir que le premier terme est d'ordre 2 et ne dépend que de l'angle entre le moment magnétique et l'axe de plus haute symétrie (d'ordre 6 et 4 respectivement). Il en est de même en symétrie rhomboédrique où l'axe de plus haute symétrie est d'ordre 4 et d'au moins un ordre de grandeur plus petit. C'est pourquoi pour ces trois types de symétrie, on exprime la densité d'énergie d'anisotropie à l'aide du seul terme d'ordre deux qui ne fait intervenir qu'un seul axe de symétrie :

$$E_{mc} = K_1 \cdot \sin^2(\alpha_z) \quad (1.14)$$

Avec K_1 la constante d'anisotropie uniaxiale.

4.1.2 Anisotropie magnétoélastique

Les effets magnétoélastiques sont dus au couplage entre l'aimantation et les déformations du réseau. L'origine microscopique de ce couplage spin-réseau est le couplage spin-orbite. Ces interactions d'échange étant sensibles à la distance interatomique, sous l'effet de contraintes structurales, l'énergie magnétique peut être modifiée considérablement. Un terme d'énergie magnétoélastique apparaît dès qu'il existe des contraintes structurales. La déformation de la maille de la couche ferromagnétique pour s'adapter au substrat peut générer un terme d'anisotropie magnétique. La composante E_{me} s'écrit en fonction du tenseur $[\epsilon]$ de déformation et des cosinus directeurs α_i de l'aimantation [LAC99]:

$$E_{me} = B_1 (\varepsilon_{11} \alpha_1^2 + \varepsilon_{22} \alpha_2^2 + \varepsilon_{33} \alpha_3^2) + 2B_2 (\varepsilon_{12} \alpha_1 \alpha_2 + \varepsilon_{13} \alpha_1 \alpha_3 + \varepsilon_{23} \alpha_2 \alpha_3) + \dots \quad (1.15)$$

où B_1 et B_2 sont les constantes d'anisotropie magnétoélastiques.

4.1.3 Anisotropie de surface

La surface joue un rôle primordial dans les propriétés des couches minces à cause du pourcentage non négligeable que représente les atomes situés en surface par rapport à ceux du volume dans ce type de structure. Cette importance de la surface se retrouve dans un terme d'énergie d'anisotropie de surface qui intervient dans le bilan de l'énergie interne d'une particule. Le premier effet qui contribue à cette anisotropie vient du fait que la surface et l'interface représentent une rupture de symétrie du cristal, ce qui crée un couplage spin-orbite localement différent et génère un terme d'anisotropie de surface. En 1954, Néel [NEE54] fut l'un des premiers à souligner que cette rupture de symétrie à la surface (et à l'interface) pouvait créer une anisotropie magnétique non négligeable face à celle du volume, en raison de la plus faible symétrie des atomes de surface (d'interface). Ainsi leur anisotropie magnétique pourrait être de plusieurs ordres de grandeur supérieure à celle des atomes de volume. Cette anisotropie de surface peut devenir très importante notamment pour les couches minces pour lesquels le rapport entre le nombre d'atomes de surface et d'atomes de volume est grand.

L'énergie de l'anisotropie s'exprime par unité de surface de la manière suivante :

$$E_{su} = K_S \cos^2(\alpha_{\perp}) \quad (1.16)$$

où α_{\perp} est l'angle entre le vecteur aimantation M et la perpendiculaire à la surface de l'échantillon et K_S est la constante d'anisotropie de surface, qui dépend essentiellement des constantes de magnétostriction du matériau.

Si K_S est positive l'aimantation a tendance à s'orienter dans un plan tangent à la surface, et si K_S est négative l'aimantation a tendance à s'orienter perpendiculairement à la surface.

Cette énergie peut donc permettre dans certains cas d'obtenir une aimantation perpendiculaire aux couches magnétiques bien que l'énergie d'anisotropie de forme ait tendance à maintenir l'aimantation dans le plan des couches.

Plusieurs travaux expérimentaux ont confirmés récemment que l'anisotropie de surface change considérablement dans les couches minces par rapport à la valeur qu'elle peut prendre dans le cas d'un matériau massif ferromagnétique [LIN91]. L'étude de Rickart et al. des couches minces de Fe déposées sur des substrats vicinaux a démontré par exemple une dépendance en $1/d$ de l'anisotropie de surface vis-à-vis de l'épaisseur d de la couche ferromagnétique [RIC02].

4.1.4 Anisotropie résultante

Pour un matériau donné, l'anisotropie ayant comme origine la structure cristalline E_{an} est la somme de toutes les énergies d'anisotropies citées ci dessus.

A titre d'exemple, dans le cas d'un échantillon de forme ellipsoïdale, les anisotropies de forme et de surface sont uniaxiales et de même axe mais l'anisotropie de surface peut être négative. Si la symétrie cristalline est cubique, l'énergie d'anisotropie totale dépend de l'orientation de l'axe de l'ellipsoïde par rapport aux axes cristallins. Mais l'énergie d'anisotropie totale est souvent assez délicate à calculer dans le cas où il y aurait un terme d'anisotropie magnétocristalline cubique. Souvent il est utile d'estimer les valeurs des différentes anisotropies afin de ne prendre en compte que les termes conséquents.

4.2 Energie d'échange

D'origine purement quantique, l'énergie d'échange est de nature coulombienne. Au dessous de la température de Curie, elle est responsable d'une aimantation spontanée en l'absence de champ magnétique appliqué, favorisant l'alignement des moments magnétiques. Elle est très intense entre les premiers moments voisins et décroît très vite avec la distance. La densité d'énergie d'échange s'exprime en fonction des gradients des cosinus directeurs des vecteurs moment magnétique [NEE44] :

$$E_{ech} = A_{ech} \left[(\nabla m_x)^2 + (\nabla m_y)^2 + (\nabla m_z)^2 \right] \quad (1.17)$$

Le coefficient A_{ech} caractérise l'intensité des interactions d'échange au sein du matériau et $m_{x,y,z}$ sont les composantes réduites du vecteur d'aimantation M calculés à partir des trois

composantes élémentaires ($M_{x,y,z}$) et d'aimantation à saturation M_s $\left(m_{x,y,z} = \frac{M_{x,y,z}}{M_s} \right)$.

L'équation (1.17) exprime la densité d'énergie que coûte au système le décalage ∇m_i entre les cosinus ($i = x, y, z$) des moments voisins. L'énergie d'échange est minimale quand les variations spatiales de la direction de l'aimantation sont faibles.

4.3 Energie Zeeman

L'énergie de Zeeman correspond à l'interaction entre les moments magnétiques \vec{m} et le champ extérieur appliqué \vec{H} . Elle est minimale lorsque tous les moments sont alignés avec le champ extérieur. Elle vaut :

$$E_{Zeeman} = -\mu_0 \cdot M_s \int_V \vec{m} \times \vec{H} \cdot dV \quad (1.18)$$

4.4 Anisotropie de forme ou magnétostatique

L'aimantation dans une couche magnétique induit un champ qui s'oppose à sa direction, un champ démagnétisant (H_d) dont on peut calculer l'énergie associée. Le travail par unité de volume à effectuer pour passer d'une configuration désaimantée à une aimantation selon une direction de l'espace est donnée par :

$$E_d = -\frac{1}{V} \left(\frac{\mu_0}{2} \right) \int \vec{H}_d \times \vec{M} dV \quad (1.19)$$

On parle d'anisotropie de forme lorsque l'une des directions de l'espace minimise ce travail : ce sera la direction de plus facile aimantation. Cette anisotropie de forme peut-être induite si la forme de la particule s'écarte d'une sphère. Si la particule est ellipsoïdale, l'énergie magnétostatique dépend de l'orientation du vecteur aimantation par rapport aux axes de l'ellipsoïde.

$$E_d = \frac{1}{2V} (N_x M_x^2 + N_y M_y^2 + N_z M_z^2) \quad (1.20)$$

Où V est le volume de la particule, et $N_{x,y,z}$ sont les facteurs (de champ) démagnétisant qui dépendent de la forme de la particule. Ils sont calculables dans le cas d'un ellipsoïde mais de manière générale les calculs sont assez compliqués pour une forme quelconque. Les coefficients de champ démagnétisant vérifient la relation $N_x + N_y + N_z = 4\pi$. Pour une sphère, ils sont égaux à $4\pi/3$ et l'énergie magnétique ne varie pas lors d'une rotation de l'aimantation M : l'énergie d'anisotropie de forme pour une sphère est nulle. Si la forme de la particule est assimilable à un ellipsoïde de révolution dont le grand axe est suivant une direction [001], la partie dépendante de l'énergie s'écrit :

$$E_d = \left(\frac{m^2}{2V} \right) \cdot (N_x - N_z) \cdot \sin^2(\alpha_z) \quad (1.21)$$

α_z c'est l'angle que fais M avec sont axe de révolution. On retrouve que l'énergie d'anisotropie de forme est nulle dans le cas d'une sphère mais prend des valeurs notables dès qu'il y a aplatissement de la particule. E_d possède la symétrie uniaxiale et pour un ellipsoïde la constante d'anisotropie est positive. Pour une énergie magnétocristalline uniaxiale et si les deux axes [001] coïncident, les deux constantes s'additionnent. Si la particule est de type allongé, $N_z = 0$, $N_x = 2\pi$, donc $N_x - N_z = 2\pi$, la constante d'anisotropie est égale à $\frac{\pi \cdot m^2}{V}$. La contribution de l'énergie d'anisotropie de forme peut être dans certains cas d'un ordre de grandeur comparable ou supérieur à l'anisotropie magnétocristalline. Par exemple si une particule de Fer (symétrie cubique) a une forme ellipsoïdale marquée, l'énergie d'anisotropie de forme sera prédominante.

Dans le cas d'une couche mince, on assimile l'échantillon à un ellipsoïde de révolution extrêmement aplati. Dans ce cas l'aimantation de l'échantillon est uniforme et $H_d = -N.M$. Le coefficient démagnétisant N_{\perp} perpendiculaire au plan de l'échantillon vaut 1, tandis qu'il est très faible lorsque l'aimantation reste dans le plan de la couche. Énergétiquement, il est donc plus favorable à l'aimantation de rester dans le plan de la couche :

$$\text{- pour } M \text{ perpendiculaire au plan : } \quad E_{d\perp} = \frac{\mu_0}{2} N_{\perp} M_s^2 \approx \frac{\mu_0}{2} M_s^2 \quad (1.22)$$

$$\text{- pour } M \text{ parallèle au plan : } \quad E_{d\parallel} = \frac{\mu_0}{2} N_{\parallel} M_s^2 \ll \frac{\mu_0}{2} M_s^2 \quad (1.23)$$

Si l'aimantation M fait un angle α_{\perp} avec la normale, le champ démagnétisant admet une composante normale :

$$H_{d\perp} = -N_{\perp}.M.\cos(\alpha_{\perp}) \quad (1.24)$$

et une composante dans le plan :

$$H_{d\parallel} = -N_{\parallel}.M.\sin(\alpha_{\perp}) \quad (1.25)$$

Si l'échantillon est de type couche mince $N_{\perp} \approx 1$, $N_{\parallel} \ll 1$. De plus $N_{\perp} + N_{\parallel} = 1$ et si l'axe oz et la direction [001], alors $\alpha_z = \alpha_{\perp}$ et par conséquent :

$$H_d \approx -M \cdot \cos(\alpha_z) \quad (1.26)$$

$$\text{et : } \quad E_d = -\frac{\mu_0}{2\pi} \int M \cdot H_d \cdot dV = \frac{\mu_0}{2} M_s^2 \cdot \cos^2(\alpha_z) \quad (1.27)$$

5 Equilibre thermodynamique – Domaines magnétiques

Dans les films ferromagnétiques, la minimisation de l'énergie libre (équation (1.7)) est la raison pour laquelle la formation des domaines magnétiques a lieu. Ce phénomène résulte de la compétition entre les énergies d'anisotropie magnétocristalline, d'échange, magnétostatique et Zeeman. Cette compétition tend à minimiser l'énergie magnétostatique du film. Alors que l'énergie d'anisotropie détermine la direction de l'aimantation dans un domaine, la compétition entre les interactions d'échanges (qui tendent à créer un ordre

magnétique à courte portée) et les interactions magnétostatiques (qui tendent à créer un ordre à longue portée) détermine la taille et la forme des domaines magnétiques (Figure 1.10). L'énergie de Zeeman est minimale si M est parallèle avec H appliqué. L'énergie magnétostatique pour un volume donné V est :

$$E_d = -\frac{1}{2}\mu_0 \cdot M \cdot H_d \quad (1.28)$$

Sachant que : $H_d = -N \cdot M$ (1.29)

où N désigne le coefficient démagnétisant dans la direction du champ.

Cela conduit à un terme positif proportionnel à M^2 . Ainsi pour réduire cet effet, le système doit réduire M . Il s'oppose donc à un alignement des moments magnétiques. La satisfaction des contraintes imposées par chacun des termes d'énergie conduit à l'existence de zones ou domaines élémentaires où l'aimantation est orientée dans une direction variable suivant le domaine. Entre chaque domaine existe une zone tampon ou paroi à l'intérieur de laquelle l'aimantation tourne. Chaque paroi présente une énergie de paroi qui traduit le coût énergétique associée à l'orientation des domaines.

Finalement, dans un système ferromagnétique, on observe l'existence de domaines magnétiques dont le nombre et la taille dépendent des conditions extérieures (H), du matériau (constante d'anisotropie, énergie d'échange, énergie de paroi) et de sa forme.

Remarque : le supplément d'énergie γ d'une paroi de largeur δ s'exprime par :

$$\gamma = 2\sqrt{A_{ech} \cdot K_1} \quad \text{et} \quad \delta = \pi \left(\frac{A_{ech}}{K_1} \right)^{1/2} \quad (1.30)$$

Avec l'expression du coefficient d'échange A_{ech} :

$$A_{ech} = \mu_0 \cdot \left(w \cdot \frac{M_s^2}{12} \right) \zeta^2 \quad (1.31)$$

où ζ est la distance entre atomes magnétiques premiers voisins et w est le coefficient d'échange du champ moléculaire de Weiss.

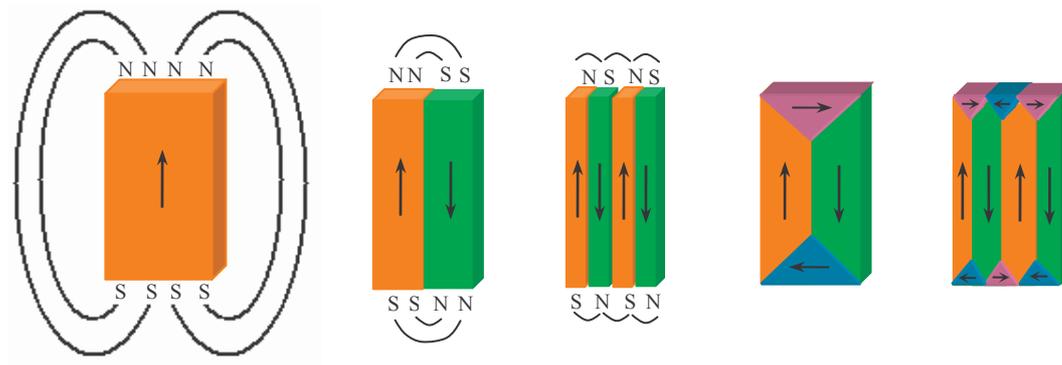


Figure 1.10: Schématisation de lignes de flux de champ magnétique d'un système présentant des domaines magnétiques de plus en plus complexes, minimisant ainsi l'énergie dipolaire magnétique [KIT49].

5.1 Parois de domaines

A l'interface entre deux domaines magnétiques voisins antiparallèles, existe une zone tampon, entre ces domaines, à l'intérieur de laquelle l'aimantation tourne. Seule l'interface coûte alors de l'énergie car elle seule présente une aimantation non uniforme qui change progressivement d'un domaine à l'autre. La largeur des parois de domaines ne peut pas s'étendre à l'infini car l'énergie d'anisotropie tend à ramener rapidement l'aimantation selon l'axe facile. La largeur des parois s'étend de quelques nm à la centaine de nm dans les matériaux ferromagnétique doux.

Deux types de paroi de domaines se manifestent dans les couches minces dont l'axe de facile aimantation est dans le plan : la paroi de Bloch et la paroi de Néel [PET97] (Figure 1.11). Dans le cas de la paroi de Bloch, l'aimantation tourne hors du plan de la couche. Dans le cas de la paroi de Néel, la rotation de l'aimantation s'effectue dans le dans le plan de la couche. La présence de l'un ou l'autre type de paroi est fortement liée à l'épaisseur de la couche, toujours de façon à minimiser l'énergie magnétostatique totale. Le processus de renversement d'aimantation d'une couche mince soumise à un champ externe (opposé à la direction de saturation) selon un axe facile, passe normalement par une phase initiale de nucléation de domaines suivie d'une propagation des parois de façon à ce que tous les domaines soient, au delà d'une valeur seuil, alignés avec le champ appliqué.

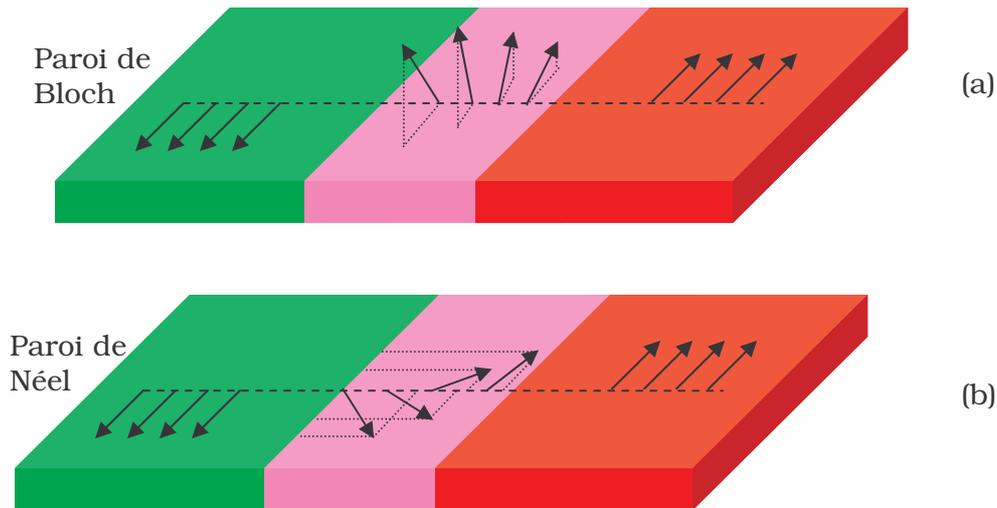


Figure 1.11 : Retournement de l'aimantation suivant : (a) la configuration paroi de Bloch (hors plan). (b) la configuration paroi de Néel [BON01].

La nucléation a lieu dans des régions où le champ coercitif est localement plus faible via des défauts ou inhomogénéités de la couche. Ce sont les centres de nucléation. Une fois l'aimantation renversée dans ces parties, une paroi est créée pouvant ensuite se propager sous l'action du champ magnétique externe. Aussi bien la nucléation que la propagation de paroi de domaines sont des processus activés thermiquement, donc associés à la transposition d'une barrière d'énergie qui est proportionnelle au champ coercitif du matériau. Ces concepts de bases ont été introduits par Brown [BRO63] en 1963.

5.2 Modèles de retournement de l'aimantation

5.2.1 Retournement uniforme

5.2.1.1 Description

La configuration monodomaine est la plus avantageuse dans les structures de très faible dimension du fait qu'elle réduit le coût énergétique. Le retournement de l'aimantation dans ce type de structure vers la direction du champ magnétique H appliqué, se fait par rotation nommée uniforme ou cohérente. Considérons une telle structure de petite dimension où le matériau est homogène (sans défaut). Stoner et Wohlfarth ont proposé un modèle de retournement qui repose sur certaines hypothèses que nous rappelons ci-dessous [STO48] :

- la température est supposée nulle.
- la particule est un ellipsoïde de révolution.
- le grand axe de l'ellipsoïde coïncide avec une direction de facile aimantation.
- l'aimantation est homogène, son retournement aussi. On considère le moment de la particule comme un macrospin.
- l'anisotropie est de nature volumique, on néglige l'anisotropie de surface.

Dans ce cas, l'énergie d'échange est constante et ne joue aucun rôle dans la minimisation de l'énergie totale du système.

La position d'équilibre de cette particule est donnée par les valeurs de ψ qui minimisent son énergie (Figure 1.12). Plus le champ magnétique appliqué est élevé, plus les courbes symétriques d'énergie deviennent asymétriques et plus les minima se déplacent vers les valeurs élevées de ψ (Figure 1.12, courbes 2 et 3). Au fur et à mesure que le champ appliqué augmente, la barrière d'énergie diminue et s'annule pour une valeur particulière du champ, appelé le champ minimal de retournement H_{ret} (Figure 1.12, courbe 3). A ce point, l'aimantation se retourne irréversiblement.

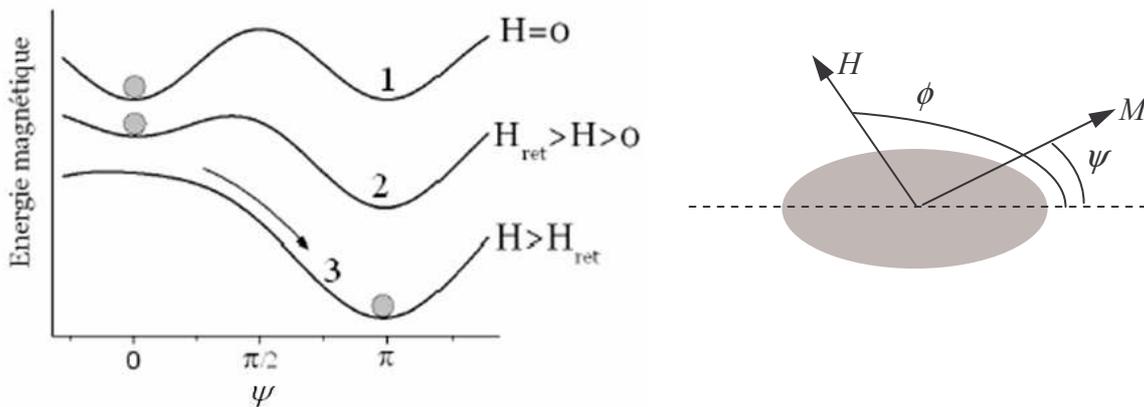


Figure 1.12 : Évolution de l'énergie magnétique d'une particule dans le modèle de Stoner et Wohlfarth en fonction de l'angle ψ que forme l'aimantation M avec l'axe de facile aimantation pour différents champs appliqués. (1) $H = 0$. (2) $H < H_{\text{ret}}$. (3) $H_{\text{ret}} < H$. La condition sur l'angle ϕ est ($90^\circ < \phi < 180^\circ$) [BEL04].

5.2.1.2 Cycle d'hystérésis

Étudions le comportement d'un système ferromagnétique qui après saturation sous un champ suffisamment élevé est soumis à un champ extérieur faisant avec la direction de l'aimantation rémanente M_r † un angle φ tel que $\frac{\pi}{2} < \varphi < \pi$.

La diminution de M_r correspond à une réorientation des moments selon la direction de facile aimantation.

† M_r correspond à M pour $H = 0$ suite à une diminution de H depuis l'état $M = M_s$, M_s aimantation à saturation.

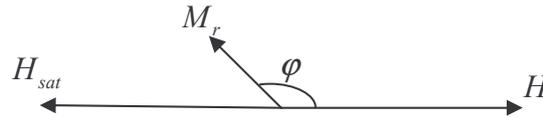


Figure 1.13 : Représentation schématique des vecteurs : de champ magnétique initial de saturation (H_{sat}), d'aimantation rémanente (M_r) et de champ magnétique appliqué H sur un film magnétique.

Les processus suivants sont à priori envisageables pour le retournement de l'aimantation :

1. Retournement cohérent, associé à la rotation collective de l'ensemble des moments magnétiques initialement orientés dans la direction M_r et qui rejoignent la direction de H pour une valeur suffisamment élevée.
2. On peut également imaginer, la variation localisée de domaines magnétiques (d'aimantation inverse à M_r), dirigée selon H dont la proportion reste grandissante. Cela impose la nucléation des parois de domaines. Dans le cas de système magnétique sans défaut, l'élévation d'énergie associée à la nucléation de parois est supérieure à l'élévation d'énergie associée à la rotation collective de domaines.

Mise en équation :

Etudions donc le phénomène de retournement cohérent de l'aimantation d'un système démuné de parois de domaines. Ceci correspond au modèle de Stoner-Wohlfarth. Pour cela, on considère :

Un cristal ferromagnétique de symétrie uniaxiale, dont l'axe c [001] est de facile aimantation, et taillé sous forme d'un ellipsoïde de grand axe OZ colinéaire avec l'axe c . Le champ H_{sat} ayant conduit à la saturation a une direction telle que l'angle entre OZ et H_{sat}

soit inférieur à $\frac{\pi}{2}$.

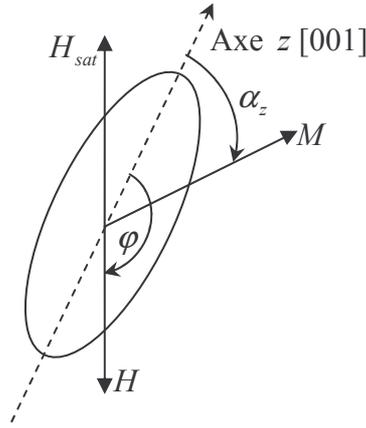


Figure 1.14 : Monocristal uniaxe taillé en ellipsoïde [LAC99].

L'aimantation rémanente M_r s'aligne sur oz , axe de facile aimantation, quand H s'annule M_r est égal à M_s puisque l'échantillon est monocristal.

Toute variation d'aimantation résulte d'une rotation à l'unisson de tous les moments magnétiques. Il n'y a donc aucune paroi de domaines.

L'équilibre du système s'obtient par la minimisation des termes d'énergie :

- D'anisotropie magnétocristalline : $E_{mc} = K_1 \sin^2(\alpha_z)$ (1.32)

- De champ démagnétisant : $E_d = \frac{1}{2} \mu_0 [N_{//} \cdot M_s^2 + (N_{\perp} - N_{//}) \cdot M_s^2 \cdot \sin^2(\alpha_z)]$ (1.33)

- De Zeeman : $E_z = -\mu_0 \cdot M_s \cdot H \cdot \cos(\varphi - \alpha_z)$ (1.34)

Les termes d'énergie magnétocristalline et de champ démagnétisant s'opposent à la rotation de l'aimantation puisqu'ils croissent avec l'angle α_z à partir de l'état $\alpha_z = 0$. Ils forment une barrière d'énergies.

Le terme d'énergie de Zeeman tend à aligner l'aimantation avec H , puisque E_z est d'autant plus faible que les moments sont proches de la direction (et du sens) de H .

Les conditions d'équilibres correspondant à un minimum de l'énergie totale :

$$\frac{\partial F}{\partial \alpha_z} = 0 \text{ et } \frac{\partial^2 F}{\partial \alpha_z^2} > 0 \quad (1.35)$$

$$\text{Avec } \begin{cases} \frac{\partial F}{\partial \alpha_z} = \mu_0 \cdot M_s \cdot H_0 \cdot \sin(\alpha_z - \varphi) + K' \sin(2\alpha_z) \\ \frac{\partial^2 F}{\partial \alpha_z^2} = \mu_0 \cdot M_s \cdot H_0 \cdot \cos(\alpha_z - \varphi) + 2K' \cos(2\alpha_z) \end{cases} \quad (1.36)$$

$$\text{Où } K' = K_1 + \mu_0 (N_{\perp} - N_{//}) \frac{M_s^2}{2} \quad (1.37)$$

Cycle d'aimantation :

1^{er} cas :

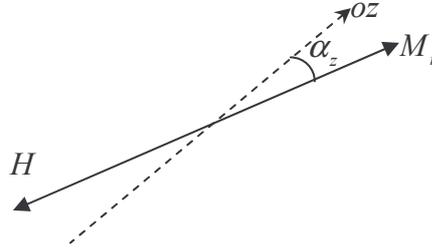


Figure 1.15 : Monocristal uniaxe taillé en ellipsoïde

Le système se résout facilement lorsque $H > 0$ est appliqué de façon antiparallèle à M_r , c'est à dire $\varphi = \pi$.

$$\frac{\partial F}{\partial \alpha_z} \text{ s'annule pour } \sin(\alpha_z) = 0 \text{ ou bien } \cos(\alpha_z) = \mu_0 \frac{M_s \cdot H}{2 \cdot K'} \quad (1.38)$$

Ceci conduit à 3 solutions possibles : $\alpha_z = 0$, $\alpha_z = \pi$ ou bien $\alpha_z = \arcsin\left(\frac{\mu_0 \cdot M_s \cdot H}{2 \cdot K'}\right)$

- Pour $\alpha_z = \pi$, $\frac{\partial^2 F}{\partial \alpha_z^2} > 0$. L'alignement de l'aimantation constitue donc un minimum

d'énergie donc à un état stable.

- Pour $\alpha_z = 0$, $\frac{\partial^2 F}{\partial \alpha_z^2} > 0$ pour $H < \frac{2 \cdot K'}{\mu_0 \cdot M_s}$. Il s'agit donc d'un état stable. Il est à noter

que pour $\varphi = 0$ (H orienté selon M_r), la valeur $\alpha_z = 0$ correspond à un état stable

d'énergie. $\left(\frac{\partial F}{\partial \alpha_z} = 0 \text{ et } \frac{\partial^2 F}{\partial \alpha_z^2} > 0\right)$. Par conséquent l'état initial d'échange stable correspond

à M_r orienté selon oz .

- Pour $\alpha_z = \arccos\left(\mu_0 \frac{M_s \cdot H_0}{2 \cdot K'}\right)$, $\frac{\partial^2 F}{\partial \alpha_z^2} < 0$ ceci correspond donc à un maximum d'énergie

qui ne sera pas une situation d'équilibre.

En conclusion, il existe 2 états d'équilibre possibles :

- Le premier pour $\alpha_z = 0$ tant que $H < \frac{2K'}{\mu_0 M_s}$

- Le second pour $\alpha_z = \pi$

Pour passer de l'état $\alpha_z = 0$ correspond à l'état initial à l'état $\alpha_z = \pi$, il faudra dépasser la

barrière d'énergie correspondant à $\alpha_z = \arccos\left(\mu_0 \frac{M_s \cdot H}{2 \cdot K'}\right)$

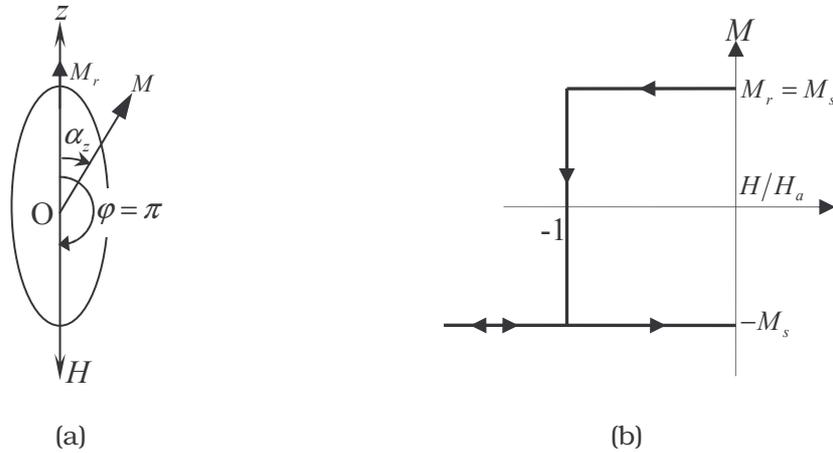


Figure 1.16 : (a) Champ opposé à l'aimantation rémanente, (b) portion de cycle d'hystérésis résultant [LAC99].

L'énergie du système dans l'état $\alpha_z = 0$ croît à mesure que H augmente. Le système bascule dans l'état $\alpha_z = \pi$ lorsque la barrière d'énergie ΔF entre l'état occupé $\alpha_z = 0$ et l'état d'énergie maximum s'annule. Ceci intervient pour le champ $H_a = \frac{2 \cdot K'}{\mu_0 \cdot M_s}$ qui est le champ total d'anisotropie de forme et magnétocristalline.

Cas général :

Si H est appliqué selon un angle φ quelconque ($\varphi \neq \pi$) par rapport à M_r , la résolution du système est plus complexe.

La mesure de l'aimantation dans la direction de H faisant un angle φ avec M_r , c'est à dire avec l'axe de facile aimantation donne le cycle suivant.

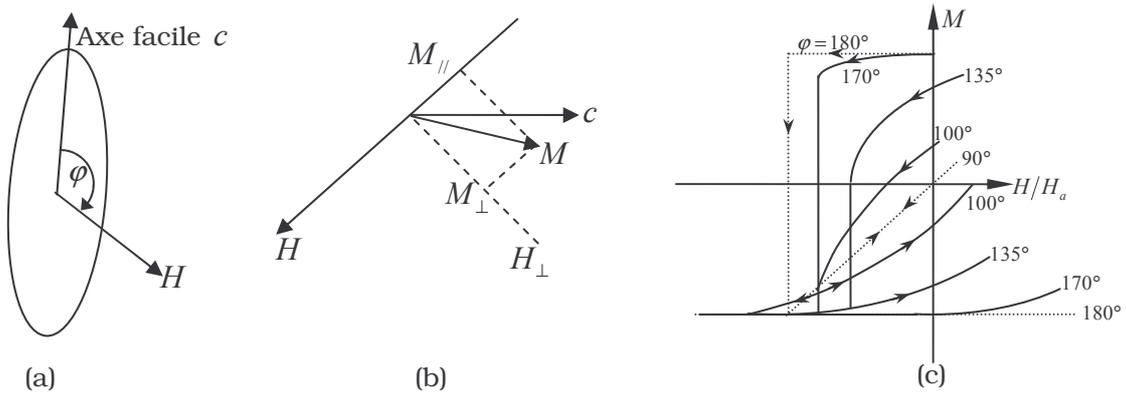


Figure 1.17: (a) Représentation schématique du champ appliqué et de l'axe facile aimantation dans un échantillon magnétique, (b) Projection des composantes d'aimantation orienté dans une direction quelconque dans le système d'axes formé par $H_{//}$ et H_{\perp} , (c) Comportement sous champ de l'aimantation en fonction de l'angle φ [LAC99].

Le champ de retournement $H_r = H$ à appliquer pour assurer le retournement s'obtient par l'équation :

$$H_r = \frac{H_A}{(\sin^{2/3} \vartheta + \cos^{2/3} \vartheta)^{3/2}} \quad (1.39)$$

où $\vartheta = \pi - \varphi$

Remarque :

Le champ de retournement est différent du champ coercitif. Le champ coercitif est défini en effet par le champ H tel que $M = 0$.

5.2.1.3 Astroïde de Stoner-Wohlfarth

L'astroïde de Stoner-Wohlfarth est une courbe qui précise la limite de stabilité d'un état juste avant qu'il ne bascule dans un nouvel état stable. Ceci s'exprime pour les conditions :

$$\frac{\partial F}{\partial \alpha_z} = 0 \quad \text{et} \quad \frac{\partial^2 F}{\partial \alpha_z^2} = 0$$

Réécrivons F en considérant un ellipsoïde soumis à un champ $H \begin{vmatrix} H_{//} \\ H_{\perp} \end{vmatrix}$ et donc

l'aimantation fait un angle φ avec l'axe facile on a :

$$F = g(\varphi) + \frac{1}{2} \mu_0 [N_{//} M_s^2 + (N_{\perp} - N_{//}) M_s^2 \sin^2 \varphi] - \mu_0 [H_{//} M_s \cos \varphi + H_{\perp} M_s \sin \varphi] \quad (1.40)$$

$g(\varphi)$ est le terme d'anisotropie magnétocristalline.

On en dérive :

$$\begin{cases} \frac{\partial F}{\partial \varphi} = g'(\varphi) - \mu_0 \cdot (N_{\perp} - N_{\parallel}) M_s^2 \sin \alpha_z \cos \alpha_z + \mu_0 \cdot H_{\parallel} \cdot M_s \cdot \cos \varphi - \mu_0 \cdot H_{\perp} \cdot M_s \cdot \sin \varphi \\ \frac{\partial^2 F}{\partial \varphi^2} = g''(\varphi) - \mu_0 \cdot (N_{\perp} - N_{\parallel}) M_s^2 (\cos^2 \alpha_z - \sin^2 \alpha_z) - \mu_0 \cdot H_{\parallel} \cdot M_s \cdot \sin \varphi - \mu_0 \cdot H_{\perp} \cdot M_s \cdot \cos \varphi \end{cases} \quad (1.41)$$

Pour un terme $g(\varphi) = K_1 \sin^2 \varphi$, on peut réécrire F

$$\begin{cases} \frac{\partial F}{\partial \varphi} = g_2'(\varphi) + \mu_0 \cdot H_{\parallel} \cdot M_s \cdot \cos \varphi - \mu_0 \cdot H_{\perp} \cdot M_s \cdot \sin \varphi \\ \frac{\partial^2 F}{\partial \varphi^2} = g_2''(\varphi) - \mu_0 \cdot H_{\parallel} \cdot M_s \cdot \sin \varphi - \mu_0 \cdot H_{\perp} \cdot M_s \cdot \cos \varphi \end{cases} \quad (1.42)$$

Avec $g_2'(\varphi) = \frac{\partial}{\partial \varphi} [g(\varphi)] + \frac{1}{2} \mu_0 [N_{\parallel} \cdot M_s^2 + (N_{\perp} - N_{\parallel}) M_s^2 \cdot \sin^2 \varphi]$

Satisfaire $\frac{\partial F}{\partial \varphi} = 0$ et $\frac{\partial^2 F}{\partial \varphi^2} = 0$ conduit alors à

$$\begin{cases} H_{\parallel} \cdot M_s = -g_2'(\varphi) \sin \varphi + g_2''(\varphi) \cos \varphi \\ H_{\perp} \cdot M_s = g_2'(\varphi) \cos \varphi - g_2''(\varphi) \sin \varphi \end{cases} \quad (1.43)$$

C'est à dire :

$$\begin{cases} H_{\parallel} \cdot M_s = -2K \sin^2 \varphi \cos \varphi - 2K (\cos^2 \varphi - \sin^2 \varphi) \cos \varphi = -2K \cos^3 \varphi \\ H_{\perp} \cdot M_s = 2K \sin \varphi \cos^2 \varphi - 2K (\cos^2 \varphi - \sin^2 \varphi) \sin \varphi = 2K \sin^3 \varphi \end{cases} \quad (1.44)$$

Où $K = K_1 + \frac{\mu_0}{2} (N_{\perp} - N_{\parallel}) M_s^2$

L'astroïde de Wohlfarth correspond à la courbe paramétrique :

$$\begin{cases} h_{\parallel} = -\cos^3 \varphi \\ h_{\perp} = \sin^3 \varphi \end{cases} \quad (1.45)$$

Expérimentalement :

Pour obtenir expérimentalement l'astéroïde de Stoner-Wohlfarth, il faut réaliser l'expérience suivante :

- Appliquer le champ jusqu'à saturation dans la direction de l'axe facile.
- Pour une direction donnée de champ faisant un angle φ (tel que $\frac{\pi}{2} < \varphi < \pi$), avec le champ initial ayant permis la saturation, relever la valeur du champ pour laquelle a lieu le retournement.

Exploitation :

L'astéroïde de Stoner-Wohlfarth traduit l'existence d'une direction facile aimantation en donnant une représentation de l'ensemble des champs de retournement.

Dans le cas d'absence d'anisotropie dans le plan, le champ de retournement est en module le même quel que soit φ et le cycle d'aimantation a alors l'allure d'un cercle puisque le retournement a lieu pour $H_{\parallel}^2 + H_{\perp}^2 = cste$. L'astroïde s'écartera de l'allure circulaire si l'échantillon présente un coefficient d'anisotropie $N_{\parallel} \neq N_{\perp}$ important.

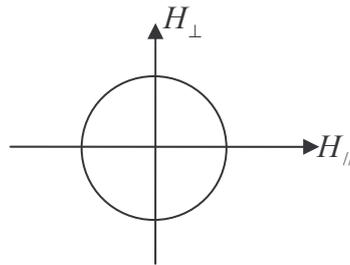


Figure 1.18 : Astroïde magnétique de forme circulaire d'un matériau ne présentant aucune direction privilégiée.

5.2.2 Retournement non uniforme (multi domaines)

5.2.2.1 Description

Dans les échantillons de grande taille, le retournement par des modes non uniformes est plus probable. Le mode non uniformes les plus simples sont ceux qui se produisent dans les échantillons ayant une distribution d'aimantation homogène sur toute la surface jusqu'au début du processus de retournement et présentant une anisotropie magnétocristalline très faible. Ces modes dépendent surtout de la forme de l'échantillon. Pour une sphère, un ellipsoïde ou un cylindre, le plus probable est le curling [AHA95, AHA66, BRO57, FRE57, SHT59] (état d'aimantation enroulé, Figure 1.19 (a)). Ce mode se manifeste dès que la taille de l'échantillon dépasse la longueur caractéristique d'échange. Un autre mode moins important, appelé 'buckling' (Figure 1.19 (b)), peut avoir lieu dans le cas des ellipsoïdes allongées [AHA95, FRE57, AHA58].

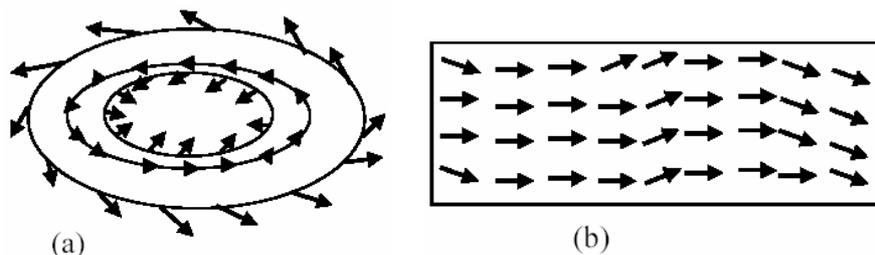


Figure 1.19 : Modes de retournement non uniforme : (a) curling et (b) buckling [AHA95].

Pour des échantillons plus grands et multidomains, le retournement se fait par nucléation et/ou propagation de parois de domaines. Dans ce cas, comme les couches magnétiques comportent toujours un certain nombre de défauts (impuretés, dislocations), l'application d'un champ magnétique induit des retournements localisés de l'aimantation sur des sites privilégiés, appelés centres de nucléation. Le processus de nucléation est caractérisé par un champ magnétique de nucléation H_a . C'est le plus petit champ générant une déviation de l'état d'aimantation par rapport à l'état saturé. Ces domaines renversés sont ensuite susceptibles de grandir par propagation de parois à partir du moment où le champ appliqué est voisin du champ de propagation H_p . Le champ coercitif et le mode de retournement de l'aimantation sont donc définis par les valeurs de H_p et de H_a . Si $H_a < H_p$, la propagation est le processus le plus coûteux en énergie et par conséquent le champ coercitif H_c est égal à H_p . Au contraire, si $H_a > H_p$, c'est la nucléation qui coûte plus d'énergie et on peut identifier H_c à H_a .

Dans les systèmes réels, la nucléation et la propagation sont deux processus fondamentaux souvent difficiles à dissocier, de part le chevauchement des distributions de leur énergie d'activation.

5.2.2.2 Courbe de première aimantation

Si l'on chauffe un matériau magnétique au dessus de la température de Curie (T_C), l'aimantation du matériau s'annule. En appliquant un champ magnétique externe H tout en refroidissant le matériau en dessous de T_C , ce dernier se subdivise en domaines magnétiques. Si l'échantillon a un axe de facile aimantation, l'axe c par exemple, les domaines vont s'aligner selon cette direction. En champ nul, la proportion des domaines dans chacun des sens (\uparrow ou \downarrow) selon cette direction est la même et l'aimantation totale moyenne est nulle. Etudions l'évolution de l'aimantation lorsque l'on applique un champ H .

1^{er} cas : champ H appliqué selon la direction de facile aimantation

Etant donné que les domaines magnétiques s'orientent parallèlement (ou antiparallèlement) avec l'axe facile aimantation, l'application d'un champ magnétique selon cet axe tend à augmenter progressivement la proportion de domaines orientés favorablement suivant H aux dépens des domaines de sens opposé.



Figure 1.20 : Arrangement de domaines magnétiques parallèle a l'axe facile aimantation pour : (a) $H = 0$, (b) $H \neq 0$ [LAC99].

On a $M = [\chi]H$ qui se résume à $M = \chi H$ puisque H est aligné selon une direction de facile aimantation.

Or

$$H = H_{ext} + H_d \tag{1.46}$$

où

$$H_d = -N.M \tag{1.47}$$

On en déduit :

$$M = \frac{\chi}{1 + N.\chi} H \tag{1.48}$$

Pour un matériau fortement magnétique, la susceptibilité ferromagnétique χ est très élevée,

et si $N.\chi \gg 1$ alors $M \approx \frac{1}{N} H$. M se sature à M_s pour $H = N \cdot M_s$.

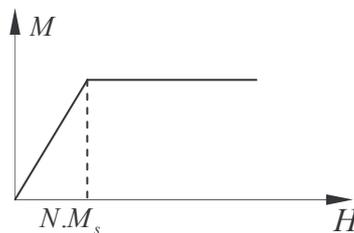


Figure 1.21 : Courbe de première aimantation montrant la saturation de l'aimantation M d'un matériau magnétique dans le cas où H est appliqué parallèlement à l'axe facile aimantation [LAC99].

Pour $M = M_s$, l'échantillon est monodomaine.

2ème cas : champ H appliqué de façon perpendiculaire à l'axe c de facile aimantation

Dans ce cas, les moments dans chacun des domaines subissent un couple magnétique $\Gamma = \mu_0 \cdot \vec{M} \times \vec{H}$ qui tend à orienter les domaines dans le sens du champ. Contrairement au cas précédent aucun des domaines n'est favorisé puisque le champ n'est pas aligné avec la

direction de facile aimantation. Les domaines peuvent rester tels qu'ils sont. La rotation de l'aimantation moyenne s'obtient par rotation de l'aimantation dans chacun des domaines. Déterminons l'état d'équilibre du système en minimisant son énergie libre F (Equation 1.7).

Ne tenant pas compte de E_{ech} pour simplifier le calcul. On a donc :

$$E_{mc} = K_1 \sin^2 \alpha_z \quad (1.49)$$

$$E_z = -M \cdot \mu_0 \cdot H \quad (1.50)$$

$$E_d = -\frac{\mu_0}{2} \vec{H}_d \cdot \vec{M} \quad (1.51)$$

Quand H croît depuis la valeur nulle, M vaut initialement 0 puis admet une composante non nulle uniquement dans la direction de H . Dans chaque domaine présentant une aimantation à saturation initiale M_s , la rotation de la direction de M_s conduit à l'apparition dans la direction de H d'une aimantation $M_s \cdot \sin \alpha_z$. On a :

$$E_d = -\frac{\mu_0}{2} \vec{H}_d \cdot \vec{M} = \frac{\mu_0}{2} N \cdot M^2 = \frac{\mu_0}{2} N \cdot (M_s \cdot \sin \alpha_z)^2 \quad (1.52)$$

Finalement :

$$F = K_1 \sin^2 \alpha_z + \mu_0 \cdot N \cdot M_s^2 \cdot \sin^2 \alpha_z - \mu_0 \cdot H \cdot M_s \cdot \sin \alpha_z \quad (1.53)$$

L'équilibre s'obtient pour :

$$\frac{\partial F}{\partial \alpha_z} = 0 : \alpha_z \text{ sera l'angle entre direction de l'aimantation dans les domaines et la direction}$$

de H à l'équilibre pour une valeur donnée de H .

$$\frac{\partial F}{\partial \alpha_z} = (2K_1 + \mu_0 \cdot N \cdot M_s) \sin \alpha_z \cos \alpha_z - \mu_0 H \cdot M_s \cos \alpha_z \quad (1.54)$$

$$\frac{\partial F}{\partial \alpha_z} = 0 \text{ conduit à : } \alpha_z = \arcsin \left(\frac{M_s \cdot \mu_0 \cdot H}{2K_1 + \mu_0 \cdot N \cdot M_s^2} \right) \quad (1.55)$$

$$\text{Dont on obtient } M \text{ par : } M = M_s \cdot \sin \alpha_z = \frac{M_s^2 \cdot \mu_0 \cdot H}{2K_1 + \mu_0 \cdot N \cdot M_s^2} \quad (1.56)$$

$$\text{Ou encore : } M = M_s \cdot \sin \alpha_z = \frac{M_s \cdot H}{\left(\frac{2K_1}{\mu_0 \cdot M_s} \right) + N \cdot M_s} \quad (1.57)$$

On en déduit que la valeur de H conduisant à la saturation de l'échantillon vaut :

$$H_s = \frac{2K_1}{\mu_0 \cdot M_s} + N \cdot M_s \quad (1.58)$$

Le terme $\frac{2K_1}{\mu_0.M_s}$ est appelé champ d'anisotropie

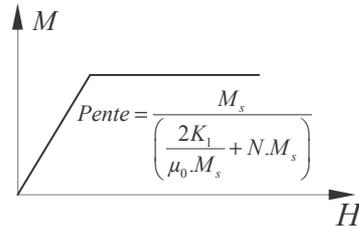


Figure 1.22 : Courbe de première aimantation dans un matériau magnétique pour H appliqué perpendiculairement à l'axe facile aimantation [LAC99].

Application :

Supposons que l'échantillon soit de type couche mince $\begin{cases} N_{\perp} \approx 1 \\ N_{\parallel} \ll 1 \end{cases}$

1^{er} cas :

L'axe c normal au plan est l'axe de facile aimantation.

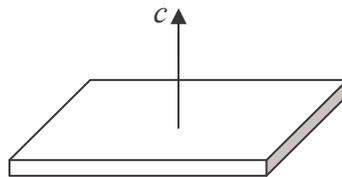


Figure 1.23 : Représentation de l'axe c (facile aimantation) dans le cas perpendiculaire à la surface de l'échantillon.

Cela suppose $K_1 > 0$ pour les symétries cristallines de type symétrie hexagonale ou quadratique.

Remarque :

Pour la symétrie cubique, si K_1 est positif, les directions de facile aimantation sont [001], [010] et [100].

Dans ce cas, on aura :

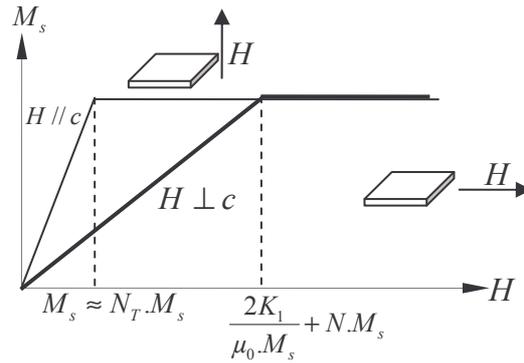


Figure 1.24 : Courbe de première aimantation d'un matériau magnétique pour deux configurations H avec c perpendiculaire au plan : $H // c$ et $H \perp c$ [LAC99].

2^{ème} cas :

l'axe c dans le plan (c'est à dire K_1 négatif pour symétrie hexagonale et quadratique).

Dans ce cas il faut prendre en compte des termes d'énergie supplémentaire associés à l'anisotropie magnétocristalline.

Lorsque le champ est appliqué hors du plan, les moments tournent progressivement.

L'aimantation à saturation est obtenue pour $H = \frac{2K_1}{\mu_0 \cdot M_s} + N_{\perp} \cdot M_s$.

Lorsque le champ est appliqué dans le plan, l'aimantation s'oriente de manière préférentielle dans la direction d'aimantation la plus facile. Lorsque H augmente, l'aimantation se manifeste dans un premier temps selon cette direction. Si H est dirigé dans une direction d'aimantation facile, mais pas la plus facile, la rotation de la direction d'aimantation va intervenir pour un certain champ dépendant des valeurs relative de K_1, K_2, K_3 , on obtient ainsi :

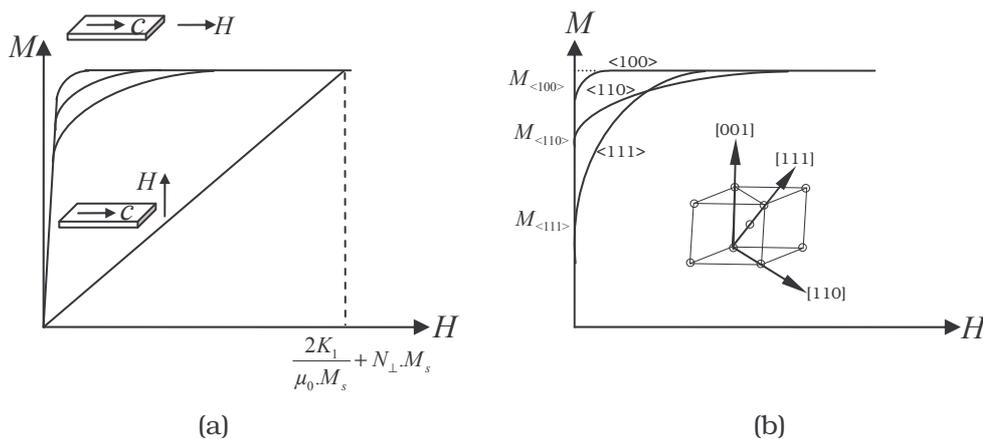


Figure 1.25 : (a) Courbe de première d'aimantation d'un ferromagnétique ayant c dans le plan pour le champ appliqué dans et hors plan. (b) Courbe d'aimantation d'un monocristal de fer (symétrie cubique) lorsque le champ est appliqué selon les trois directions de haute symétrie [LAC99].

5.2.2.3 Cycle d'hystérésis

Lorsqu'on applique un champ magnétique à un matériau, on modifie la répartition des domaines magnétiques et il en résulte une variation de l'aimantation (Figure 1.26). La valeur de l'aimantation à saturation (M_s) est obtenue lorsque tous les domaines magnétiques sont parallèles (matériau en configuration monodomaine) et orientés dans la direction du champ magnétique H . En portant le matériau alternativement de saturation à saturation dans les deux directions opposées, à l'aide du balayage d'une excitation magnétique externe, l'aimantation décrira un cycle d'hystérésis magnétique.

Partant de l'état saturé, alors que H diminue, l'ensemble des domaines magnétiques va s'orienter dans la direction de facile aimantation du film la plus proche. Par la suite, la structure multidomaines apparaît dans la structure. Cette structure comporte des domaines dans différentes régions, d'aimantation variant en direction et en intensité. Le matériau s'organise ainsi afin de minimiser l'énergie magnétostatique [KIT49]. La diminution de la taille des domaines orientés favorablement par rapport à H (dans la phase de diminution de l'intensité) s'enclenche au même temps que les domaines antiparallèles grandissent. Ce processus se traduit principalement par des déplacements de parois de domaines magnétiques. Lorsque H est nul, l'aimantation résiduelle est l'aimantation rémanente.

En augmentant l'intensité du champ magnétique progressivement dans la direction opposée, les domaines changent de direction pour devenir parallèles avec l'axe facile aimantation le plus proche de H . Au delà d'une valeur de champ critique, l'aimantation quitte cet axe de facile pour la direction de H appliqué.

Remarques :

Lorsque l'excitation magnétique redevient nulle, le matériau ne se démagnétise pas entièrement : il garde une image des domaines favorablement orientés (rémanence). Il subsiste une aimantation rémanente M_r . Pour annuler l'aimantation, il est nécessaire d'appliquer un champ $H = H_c$ opposé à M . H_c appelé champ coercitif permettant une équipartition des domaines. Cette grandeur est souvent utilisée pour définir deux catégories de matériaux :

- Les matériaux à grand champ coercitif (plusieurs centaines de kA/m) s'appellent des matériaux à magnétisme durs. Ils sont utilisés pour la réalisation d'aimants permanents ou d'éléments de mémoire.
- Par opposition, les matériaux possédants une faible valeur du champ coercitif (quelques A/m) sont dits à magnétisme doux. Ils constituent des circuits magnétiques pour transformateurs ou des pièces de blindage magnétique.

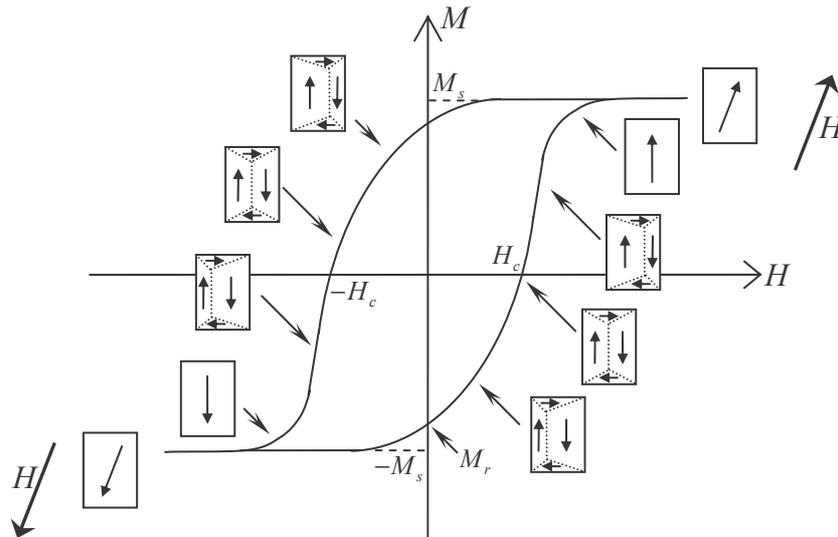


Figure 1.26 : Courbe d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique montrant la répartition des domaines magnétiques le long de la phase de retournement. La surface du domaine magnétique favorablement orienté avec le champ magnétique s'accroît avec l'augmentation de la valeur H par propagation de parois de domaines [DAN03, KIT49, MIO06].

6 Techniques de caractérisation de l'aimantation

6.1 Microscopie SSM ‡

Ce type de microscopie est basé sur l'utilisation d'un SQUID (*SQUID est l'acronyme de Superconducting QUantum Interference Device*) comme sonde de mesure. Le SQUID consiste en un anneau supraconducteur interrompu par une ou deux jonctions Josephson. Il permet la mesure du flux magnétique pénétrant dans l'anneau par son effet sur les interférences quantiques. Pour plus de détail sur son fonctionnement, on pourra se référer à la littérature [TIN96, ORL91, ROS69, BLO96].

Nous allons présenter ici brièvement le principe de fonctionnement du SSM utilisée par J.R. Kirtley qui a contribué de façon significative à son développement [KIR95]. Le SQUID est en contact avec la surface de l'échantillon (Figure 1.27) et incliné d'un angle de 20° par rapport au film. Cette technique est très sensible à la propreté des échantillons (poussières, ...) puisque le SQUID doit être très proche de la couche pour réagir au champ de fuite. Pour l'acquisition des mesures le principe est simple : on choisit un point de fonctionnement sur la caractéristique, c'est à dire un courant critique de travail. Lors d'une variation de flux, le système s'écarte de ce point de fonctionnement, car un courant de surface se développe dans l'anneau supraconducteur pour compenser cette variation. Une boucle de rétroaction génère alors un flux de compensation, d'amplitude égale à celle du flux imposé par l'échantillon, pour asservir le système sur le point de travail. Le SQUID est déplacé mécaniquement à la surface de l'échantillon par l'intermédiaire d'un moteur pas-à-pas. Le

‡ SSM : Scanning SQUID Microscopy

bruit en champ magnétique pour une telle sonde est typiquement $4 \cdot 10^{-6} G / \sqrt{Hz}$ à 4,2 K [VEA02], ce qui signifie que des champs magnétiques aussi faibles que $10 \mu G$ peuvent être mesurés pour une fréquence typique de mesure de 1-10 Hz. Pour que la mesure du flux reste locale, le SQUID se trouve dans un blindage supraconducteur. Cela rend la fabrication délicate et limite l'application du microscope à des environnements où le champs magnétique ambiant est faible afin d'éviter que les surfaces supraconductrices ne piègent des vortex [KIR96].

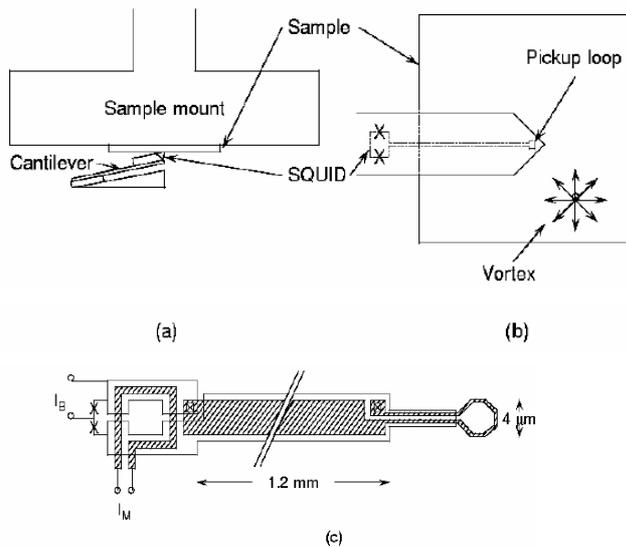


Figure 1.27 : Schéma de la tête de lecture d'un microscope SSM [KIR95]. Le SQUID est couplé à la bobine de capture par l'intermédiaire d'un transformateur de flux. La distance entre les boucles primaire et secondaire du transformateur de flux est de 1,2 mm.

Parmi les méthodes d'imagerie magnétique, ce microscope présente la moins bonne résolution spatiale. Celle-ci est déterminée par la taille de la boucle du primaire du transformateur et est de l'ordre de $\sim 1 \mu m$ [VEA04]. Les limites de cette technique sont liées au fait que le champ magnétique doit être appliqué dans le plan du SQUID (un champ transverse trop élevé ferait transiter le SQUID vers l'état normal) mais aussi que le fonctionnement est limité aux basses températures (à cause de la transition de l'état supraconducteur vers l'état normal du SQUID au-delà de la température T_C caractéristique).

6.2 « Imagerie Bitter pattern » ou décoration magnétique

La technique de décoration «Bitter pattern» est indiscutablement la technique d'imagerie magnétique la plus ancienne (inventée en 1931) [BAR03]. En pratique, l'acquisition des images s'effectue en deux étapes : la première consiste en la décoration de l'échantillon avec des nanoparticules, la seconde en l'observation de la distribution des particules par le biais d'un microscope. L'enceinte de décoration est montrée en figure 1.28 [JOR97].

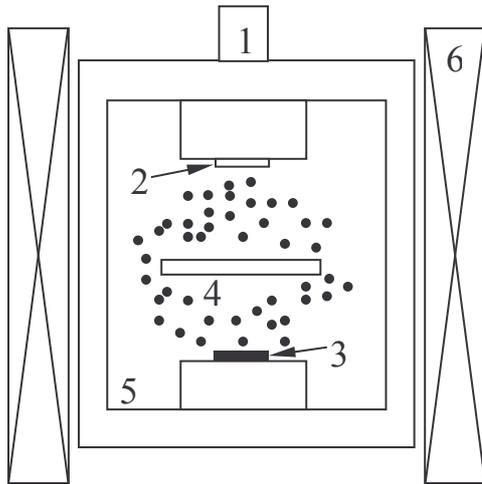


Figure 1.28 : Enceinte de dépôt des nanoparticules ferromagnétiques sur un échantillon, composée de : 1) embout de pompage, 2) Echantillon, 3) Fer, 4) Les nanoparticules de fer, 5) Enceinte pressurisée contenant du gaz He, (6) Bobine Supraconductrice [JOR97].

On évapore sur la surface de l'échantillon ferromagnétique à étudier des nanoparticules telles que (Ni, Fe ou Co) [GRI92a, GRI92b, GUR92, GRI94, YAN00], dans une enceinte en présence d'hélium gazeux sous un vide de 7×10^{-2} Torr [HER76]. Les particules ferromagnétiques se déplacent, soumises à une force liée au gradient de l'induction magnétique B , et s'agglomèrent sur les bords des domaines magnétiques du fait de la présence des lignes de champ de fuite au niveau des parois de domaine. Ces parois peuvent être alors observées en utilisant un microscope optique.

Sur la figure 1.29, on montre un exemple d'une image obtenue par la décoration d'un ensemble de points mémoire d'un disque dur. Cette technique ne fournit aucune information sur l'intensité de l'aimantation ni sur sa direction, en contre partie, elle donne la taille et la forme des domaines magnétiques en surface du matériau.

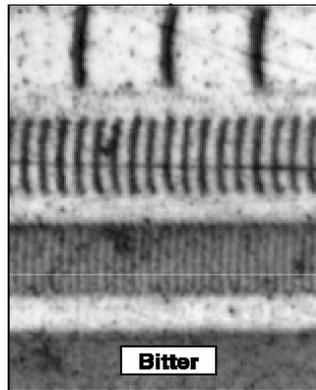


Figure 1.29 : Image de points mémoire sur un disque dur obtenue par la technique de décoration [CEL99].

La résolution latérale de la technique Bitter dépend principalement de la taille des particules qui se regroupe à la surface de l'échantillon magnétique, et de la résolution optique du microscope utilisé pour l'observation. Historiquement, les chercheurs devaient être habiles dans la préparation des nanoparticules, mais aujourd'hui il y a plusieurs fournisseurs commerciaux de ce type de poudre, parfois désignés sous le nom « ferrofluides ». En choisissant les particules appropriées, ces ferrofluides peuvent révéler les structures magnétiques les plus fines et donc améliorer la résolution du système d'imagerie [KIT96]. De meilleures résolutions peuvent être atteintes également en utilisant un microscope électronique à balayage [GOT77].

Le contraste dans la technique de décoration dépend des gradients de champ près des lignes de champ de fuite qui attirent plus au moins bien les nanoparticules. Bien que certains ferrofluides peuvent être sensibles aux champs aussi petits que quelques centaines A/m, les lignes de champ de fuite dans les matériaux présentant une grande perméabilité ou faible anisotropie magnétique peuvent réduire considérablement le contraste à l'image. Pour cette raison, la technique fonctionne généralement mieux sur des échantillons magnétiques ayant un champ coercitif élevé ou bien une aimantation polaire. En pratique, souvent un faible champ magnétique est souvent appliqué perpendiculairement à la surface de l'échantillon dans la phase de décoration pour améliorer le contraste des images.

6.3 Microscopie SEMPA §

La microscopie électronique à balayage avec analyse de la polarisation (SEMPA) est un outil puissant de mesures magnétiques qui permet d'imager l'aimantation de surface d'un ferromagnétique [UNG85]. La microscopie SEMPA accède à l'aimantation par la mesure de la polarisation du spin des électrons du faisceau réfléchi au niveau de la surface de l'échantillon comme le montre la figure 1.30.

§ SEMPA : Secondary Electron Microscope with Polarization Analysis

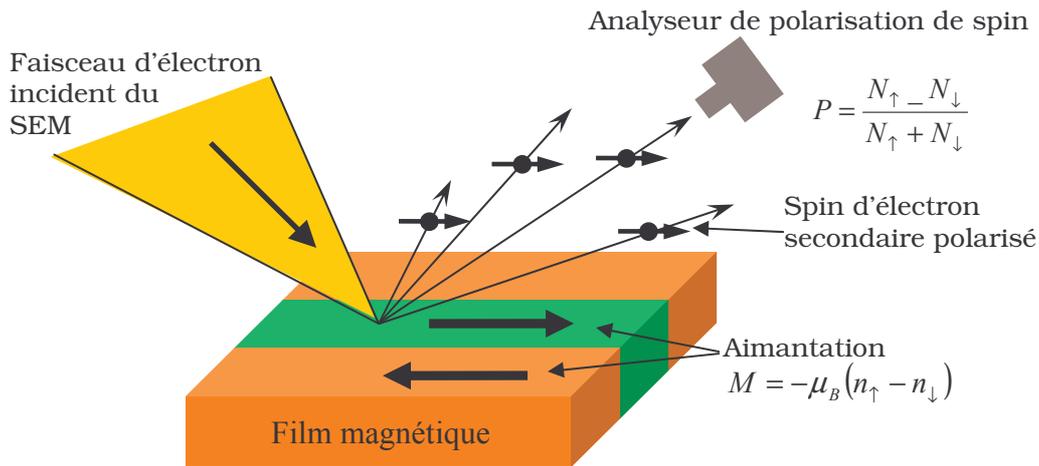


Figure 1.30: Description schématique de la microscopie SEM (Scanning Electron Microscopy) pour un dispositif SEMPA. Polarisation des spins des électrons secondaires lorsque le faisceau est bien focalisé sur la surface de l'échantillon [EPG].

L'intérêt de cette technique réside dans le fait que la polarisation des électrons secondaires ** reflète la densité nette des spins du matériau étudié. En effet, lorsque le faisceau d'électrons bombarde l'échantillon, une partie des électrons le traverse, le reste étant réémis sous forme d'électrons secondaires et rétrodiffusés. L'impact du faisceau avec l'échantillon entraîne aussi d'autres types d'émission comme l'émission de rayons X et l'émission d'électrons Auger ††. Ces émissions permettent une analyse élémentaire qualitative de l'échantillon. L'ensemble des interactions est représenté sur la figure 1.31.

La polarisation le long d'une direction x est :

$$P_x = \frac{N_{\uparrow} - N_{\downarrow}}{N_{\uparrow} + N_{\downarrow}} \quad (1.59)$$

** Lors d'un choc entre les électrons primaires du faisceau et les atomes de l'échantillon, un électron primaire peut céder une partie de son énergie à un électron peu lié de la bande de conduction de l'atome, provoquant ainsi une ionisation par éjection de ce dernier. On appelle électron secondaire cet électron éjecté. Ces électrons possèdent généralement une faible énergie (environ 50 eV). Chaque électron primaire peut créer un ou plusieurs électrons secondaires.

†† Lorsqu'un atome est bombardé par un électron primaire, un électron d'une couche profonde peut être éjecté et l'atome entre dans un état excité. La désexcitation peut se produire de deux façons différentes : en émettant un photon X (transition radiative) ou en émettant un électron Auger (effet Auger). Lors de la désexcitation, un électron d'une couche supérieure vient combler la lacune créée par l'électron initialement éjecté. Durant cette transition, l'électron périphérique perd une certaine quantité d'énergie qui peut être émise sous forme de photon X ou peut alors être transmise à un électron d'une orbite plus externe et donc moins énergétique. Cette électron périphérique se retrouve à son tour éjecté et peut être récupéré par un détecteur. Les électrons Auger possèdent une très faible énergie et sont caractéristiques de l'atome qui les a émis. Ils permettent ainsi d'obtenir des informations sur la composition de l'échantillon et plus particulièrement de la surface de l'échantillon ainsi que sur le type de liaison chimique.

où N_{\uparrow} (N_{\downarrow}) est le nombre d'électrons de spins parallèles (antiparallèles) dans la direction x . Les mesures de la distribution d'énergie des spins d'électrons polarisés d'un ferromagnétique ont montré l'existence d'une forte polarisation des électrons secondaires, ce qui donne la possibilité d'utiliser cet effet pour l'imagerie magnétique. Ici, nous supposons que les électrons présentent une excitation uniforme de la bande de valence. Dans ce modèle simple, on démontre que :

$$P = \frac{n_B}{n_v} \quad (1.60)$$

où n_v est le nombre total d'électrons de valence par atome et n_B est le nombre de magnétons de Bohr par atome. Puisque le magnéton de Bohr est la densité nette de spin par atome ($n_{\uparrow} - n_{\downarrow}$), la polarisation mesurée est directement liée à la contribution de spin dans l'aimantation, telle que :

$$M = -\mu_B (n_{\uparrow} - n_{\downarrow}) \quad (1.61)$$

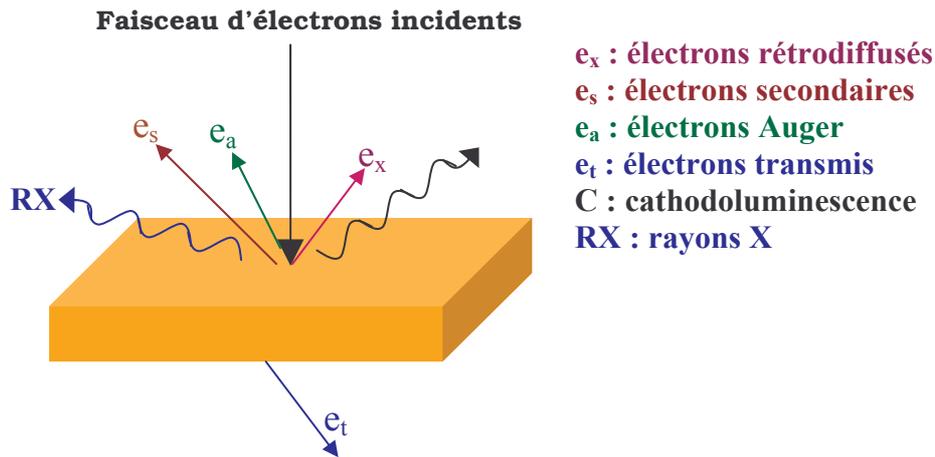


Figure 1.31: Représentation de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon en SEM [VER02].

Cette équation permet de faire une analyse quantitative de l'aimantation mesurée parce qu'elle relie la grandeur sondée à M . Des descriptions plus détaillées de la microscopie SEMPA peuvent être trouvées dans les références [SPE95, OEP91].

Nous montrons comme exemple une image magnétique de nano-fils de Fe dans la figure 1.32 (a). Cet échantillon a été fabriqué par le dépôt du Fe [TUL98]. Les fils de Fe ont une largeur approximative de 100 nm et une longueur de 0,15 mm. Ils sont espacés de 213 nm. L'image magnétique montre des nano-fils de Fe comme des lignes blanches si l'aimantation M est orientée vers le haut, et en noir si l'aimantation est dans le sens opposé. Les régions grises entre les domaines blancs et noirs correspondent au substrat non magnétique.

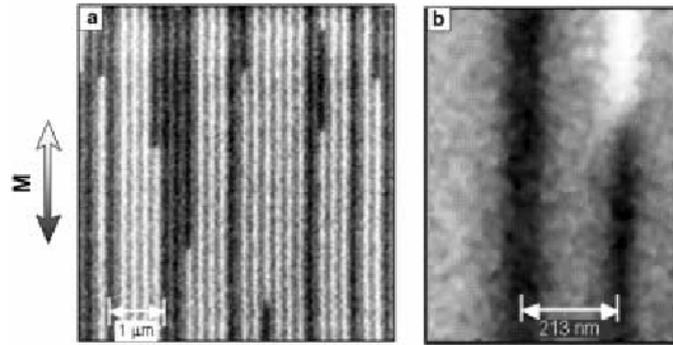


Figure 1.32 : (a) Imagerie magnétique en microscopie SEMPA d'un réseau de nano-fils de Fe où la couleur blanche (noir) indique la direction d'aimantation vers le haut (vers le bas). (b) Une image à haute résolution de SEMPA montrant une paroi de domaine dans un fil [TUL98].

La résolution spatiale de ce dispositif est déterminée en grande partie par le diamètre du faisceau d'électrons de la microscopie à balayage électronique (SEM). La profondeur de pénétration du faisceau d'électron reste très faible (de l'ordre de 1 nm), ce qui limite la sensibilité de cette technique aux quelques couches de surface. Le temps d'acquisition d'image varie de 1 à 100 minutes, suivant la résolution souhaitée, l'aimantation appliquée, et la taille de l'image.

Plusieurs contraintes pratiques rendent moins avantageuse l'utilisation de la microscopie SEMPA pour l'imagerie magnétique. Notamment, le contraste magnétique des domaines est rapidement atténué en présence d'une fine couche non magnétique (telle que la résine, les couches couvrantes de protection, des contaminants adsorbés multicouche et ou simplement naturels) qui apparaît toujours à la surface de couches exposées à l'atmosphère. Par conséquent, préalablement à toute microscopie SEMPA, toute couche superficielle non magnétique doit être enlevée, généralement par la pulvérisation d'ions. Par la suite, les études SEMPA étant réalisées sous vide, les effets de la contamination extérieure après nettoyage sont limités.

6.4 Microscopie à balayage Lorentz

Ce type de microscopie magnétique à très haute résolution tient son nom de la force de Lorentz F_L qui cause une déviation de la trajectoire du faisceau de charges (ex : électrons) en fonction du champ magnétique traversant perpendiculairement la surface d'un échantillon :

$$F_L = e \cdot (v \times B) \tag{1.62}$$

où e et v sont respectivement la charge et la vitesse des charges, et B est l'induction magnétique dans le film.

La microscopie de Lorentz utilise un microscope électronique à transmission conventionnel (CTEM ^{##}) ou d'un microscope à balayage électronique en transmission (STEM ^{ss}).

D'une manière générale, la microscopie de Lorentz peut fonctionner suivant 3 modes d'imageries distincts [FAD92, CHA84] : mode Fresnel, mode Foucault, et mode contraste de phase différentiel (DPC) [FAD92, MAN96, CHA84].

Le mode de fonctionnement Fresnel sur un CTEM est adapté à la visualisation des parois de domaines [HEY95]. La force de Lorentz, dévie légèrement le faisceau vers une des deux parois de chaque domaine en fonction de la direction de son aimantation. Si la lentille magnétique est défocalisée, une image en dehors du foyer du film se forme (Figure 1.33) qui permet de localiser les parois de domaines.

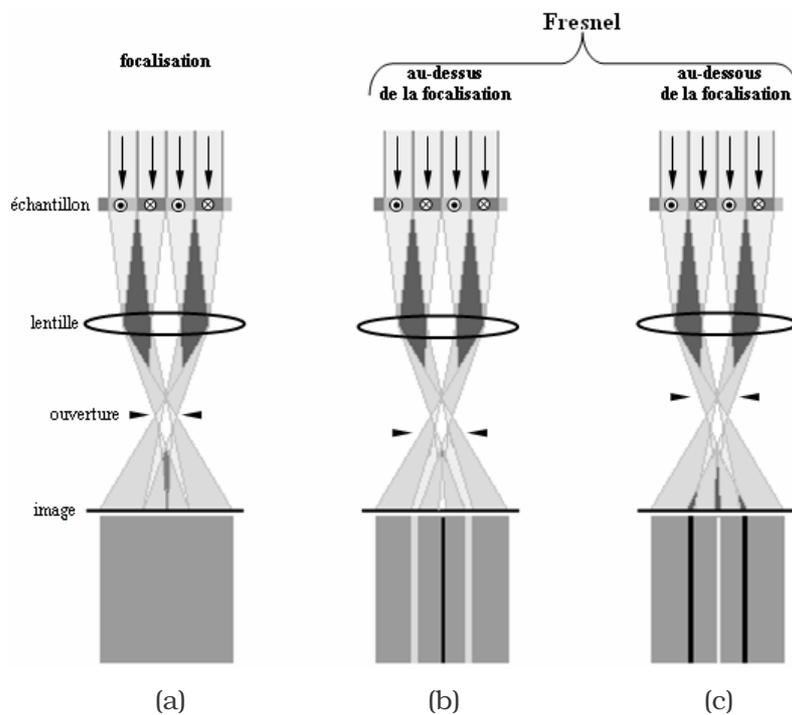


Figure 1.33: (a) Principe de fonctionnement d'un microscope de transmission électronique en transmission (CTEM), (b) et (c) Principes de fonctionnement du mode de microscopie de Fresnel [CHA04].

Les parois de domaines magnétiques sont contrastées et apparaissent sous la forme de lignes de couleur blanches (convergentes) et noires (divergentes) alternativement. Les lignes blanches se produisent à la position des parois de domaine pour lesquels l'aimantation de chaque côté guide les électrons vers les parois (Figure 1.34).

^{##} CTEM : Conventional transmission electron microscopy
^{ss} STEM : Scanning transmission electron microscopy

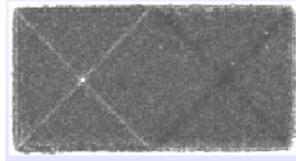


Figure 1.34 : Image en mode de Fresnel d'un matériau magnétique montrant les parois de domaines de couleur blanche ou noire [CHA04].

Le second mode de fonction du microscope de Lorentz est le mode de Foucault [HEY95]. Cette configuration est plutôt adaptée à la visualisation des domaines magnétiques. En restant focalisé sur la surface de l'échantillon étudié, la diffraction des électrons se fait au niveau du plan mobile du microscope contenant une ouverture (Figure 1.35). En déplaçant la position de cette ouverture, il est possible de bloquer les électrons du faisceau qui sont déviés par le champ magnétique en fonction de la position de l'ouverture, les domaines magnétiques dans les images seront contrastés en noir et blanc (Figure 1.36 (a)). Les intensités lumineuses de chaque domaine dans ce type d'images varient en fonction de la direction de l'aimantation.

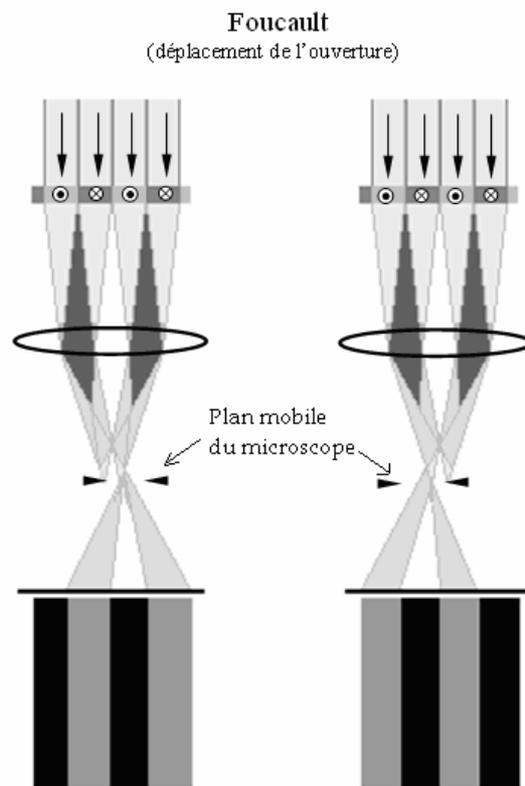


Figure 1.35 : Représentation du principe de fonctionnement d'un microscope de Lorentz en mode Foucault [CHA04].

La technique de contraste de phase différentiel (DPC) a été développée par Chapman *et al.* [CHA04]. Elle nécessite l'utilisation d'un microscope électronique à transmission (STEM). Le film étudié est balayé avec une petite sonde à électron et le signal transmis est mesuré par

une sonde circulaire coupée en quatre quarts de cercle. La déviation des électrons causée par la force de Lorentz a comme conséquence le déplacement du signal du centre de la sonde. L'aimantation peut être calculée à partir de la différence entre les signaux sur les quarts de cercle du détecteur. Ainsi la technique de DPC permet de restituer l'intensité de l'aimantation perpendiculaire à la direction de faisceau d'électrons, c.-à-d. dans le plan du film.

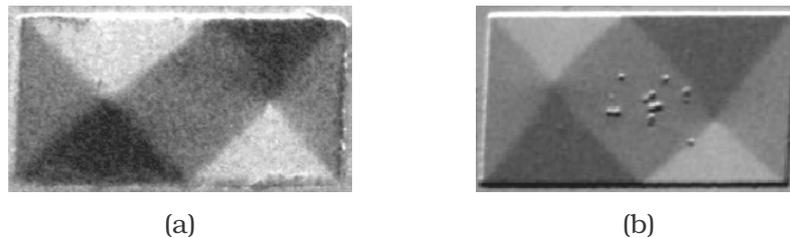


Figure 1.36: Image magnétique d'une structure magnétique contenant des domaines magnétiques en mode : (a) Foucault, (b) DPC [CHA04].

Ces techniques de mesures qui nécessitent un microscope TEM restent assez complexes et difficiles à mettre en œuvre. Elles ont une sensibilité en champ magnétique de $10 \text{ G}/\sqrt{\text{Hz}}$ [VEA02] et une excellente résolution spatiale (<5 nm) [VOL04], en particulier la DPC, approchant dans les meilleures conditions pour les structures magnétiques 2 nm, et 10-20 nm dans les conditions classiques. Les durées d'acquisitions d'images sont typiquement de l'ordre d'une dizaine de secondes. Toutefois, de tels dispositifs de mesure à haute résolution peuvent coûter jusqu'à 1M\$.

Ce type de microscopie est généralement applicable pour les échantillons de moins de 150 nm d'épaisseur. Comme pour les techniques basées utilisant un faisceau d'électron, les échantillons étudiés doivent être tous conducteurs afin d'évacuer les charges incidentes. En outre, le champ magnétique assurant le guidage du faisceau électronique ne doit pas influencer la structure de domaine des échantillons étudiés.

6.5 Microscopie à sonde de Hall (SHPM ^{***})

La microscopie à effet Hall est une des méthodes à balayage les plus utilisées permettant des mesures directes et quantitatives de flux magnétique de surface [CHA92a, ORA96, SAN01a, BEK02, BRO03, SAN04a, SAN04b, SAN04c, PRO05].

La figure 1.37 (a) montre un schéma d'un microscope à sonde de Hall. La sonde de petite dimension se déplace par rapport à la surface de l'échantillon à l'aide d'actionneurs piézo-électriques comme ceux utilisés dans la microscopie en champ proche. Une photographie de la sonde est présentée à la figure 1.37 (b): la partie active de la sonde de Hall est située à

^{***} SHPM : Scanning Hall probe microscopy

0,25 μm de l'extrémité de la pointe sur laquelle a été déposée une couche d'or qui sert de pointe tunnel.

Dans ce microscope, la sonde Hall mesure le champ magnétique tandis que la pointe tunnel contrôle la distance pointe-échantillon pendant le balayage piézo-électrique. Ainsi grâce à l'asservissement tunnel, la sonde magnétique reste à une faible distance de la surface ce qui permet une mesure locale des flux avec une résolution magnétique de $7\mu\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$ et une très bonne résolution spatiale (0,12 μm) [SAN01b]. La résolution spatiale des capteurs, pour une source très proche (par rapport à la dimension de sa zone active), est déterminée par sa dimension latérale.

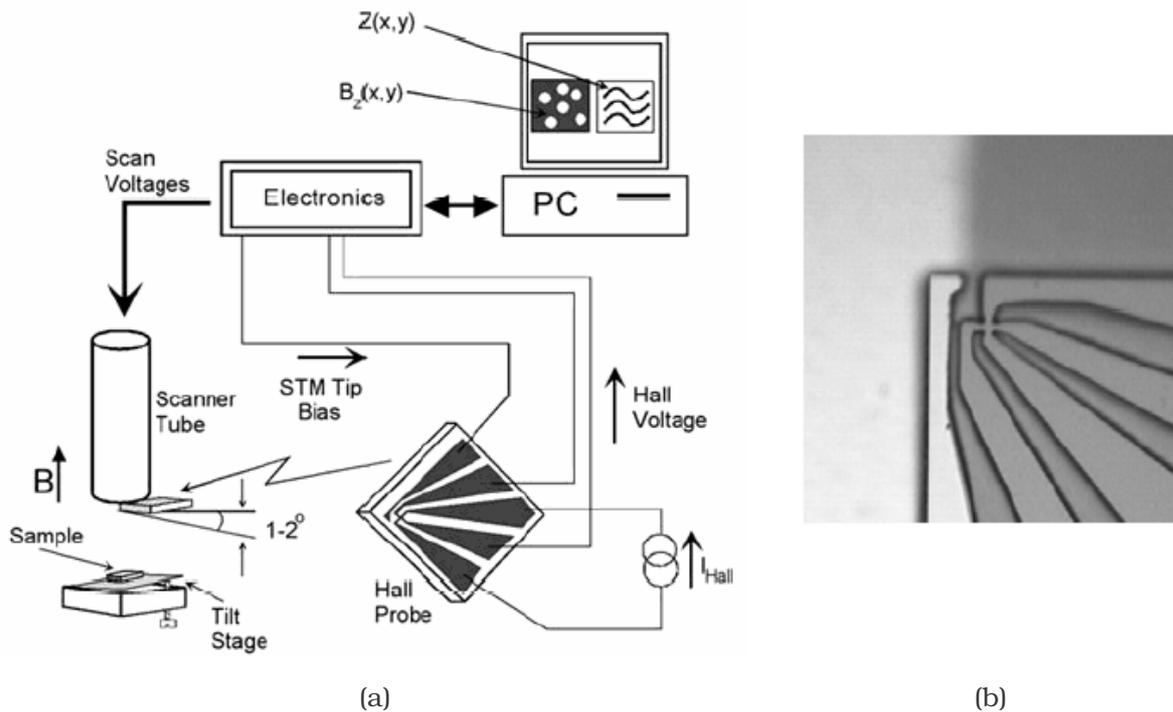


Figure 1.37: (a) Schéma d'un microscope à sonde de Hall. (b) Image optique d'une sonde Hall [ORA02].

Dans un capteur à effet Hall, une tension transverse apparaît dans un conducteur traversé par courant et plongé dans un champ magnétique perpendiculaire au sens du courant. La tension Hall V_H s'écrit :

$$V_H = \frac{I B}{|q| n_s} = R_H \cdot I \quad (1.63)$$

où I est le courant continu circulant dans le capteur, B le champ appliqué perpendiculairement au plan du capteur, q la charge de l'électron et n_s la densité surfacique de porteurs dans la couche conductrice. R_H est appelée résistance de Hall.

La tension V_H croît linéairement avec I (lui-même déterminé par la mobilité des porteurs), mais, au-delà d'une certaine limite, les courants élevés causent un échauffement par effet Joule dont l'intensité est proportionnelle au carré du courant I qui, s'il est excessif, peut endommager la sonde.

On préfère un semi-conducteur à un conducteur dans la réalisation d'une sonde à effet Hall car la sensibilité, inversement proportionnelle à " n_s ", est plus grande.

La microscopie SHPM peut opérer sur un large intervalle de température (4 - 300 K) [ORA02, COF67]. Son utilisation en tant que microscope n'a été présentée pour la première fois qu'en 1992 par Chang *et al.* [CHA92a, CHA92b]. Il a utilisé un microcapteur à effet Hall réalisée sur une couche bidimensionnelle de type GaAs/Al_{0,3}Ga_{0,7}As à très haute mobilité. La densité surfacique de porteurs dans le cas de la sonde de Hall est de l'ordre de $2,5 \cdot 10^{11}$ cm⁻². La mobilité du capteur de Chang est de $5 \cdot 10^4$ cm²/Vs à 4,2K [CHA92a, CHA92b].

Malgré l'excellente sensibilité magnétique à température ambiante de ces sondes Hall à base de GaAs, ils restent peu avantageux à l'utilisation à 300 K vu la sévère dégradation de la résolution spatiale des images magnétiques à cause de la déplétions en surface qui limite le courant maximal (I_{max}) qu'ils subissent dans des capteurs de dimension inférieure à 1 μm².

La réduction du courant I_{max} est responsable également de la diminution de la sensibilité magnétique.

Les sondes à effet Hall mises au point par Sandhu *et al.* se présentent sous forme de couche mince de dimensions latérales nanométriques pour le Bi et micrométrique pour InSb [SAN04a]. Elles présentent une alternative de choix aux sondes GaAs à cause de l'amélioration non négligeable qu'elles apportent à la résolution spatiale pour $T = 300$ K. La déplétions du courant limitent la taille minimale des dispositifs GaAs à ~ 1.5 μm² avec un courant maximum $I_{max} \sim 3$ μA et $B_{min} \sim 0.2 G/\sqrt{Hz}$. Le B_{min} de la sonde InSb de dimension 1.5 μm² vaut $6 \cdot 10^{-3} G/\sqrt{Hz}$ avec $I_{max} = 100$ μA. De plus, la sonde en Bismuth (Bi) de dimension 200 nm* 200 nm a permis l'obtention de belles images des films de grenat, avec $I_{max} = 40$ μA et une sensibilité de l'ordre de $\sim 0.80 G/\sqrt{Hz}$ [SAN04a]. La figure 1.38 représente deux images magnétiques d'une surface $25\mu\text{m} * 25\mu\text{m}$ d'un grenat. Les deux images sont obtenues en utilisant une sonde Hall avec un film InSb pour la figure 1.38 (a) et Bi pour la figure 1.38 (b). Le courant circulant dans le capteur est $I = 10$ μA. Le contraste des images magnétiques montre que la sonde InSb offre une meilleure sensibilité à la température ambiante.



Figure 1.38 : Images magnétiques par microscopie SHPM d'une surface $25\mu\text{m} * 25\mu\text{m}$ d'un film de grenat pour un courant $I = 10 \mu\text{A}$ avec deux sondes Hall: (a) Sonde InSb de dimension micrométrique, (b) Sonde Bi de dimension nanométrique [SAN04a].

Le bruit électronique de la sonde à effet Hall ramené en champ magnétique s'exprimant en $(G/\sqrt{\text{Hz}})$ s'écrit sous la forme:

$$\frac{e_n}{S} = \frac{\sqrt{4kT.R_a}}{R_H.I} \quad (1.64)$$

où e_n désigne la densité spectrale de tension de bruit de la sonde exprimée en $V/\sqrt{\text{Hz}}$, S désigne le signal délivré par la sonde proportionnel au champ mesuré exprimé en V/G et R_a est la résistance électrique de la zone active du capteur que nous supposons carrée de côté W . R_a ne dépend pas de W si bien que e_n/S s'écrit :

$$\frac{e_n}{S} = \frac{\sqrt{4kT.q.n_s}}{I.B_b\sqrt{\mu}} \quad (1.65)$$

μ est la perméabilité du matériau de la sonde Hall. Dans le cas du capteur d'Oral ($0,85*0,85 \mu\text{m}^2$) à 4,2 K, pour une bande équivalente de bruit du système à $B_b = 10^7 \text{ Hz}$, la résolution expérimentale est de 10^{-5} T (soit 0,1G). Supposons que la bande passante du système est ajustée à l'aide d'un filtre passe bas du 1^{er} ordre de constante de temps $\tau = 0,35/f_{-3\text{dB}}$. La bande équivalente B_b de bruit vaut alors $B_b = 1/2\tau$.

Pross *et al.* ont trouvé qu'au-dessus de la fréquence de 10 kHz, le bruit de basse fréquence diminue en dessous de la valeur du bruit de Johnson qui, pour un courant typique de 40 μA , est de $4 \text{ mG}/\sqrt{\text{Hz}}$ [PRO05].

6.6 Holographie Electronique

Rappelons tout d'abord le principe de l'holographie en optique. Considérons le montage suivant la figure 1.39 [PER84].

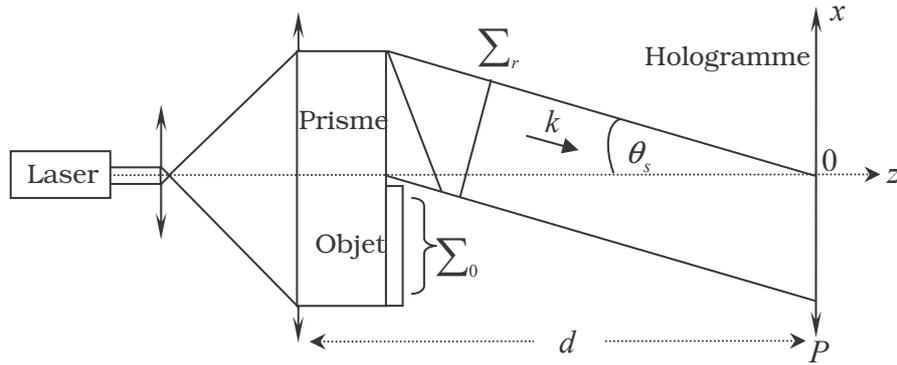


Figure 1.39 : Banc d'holographie [PER84].

Notons $\psi_0 = A_0 \exp(i\phi_0)$ et $\psi_r = A_r \exp(i\phi_r)$ les amplitudes complexes, au point P(x,y) du plan d'enregistrement P, des ondes issues de l'objet et du prisme. L'onde de référence issue du prisme est inclinée d'un angle $\theta_s = (n-1).A$, où n et A sont respectivement l'indice et l'angle au sommet du prisme. Elle représente donc un déphasage égal à $\phi_r = -2\pi \frac{x \cdot \sin \theta_s}{\lambda}$.

L'amplitude et la phase ψ_0 dépendent des caractéristiques de l'objet imagé. L'intensité totale des ondes incidentes au point P s'écrit :

$$I = (\psi_r + \psi_0) \cdot (\psi_r + \psi_0)^* = I_0 + I_r + 2\sqrt{I_0 \cdot I_r} \cdot \cos\left(\phi_0 + 2\pi \frac{x \cdot \sin \theta_s}{\lambda}\right) \quad (1.66)$$

Où $I_0 = A_0^2$ et $I_r = A_r^2$

L'holographe correspond à l'enregistrement des franges d'interférences dans le plan P. la reconstruction de l'image virtuelle correspond à l'objet peut être obtenue à l'aide du dispositif expérimental décrit dans la figure 1.40.

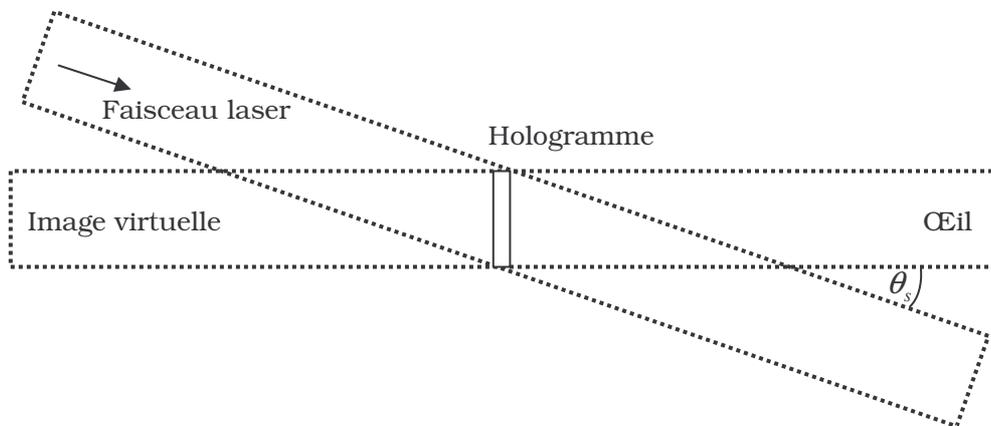


Figure 1.40 : Reconstruction d'une image à partir du hologramme.

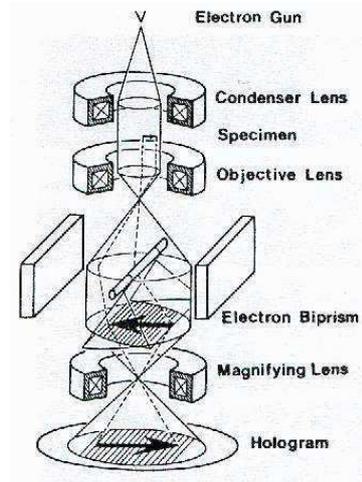
La transmittance, t , de l'hologramme est une fonction affine de l'exposition lumineuse donc de l'intensité I : $t = a + b.I$. Si l'on éclaire l'hologramme avec une onde analogue à l'onde de référence (même angle θ_s), on obtient une onde émergente d'amplitude complexe $t.\psi_r$, c'est à dire :

$$t.\psi_r = (a + b.I_r).\psi_r + b.I_0.\psi_r + b.|\psi_r|^2.\psi_0 + b.|\psi_r|^2.\psi_0^* \quad (1.67)$$

Les 1^{er} et 2^{ème} termes de cette expression ne contiennent pas d'information intéressante. Par contre, le 3^{ème} terme est une onde analogue à l'onde objet et le 4^{ème} est un terme ressemblant à l'onde objet puisque proportionnel au conjugué de ψ_0 . Un observateur placé derrière l'hologramme reçoit plusieurs ondes dont l'une permet de voir l'objet virtuel reconstruit à travers l'hologramme.

Cette technique d'holographie optique peut être étendue en utilisant des fonctions d'ondes électroniques. C'est la technique d'holographie électronique. L'imagerie de domaines magnétiques est une application importante de l'holographie électronique [TON94] en partie parce que cette technique permet à la fois la visualisation et la mesure quantitative du flux magnétique Φ . Cette technique a été originellement imaginée par Denis Gabor [STR66] alors qu'il travaillait à l'amélioration de microscopes électroniques (Figure 1.41).

Figure 1.41 : Principe de l'holographie électronique [HAS89, MAS89].



La figure 1.42 donne un exemple d'image magnétique obtenue par cette méthode.

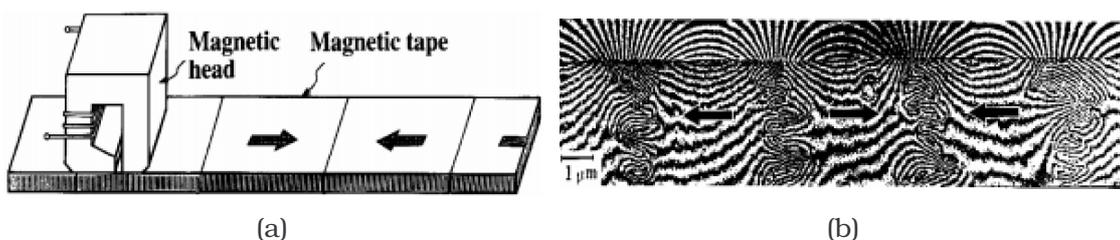


Figure 1.42 : (a) Représentation schématisique des domaines magnétiques dans le plan d'une bande magnétique. (b) Un micrographe d'interférence, obtenu en utilisant l'holographie électronique, illustrant la distribution de flux extérieure [TON92].

L'analyse de ces images nécessite de rappeler l'effet Aharonov-Bohm. Si l'on considère le dispositif expérimental suivant :

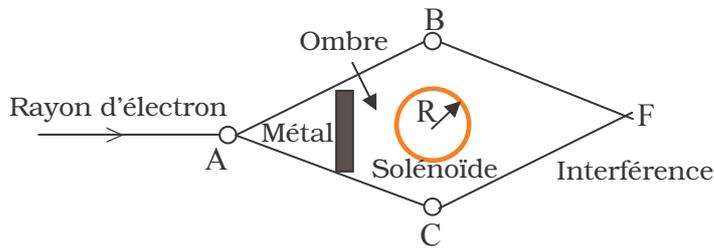


Figure 1.43: Interférence d'Aharonov-Bohm [AHA59].

Les deux ondes électroniques interférant en F présentent un déphasage égal à $\pi \frac{\phi_f}{\phi_0}$ où ϕ_f

représente le flux embrassé par un chemin fermé entourant le solénoïde et ϕ_0 le quantum de flux. Par conséquent, deux ondes électroniques seront en opposition de phase si le flux embrassé est égal à un quantum de flux. Dès lors, en frôlant la surface du film ferromagnétique, l'onde électronique incidente se divise en différentes ondes électroniques en opposition de phase. Par conséquent, une alternance de zones blanches et noires dans l'image reconstruite de l'objet, correspond à la présence d'un quantum de flux (figure 1.42 (b)). Enfin la résolution spatiale atteinte est d'environ 0,4 μm .

Ce type de microscopie globale est lourde de mise en œuvre et nécessite de procéder en 2 phases, une phase d'imprégnation du contraste de phase sur le négatif puis une phase de révélation.

6.7 Microscopie Magnéto-optique

Les effets magnéto-optiques (MO) résultent de l'interaction de la lumière avec un milieu aimanté ou de son passage dans un champ magnétique. L'état de polarisation de la lumière est alors modifié. Lorsqu'une onde est polarisée linéairement, on peut observer une rotation de la polarisation, et un changement de son ellipticité. On distingue parmi les effets MO deux classes : les effets MO du premier ordre (effets Faraday, Kerr ou dichroïsme circulaire magnétique), et les effets du second ordre tels que (effet Voigt ou Cotton-Mouton). Nous nous intéresserons ici uniquement aux banc de mesure à base d'effets MO Kerr et Faraday.

6.7.1 Banc d'imagerie Faraday

Cette technique d'imagerie MO s'appuie sur l'effet Faraday : à la traversée d'un milieu optiquement actif, le plan de polarisation d'une lumière polarisée rectilignement tourne sous l'action d'un champ magnétique extérieur. Nous considérerons que la direction de propagation de la lumière (axe z) est aussi celle d'application du champ magnétique. Pour un matériau plongé dans un champ uniforme (Figure 1.44), on a :

$$\theta_F = V_e \cdot B_z \cdot l \tag{1.68}$$

où V_e désigne la constante de Verdet, B_z est la composante du champ dans la direction de propagation oz et l est l'épaisseur du matériau selon la direction de propagation. Dans le cas où le champ magnétique n'est pas uniforme, la rotation s'obtient par intégration sur l'épaisseur l :

$$\theta_F = V_e \int_z^{z+l} B_z dz \tag{1.69}$$

Une caractéristique importante de l'effet Faraday est que la rotation du plan de polarisation de la lumière est indépendante du sens de propagation de la lumière dans le matériau. Lors d'une double traversée du milieu optiquement actif (les grenats) par la lumière, par exemple suite à une réflexion à l'interface, les effets magnéto optiques s'ajoutent. Cette propriété est exploitée en imagerie MO qui procède par analyse de la lumière réfléchie par une couche optiquement en contact avec la couche magnétique à analyser.

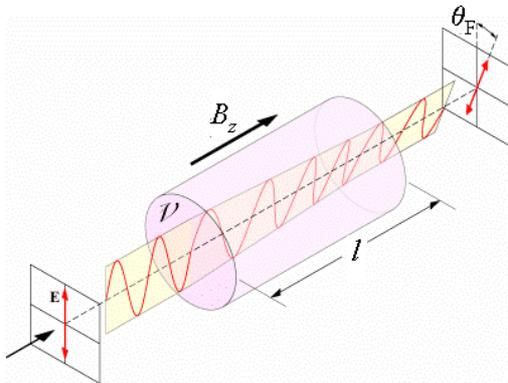


Figure 1.44 : Manifestation de l'effet Faraday dans un matériau transparent sous la forme d'une rotation du plan de la polarisation de la lumière initialement polarisée rectilignement.

Pour visualiser les champs de fuite perpendiculaires à la surface d'un matériau magnétique ou supraconducteur (figure 1.45), on plaque au niveau de la surface de l'échantillon un film de type grenat à aimantation planaire. Les grenats sont utilisés en double transmission via une réflexion sur un miroir.

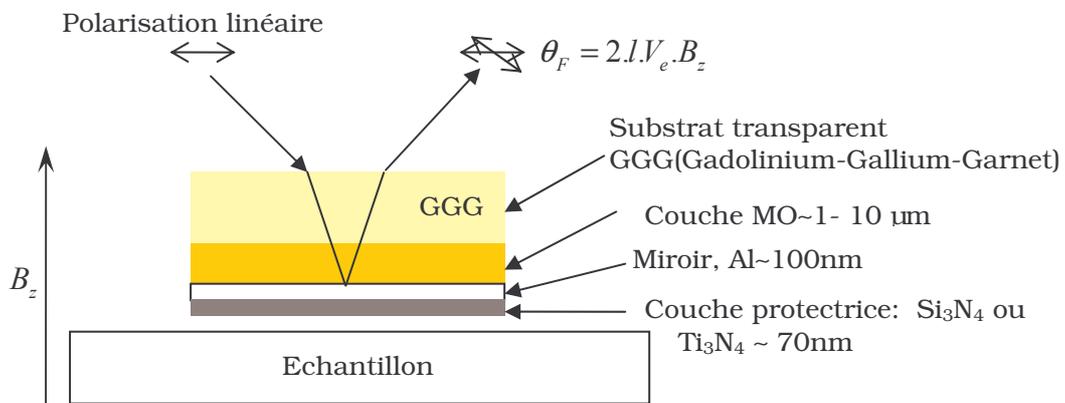


Figure 1.45: Empilement MO constitué du substrat transparent GGG (Gadolinium-Gallium-Garnet), du grenat, du miroir et de la couche de protection. En pratique, l'incidence n'est

pas oblique mais normale à la surface de l'échantillon. θ_F désigne l'angle de rotation de la polarisation de la lumière incidente [VIL06].

Actuellement, il existe deux grands types de matériaux à effet Faraday utilisés pour l'imagerie MO:

- Les matériaux à base d'Europium, EuS et EuSe, utilisés à basse température ($T \leq 20K$) [SCH91, LAE72].
- Les grenats YIG (Yttrium Iron Garnet) engendrent une forte rotation Faraday (de l'ordre du degré par micromètre d'épaisseur du grenat), sont également utilisables à basse température ainsi qu'à température ambiante.

En pratique, il existe quelques points délicats à développer : tels que le positionnement de la couche MO sur la surface film étudié. La résolution spatiale et la sensibilité sont tributaires du gap d'air existant entre l'échantillon et la couche MO. Plus le gap est important, moins la résolution est bonne. Généralement cette résolution spatiale n'excède pas $3 \mu m$ [KOB95]. D'un autre côté, la constante de Verdet varie en fonction de la température, et par conséquent une excursion sur un intervalle de température lors d'une mesure peut donner une rotation Faraday supplémentaire.

Le rapport signal sur bruit S/B d'un banc de mesure Faraday est définie par [WAR02]:

$$\frac{S}{B} \approx \theta_F \sqrt{2N_{\max} \frac{T_{//}}{T_{\perp}}} \quad (1.70)$$

Où θ_F est l'angle de rotation du plan de polarisation de la lumière, N_{\max} est la valeur maximale du nombre des niveaux de gris des images Faraday, et le rapport $\frac{T_{//}}{T_{\perp}}$ exprime le taux d'extinction de la paire Polariseur/Analyseur. Le fait de cumuler des images revient à modifier la valeur de N_{\max} de façon proportionnelle au nombre d'images cumulées.

Pour $N_{\max} = 2^{15} - 1$, $\frac{T_{//}}{T_{\perp}} = 100$, et une sensibilité de couche de l'ordre de $1,2 \cdot 10^{-2} \text{ }^\circ/\text{Gauss}$

comme pour les grenats YIG, le rapport signal sur bruit donne une sensibilité de 2.24 G [WAR02, FLA01].

Dans des conditions optimales, la technique a permis par exemple d'obtenir des images de vortex ponctuels au sein de supraconducteurs à basse température critique avec une résolution submicronique [GOA03].

6.7.2 Banc d'imagerie Kerr

L'effet Kerr magnéto-optique, connu sous le nom de Magnéto-Optical Kerr Effect (MOKE) a été découvert par J. Kerr en 1876, soit environ 30 ans après l'effet Faraday. C'est un effet de

«biréfringence artificielle » en réflexion. L'effet Kerr qualifié de polaire (cf chap.2, §3.2), résulte d'une différence d'absorption (dichroïsme) entre composantes lumineuses polarisées circulairement et aussi d'un déphasage entre elles (biréfringence circulaire). La biréfringence engendre la rotation et le dichroïsme l'ellipticité. Pour l'effet Kerr qualifié de longitudinal (cf chap.2, §3.2), les états propres sont elliptiques, rotation et ellipticité dépendent des deux phénomènes. Dans le cas général, c'est la force de Lorentz qui s'exerce sur le nuage électronique oscillant qui engendre la rotation. Le champ magnétique est créé par l'aimantation du matériau (champ interne et non champ appliqué).

L'effet Kerr se traduit par la rotation du plan de polarisation et/ou de l'ellipticité d'un faisceau incident (polarisé linéairement) après réflexion sur un matériau magnétique (Figure 1.46).

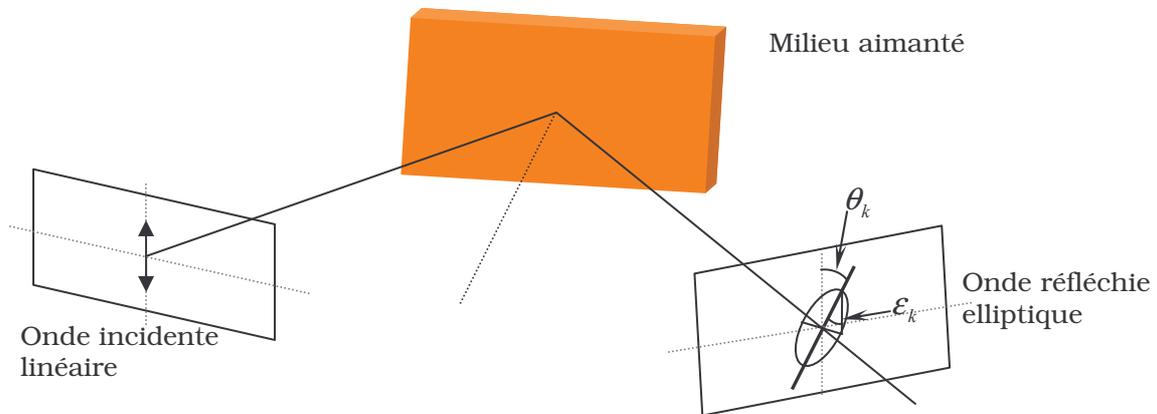


Figure 1.46 : Effet Kerr MO traduisant la transformation d'une onde linéaire en une onde elliptique, après réflexion sur un milieu aimanté.

Pour décrire cette modification de l'état de polarisation on introduit deux quantités :

- θ_k l'angle de rotation de l'axe principal de l'ellipse de polarisation par rapport à la direction de polarisation.
- ϵ_k l'ellipticité qui est définie comme le rapport du petit axe sur le grand axe de l'ellipse de polarisation. Pour de faibles valeurs, elle se confond avec l'angle sous lequel est vu le petit axe à partir du sommet de l'ellipse.

Le terme de rotation complexe α s'écrit sous la forme :

$$\alpha = \theta_k + i\epsilon_k \tag{1.71}$$

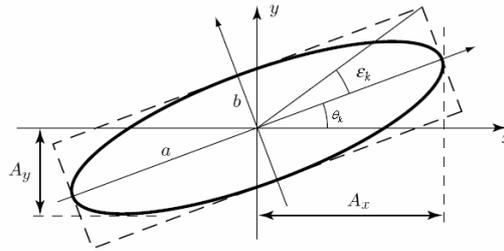


Figure 1.47 : Représentation de la rotation Kerr θ_k et de l'ellipticité ε_k d'une onde elliptique et définition des paramètres géométriques la caractérisant [WEI04].

La source de lumière est un Laser dont le faisceau lumineux est polarisé linéairement avec un film polariseur. Le faisceau Laser est focalisé sur un échantillon soumis à un champ magnétique. Après réflexion sur la couche MO, le faisceau est dirigé vers la caméra CCD en passant par un analyseur. Le polariseur d'entrée permet d'obtenir une polarisation rectiligne de l'onde incidente sur l'échantillon. L'angle entre les directions du polariseur et de l'analyseur est réglé pour avoir un bon taux d'extinction et donc un meilleur contraste.

La résolution spatiale de l'imagerie MO Kerr est déterminée par la résolution du système optique et en particulier son ouverture numérique. Pour une ouverture numérique d'objectif idéale de 1, où on récupérerait, en champ lointain, toute la lumière réfléchie dans un demi-espace, le critère de Rayleigh donne une résolution optimale de $\lambda/2$. Soit pour le bleu, environ $0,2 \mu\text{m}$. Pour une ouverture numérique de 0,42 (correspondant à l'objectif utilisé dans le système d'imagerie décrit au chapitre 2), la résolution vaut au mieux $1,22.\lambda/0,8$, soit $0,6 \mu\text{m}$.

D'autres améliorations de résolution peuvent être obtenues en employant d'autres formes de collection de la lumière en champ proche, mais ces méthodes sont plus difficiles à mettre en œuvre [BET92, SIL96]. La profondeur de mesure dans l'imagerie Kerr est déterminée par la profondeur de pénétration de la lumière qui est environ de 20 nm dans un métal. Par conséquent, la technique peut être appliquée sur des échantillons couverts d'un film de protection très fin même s'il est opaque.

Les mesures Kerr sont très sensibles à la topographie qui peut engendrer une diffusion du rayon réfléchi. Par conséquent, l'imagerie Kerr exige une préparation soignée de la surface des échantillons en appliquant un polissage mécanique, suivi d'un polissage chimique ou du recuit pour enlever les défauts restants. Des surfaces de haute qualité peuvent également être obtenues par les techniques de dépôt usuelles : MBE, sputtering, canon à électrons, évaporation thermique,

L'un des plus grands avantages de l'imagerie MO est la vitesse d'acquisition des images magnétiques. L'imagerie stroboscopique en utilisant une source laser pulsée peut imager le déplacement de parois de domaines avec une vitesse de quelques nanosecondes [PET90]. La difficulté principale en imagerie Kerr est de séparer l'image magnétique d'un fond non-magnétique potentiellement plus grand et d'éliminer les variations d'intensité liées à la

topographie de l'échantillon [SCH85, ARG90, TRO94]. Diverses approches ont été employées pour améliorer le contraste et pour éliminer l'effet topographique. La méthode la plus commune est d'opérer une différence entre deux images correspondant à deux états magnétiques, dont l'un, par exemple, correspond à un état magnétique saturé.

6.8 Dichroïsme Circulaire Magnétique de Rayons X (XMCD)

Le Dichroïsme Circulaire Magnétique des rayons X (XMCD pour X-ray Magnetic Circular Dichroism) est une technique dont l'importance est croissante pour l'étude du magnétisme des nanostructures. C'est un moyen de spectroscopie par absorption utilisant une lumière polarisée circulairement. Cette technique est équivalente, dans la gamme des rayons X, à la partie dichroïsme de l'effet Faraday. La première étude théorique du dichroïsme remonte à 1975 et est due à Erskine et Stern [ERS75]. La première confirmation expérimentale n'est cependant intervenue que 10 ans plus tard avec l'expérience de Van der Laan [LAA86]. La différence d'absorption entre lumières circulaires permet de déterminer les propriétés magnétiques macroscopiques du matériau. Le taux d'absorption des photons polarisés circulairement par un échantillon magnétique dépend de l'orientation relative de l'aimantation (parallèle ou antiparallèle) par rapport à la direction de propagation de la lumière.

Le dispositif expérimental conçu pour les études d'absorption de rayons X en fonction de la polarisation du faisceau repose sur le même principe que celui de l'effet Kerr magnéto-optique. Ce dispositif permet les mesures d'absorption à l'aide d'un faisceau de rayons X monochromatique. La surface éclairée par le faisceau, au niveau de l'échantillon, présente une section rectangulaire de quelques dixièmes du mm² de superficie.

Lorsque l'on étudie des nanostructures élaborées en surface, la quantité de matière qui participe au magnétisme est très faible. Dans ce cas, les mesures réalisées sur tout l'échantillon (par SQUID par exemple) peuvent être gênées par un signal diamagnétique qui vient du volume de l'échantillon. Les techniques les plus adaptées dans ce cas de figure sont donc les techniques d'analyse qui sont sensibles principalement à la surface comme le XMCD et l'Effet Kerr Magnéto-Optique. Le XMCD a permis de mesurer le magnétisme d'atomes isolés tels que Co sur Pt(111) [GAM03], de fils mono-atomiques de Co sur Pt(997) [GAM00]. Sa résolution spatiale est typiquement de l'ordre de 500 nm, et peut atteindre dans les conditions optimales 300 nm. Le temps d'acquisition d'une image magnétique est généralement de quelques secondes, et peut devenir de quelques minutes si l'image est de haute résolution. L'équipement de l'imagerie magnétique implique un système optique sophistiqué de rayon X.

6.9 Microscopie à force magnétique (MFM)

La microscopie de force est un concept tout à fait général qui peut être appliqué à des forces d'origines autres que celles de type Van der Waals ^{†††}. Martin et al [MAR87] ont adapté ce concept à l'étude du magnétisme de surface en développant ce qu'on appelle communément le Microscope à Force Magnétique (MFM ^{†††}). Le principe général est le même que celui de l'AFM^{§§§} [SAR91] toutefois dans la microscopie MFM les pointes sont recouvertes d'un matériau magnétique. Le MFM ne permet pas de détecter directement l'aimantation de la surface. La figure 1.48 illustre le principe général de détection du MFM. La pointe est uniquement sensible à la force magnétique, c'est-à-dire au gradient de champ magnétique. La technique est sensible à une composante magnétique (verticale ou horizontale, selon l'aimantation de la pointe) liée à l'interaction de la pointe avec les lignes de champ au voisinage de la surface de l'échantillon.

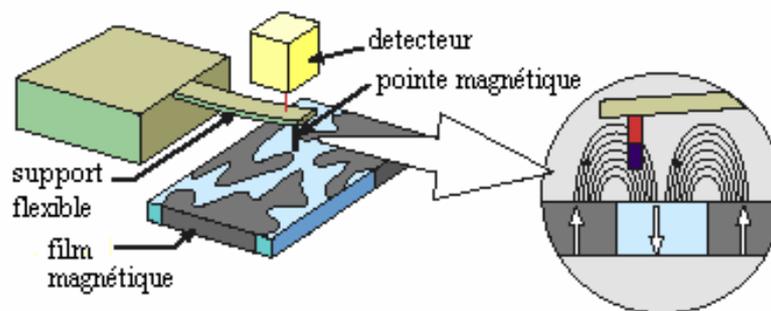


Figure 1.48: Principe de mesure de la Microscopie à Force Magnétique (MFM) [ABE05].

Dans le mode MFM, les microscopes opèrent obligatoirement en mode non contact. La pointe est solidaire d'un levier flexible, qui est mis en oscillation perpendiculairement à la

^{†††} Les forces de Van der Waals, d'intensité faible, sont de diverses natures.

Elles varient en $1/r^7$, ce qui veut dire qu'elles diminuent rapidement avec la distance .

On peut comparer leur importance en exprimant l'énergie qu'il faudrait fournir pour rompre ces interactions.

- Interaction dipôle permanent /dipôle permanent (force de Keesom)

$$F_K = k_f \mu_1^2 \mu_2^2 / r^7$$

- Interaction dipôle permanent /dipôle induit (force de Debye)

$$F_D = k' . a . m^2 / r^7$$

- Interaction dipôle induit /dipôle induit (force de London)

$$F_L = k'' . a_1 . a_2 / r^7$$

^{†††} MFM : Magnetic Force Microscope

^{§§§} AFM : Atomic Force Microscope

surface de l'échantillon. Les vibrations de ce levier sont mesurées et permettent d'avoir accès à l'interaction entre la pointe et la surface sondée. Dans ces conditions, la force ressentie par la pointe lors du balayage de la surface est la somme des forces magnétiques et des forces de Van der Waals. Si l'on éloigne suffisamment la pointe de l'échantillon, les forces de Van der Waals deviennent négligeables devant les forces magnétiques. La pointe peut être assimilée, en première approximation, à un dipôle ponctuel. La force qui agit sur ce dipôle s'exprime par le gradient de l'énergie magnétique du dipôle :

$$F = \nabla(m_{mag} \cdot H) = m_{mag} \cdot \nabla(H) \quad (1.72)$$

où m_{mag} est le moment magnétique du dipôle et H le champ magnétique au point où se trouve ce dipôle. Dans le cas d'une véritable pointe, il faut intégrer l'équation (1.72) sur l'ensemble des dipôles formant la pointe.

Le processus de mesure de l'image magnétique se fait en deux temps (Figure 1.49):

Dans un premier temps, la sonde parcourt une ligne de l'axe de balayage en mode AFM. Lors de ce balayage, un système électronique permet l'ajustement automatique de la distance entre la pointe et l'échantillon (qui est de l'ordre du nanomètre) de manière à maintenir constante la déflexion du levier. Le premier parcours de la pointe permet ainsi d'enregistrer la topographie de l'échantillon. Dans ce mode, le signal mesuré est uniquement issu des forces de Van der Waals. Dans un second balayage de la même ligne, la pointe est éloignée de la surface et maintenue à une distance d de sorte que les forces de Van der Waals auxquelles est soumise la pointe deviennent faibles en regard des forces magnétiques. Le mode le plus utilisé pour le MFM est la *détection de phase*. On mesure alors la variation de phase du système mécanique levier + pointe, qui est proportionnelle à la dérivée seconde du champ de fuite. Il est possible de mesurer des contrastes magnétiques sur des systèmes de très faible moment magnétique et dont l'aimantation est dans le plan des couches. En effet, le signal magnétique mesuré, résultant de l'interaction pointe-champ de fuite des parois magnétiques de type Néel, est faible en comparaison avec des couches pour lesquelles les moments magnétiques sont perpendiculaires au plan de la couche.

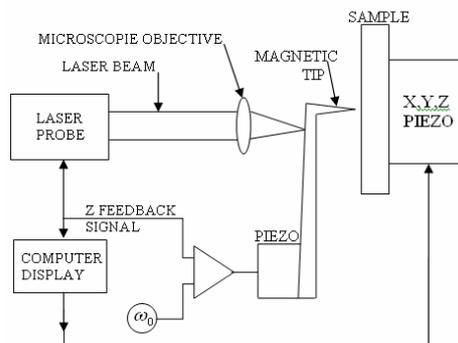


Figure 1.49 : Principe de fonctionnement du MFM (Microscopie à Force Magnétique). L'interaction entre les forces de la sonde et du champ de surface est détectée par un capteur micro-piézoélectrique [MAR88].

Il est difficile à la lecture des publications relatives au MFM de déterminer sa résolution spatiale ainsi que sa sensibilité en champ (puisque c'est un capteur de force lié au gradient du champ). Néanmoins, on peut prendre comme base les éléments suivants : la résolution spatiale, qui dépend naturellement des propriétés magnétiques de la sonde et de la distance sonde échantillon est nettement inférieure à 100 nm et atteint couramment quelques dizaines de nm. La résolution en champ est de l'ordre de $10^{-5} T$.

Parmi les qualités de ce type de banc, on peut citer sa bonne résolution, de l'ordre d'une dizaine de nanomètres, et le fait que l'échantillon ne nécessite pas de préparation spéciale mais il lui faut tout de même être compatible avec une microscopie de proximité. Cependant, elle fournit des informations limitées sur la distribution de l'aimantation dans le volume de l'échantillon. Le principal inconvénient est la difficulté d'interprétation qualitative des contrastes MFM. Une deuxième difficulté est reliée à l'interaction mutuelle entre la pointe et l'échantillon étudié. Des études effectuées sur des matériaux magnétiques doux ont montré l'existence de perturbations significatives de la part de la pointe MFM sur leur structure micromagnétique [SCH90]. Ces effets sont divers, pouvant aller d'une simple perturbation réversible, proportionnelle au champ local de la pointe, jusqu'à des interactions irréversibles, comme par exemple des déplacements de parois ou même des modifications de la configuration micromagnétique de l'échantillon, qui relaxe vers son état fondamental.

7 Choix du banc d'imagerie

La table 1.1 résume les caractéristiques des différentes techniques d'imagerie décrites dans ce chapitre. Les divers paramètres énumérés dans ce tableau ne sont pas tous indépendants. L'optimisation d'une des caractéristiques peut être faite aux dépens d'autres caractéristiques. Par exemple, une image avec une résolution spatiale élevée nécessitera un temps d'acquisition relativement long et donc apparition de contraintes comme la dérive thermique ou la stabilité mécanique du système.

Les microscopies SSM, SHPM et MFM sont des techniques à balayage. Elles offrent en général de bonnes résolutions spatiales (inférieure au micromètre pour les techniques SHPM et MFM) et magnétique (jusqu'à la dizaine de μT pour le SSM). Par contre ces techniques ne permettent pas d'imager rapidement toute la surface d'un échantillon.

Les techniques de décoration de Bitter, d'holographie électronique et d'imagerie MO (Kerr et Faraday) sont des méthodes globales ; visualisation des domaines (M planaire ou polaire) et pas seulement les champs de fuite, en transmission (Faraday) ou en réflexion (Kerr), donc pour des objets opaques ou transparents ; sensibilité (jusqu'à la monocouche atomique) ; résolution $< 1\mu m$ en microscopie classique (champ lointain), 100 nm environ en champ proche (MO-SNOM). Les techniques globales sont en cela complémentaires des méthodes à balayage. L'imagerie MO possède de plus la propriété d'être non perturbatrice

	SEMPA	MFM	Technique MO		Lorentz		Holographie	XMCD	SHPM	SSM	Décoration magnétique
			Kerr	Faraday	Fresnel, Foucault	DPC					
Origine du contraste dans l'image	M	∇B	M	B	$\nabla \times B, B$	B	B, ϕ_B	M	B	∇B	∇B
Meilleure résolution atteinte (nm)	20	40	300	500	~10	~2	~5	300	50		100
Résolution typique (nm)	200	100	1000	3000	50	20	20	500	120	4000	500
Profondeur de la couche sondée (nm)	1	20-500	20 nm dans un métal	20-500	Epaisseur d'échantillon inférieure à 150 nm			2-20	20-500	20-500	20-500
Temps d'acquisition	1-100 min	5-30 min	10ns-3s	10ns-3s	0.04-30 s	5-50s	0.003 - 10 s	0.03s-10min	> 700 s	60-120 min	
Enceinte de mesure	UHV	Non	Non	Non	HV	HV	HV	HV	Non	HV	Non
Sensibilité à la topographie cristallographique	Faible	Grande	Grande	Grande	Modérée	Modérée	Modérée	Faible	Faible	Faible	Faible
Sensibilité au champ magnétique		$10^{-5} T$		$2 G$	$10 G/\sqrt{Hz}$				$4 mG/\sqrt{Hz}$	$4 nT/\sqrt{Hz}$	
Conditions nécessaires sur l'échantillon	Surface propre	Surface faiblement rugueuse	Surface faiblement rugueuse	Surface faiblement rugueuse	Epaisseur de l'échantillon avec le substrat inférieure a 150nm			Aucune	Surface propre	Surface propre	Surface propre
Présence d'une couche isolante	Non permise	Permise	Permise	Permise	Non permise	Non permise	Non permise	Non permise	Permise	Permise	Permise

Tableau 1.1 : Caractéristiques des techniques d'imagerie magnétique

puisque l'on n'injecte aucune particule magnétique sur l'échantillon, ce qui n'est pas par exemple le cas avec la technique de Lorentz.

D'après ce tableau, toutes les méthodes exigent des surfaces propres. En général, les surfaces doivent avoir au moins l'équivalent d'un poli de miroir. Autrement dit, l'effort effectué sur la topographie de surface affectera la mesure à des degrés variables. Il apparaît également que les techniques offrant la meilleure performance en terme de résolution spatiale sont la microscopie électronique de Lorentz et l'holographie électronique, cependant ces deux techniques ne sont pas faciles à mettre en place et coûtent cher.

Remarque : N'ont pas été détaillées, dans ce chapitre, les techniques particulières ou dérivées des précédentes telles que : Spin Polarized STM (Spin-Polarized Scanning Tunneling Microscopy), PEEM (PhotoEmission Electron Microscopy), SP-LEEM (Spin-Polarized Low-Energy Electron Microscopy), MO-SNOM (magneto-optical scanning near-field optical microscope).

Du tableau 1, chaque technique a des spécificités qui lui octroient une facilité d'application pour un certain type d'échantillon. Notons que l'ensemble des méthodes exposées fournissent des informations magnétiques différentes et par conséquent complémentaires.

Par exemple, la microscopie SEMPA fonctionne bien pour les films magnétiques ultra-minces, propres, sur des substrats opaques. Les techniques de TEM (microscopie Lorentz) peuvent produire des images de très haute résolution d'éléments magnétiques déposés sur les substrats transparents dont l'épaisseur totale (substrat + couche magnétique) n'excède pas 150nm. Le microscope XMCD fournit une imagerie magnétique spécifique d'éléments dans des alliages ou les multicouches magnétiques. La meilleure approche pour comprendre une structure magnétique particulière peut souvent impliquer d'employer plusieurs techniques complémentaires.

La figure 1.50 schématise un résumé de l'état de l'art en terme d'imagerie magnétique sous la forme d'un graphe précisant pour chaque technique leur domaine d'application compte tenu de leur sensibilité magnétique et de leur résolution. La technique offrant les meilleures performances pour la résolution spatiale est la microscopie électronique de Lorentz et pour la sensibilité magnétique le SQUID, les autres techniques sont un compromis entre ces deux extrêmes. Les lignes diagonales de la figure représentent la sensibilité de flux équivalent $B_{\min} \cdot l_{\min}^2$ exprimée en fraction de quantum de flux (ϕ_0): la plupart des techniques sont comprises dans l'intervalle $(10^{-4} - 10^{-6})\phi_0$. Seules l'imagerie SHPM et celle à SSM atteignent une sensibilité de $10^{-6}\phi_0$.

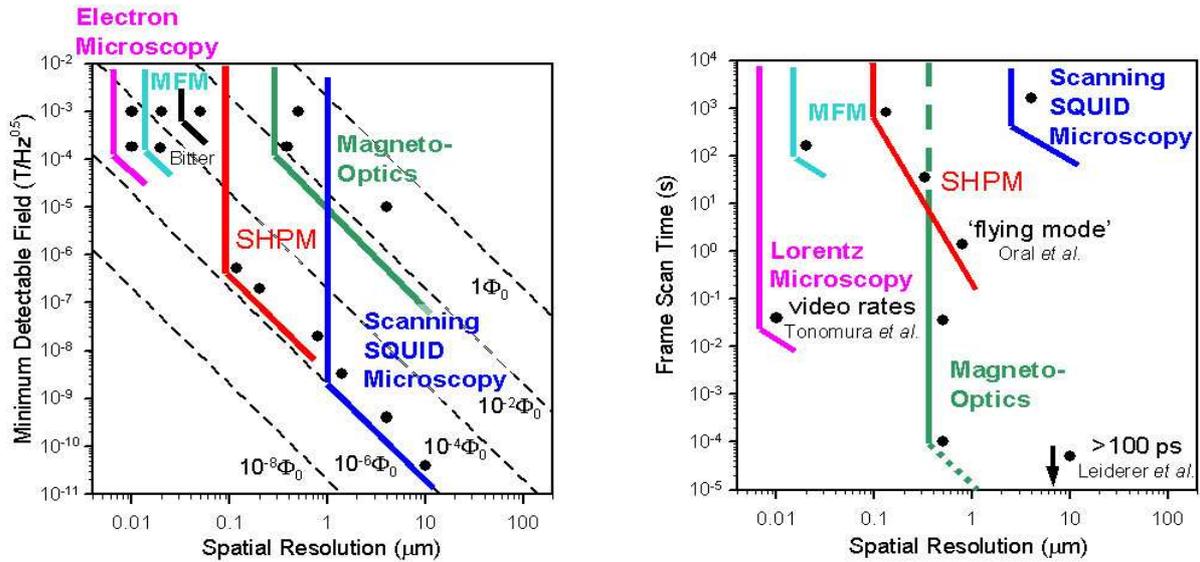


Figure 1.50 : Schéma comparant la sensibilité magnétique, la résolution spatiale et le temps de balayage de la microscopie électronique, la décoration Bitter, MFM, SHPM, l'imagerie MO et la microscopie à SQUID [BEN99].

Pour conclure nous pouvons dire que la technique de mesures magnétiques Kerr MO apparaît très bien adaptée à l'étude de l'aimantation. L'effet Kerr MO est une méthode de mesure relativement simple à mettre en œuvre à faible coût, très sensible à l'aimantation M en surface de l'échantillon. Elle donne accès en plus à la mesure des composantes d'aimantations dans et hors plan séparément. Cette technique permet des applications variées (spectroscopie, imagerie, dynamique de renversement ...), et s'adapte aisément à un dispositif de refroidissement volumineux. En plus, la mesure de faibles quantités de matière magnétique est tout à fait possible. L'effet Kerr MO est donc la méthode de choix pour la caractérisation des propriétés magnétiques que nous avons choisie et nous allons développer dans le chapitre suivant.

Chapitre II

Imagerie Kerr Magnéto-Optique

Sommaire

1	Introduction.....	70
2	Etat de polarisation de la lumière	70
2.1	Définition de la polarisation	70
2.2	Etats de polarisation d'une onde électromagnétique	71
2.3	Polarisation elliptique.....	72
2.4	Polarisation circulaire	72
2.5	Polarisation linéaire.....	73
3	L'effet Kerr Magneto- Optique (MO)	74
3.1	Origine des effets magnéto-optiques	74
3.2	Effets Kerr MO polaire, longitudinal et transverse	76
3.3	Coefficients de réflexion à la surface d'un milieu magnétique	78
3.4	Séparation vectorielle des effets Kerr	80
3.4.1	<i>Par modulation de polarisation</i>	80
3.4.2	<i>Sans modulation de polarisation</i>	82
3.5	Imagerie Kerr vectorielle	83
3.5.1	<i>Microscope Kerr</i>	83
3.5.2	<i>Banc de mesure développé au GREYC</i>	83
4	Caractéristiques du banc expérimental d'imagerie MO	88
4.1	La source lumineuse	89
4.2	Le polariseur et Analyseur.....	90
4.3	L'objectif	90
4.4	La mise au point	91
4.5	La caméra CCD utilisée et le logiciel d'exploitation HiPic	92
4.5.1	<i>Les propriétés de la caméra CCD</i>	92
4.5.2	<i>Le courant d'obscurité</i>	93
4.5.3	<i>Le temps total d'acquisition d'une image</i>	94
4.5.4	<i>Instabilité du gain de la caméra</i>	95
4.5.5	<i>Le logiciel HiPic 5.02</i>	96
4.6	Bobine de champ magnétique	97
5	Protocoles de mesure et d'imagerie.....	97
5.1	Incidence de la lumière à 45°	98
5.2	Incidence normale	99
6	Limitations du banc de mesure.....	100
6.1	Résolution spatiale	100
6.2	Effets des fluctuations thermiques	101
6.3	Bruit de fond du système et sensibilité de la mesure	102
7	Conclusion.....	104

1 Introduction

Ce chapitre est consacré au calcul théorique de l'effet Kerr magnéto-optique ainsi qu'à la mise en place du banc d'imagerie. Tout d'abord, dans la première partie nous introduisons quelques notions théoriques de polarisation de lumière ainsi que la théorie de l'effet Kerr. L'origine de l'effet Kerr est expliquée à partir du tenseur de permittivité d'un matériau magnétique. Après une présentation de diverses techniques de mesures Kerr vectorielles, nous proposons une méthodologie qui peut permettre la séparation des trois composantes d'effet Kerr magnéto-optique (longitudinal, transversale et polaire) compatible avec un objectif d'imagerie Kerr vectorielle. Pour finir la structure et les performances du banc d'imagerie utilisé sont présentées.

2 Etat de polarisation de la lumière

L'effet Kerr MO est une méthode de mesure magnétique très sensible, dont la profondeur de la couche sondée est de 20 nm pour les métaux [LEE00, ERS73]. Cet effet se traduit par un changement d'état de polarisation de la lumière incidente. Nous allons donc revenir, dans cette partie, sur les différents types de polarisation de la lumière. Pour faciliter les notations, la lumière sera considérée comme une onde monochromatique. Cette onde se propagera en espace libre de manière isotrope, dans la direction de l'axe z et elle évoluera sinusoidalement avec le temps. On note e_x , e_y et e_z les vecteurs unitaires dans les directions Ox, Oy et Oz.

2.1 Définition de la polarisation

En choisissant Oz comme direction de propagation, le vecteur d'onde s'écrit : $k_0 = k_0 e_z$ avec $k_0 = 2\pi/\lambda_0 = \omega/c$. Le champ électromagnétique (E, B) est alors contenu dans les plans d'onde $z = Cte$ et E s'explicite dans la base (e_x, e_y, e_z) selon :

$$E = \begin{pmatrix} E_{px} \cos(\omega t - k_0 z - \varphi_x) \\ E_{py} \cos(\omega t - k_0 z - \varphi_y) \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.1)$$

D'où le champ magnétique $B = k_0 \times E / \omega = e_z \times E / c$, de composantes :

$$B = \begin{pmatrix} -(E_{py}/c) \cos(\omega t - k_0 z - \varphi_y) \\ (E_{px}/c) \cos(\omega t - k_0 z - \varphi_x) \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.2)$$

Par définition, la direction de polarisation en un point de l'onde est celle du champ électrique. En notation complexe, celui-ci s'écrit :

$$E = E_p \exp[-i(\omega t - k_0 r)] \text{ avec } E_p = E_x e_x + E_y e_y \quad (2.3)$$

Les quantités complexes E_x et E_y ayant pour expressions :

$$E_x = E_{px} \cdot \exp(i\varphi_x) \text{ et } E_y = E_{py} \cdot \exp(i\varphi_y) \quad (2.4)$$

On en déduit le rapport η :

$$\eta = \frac{E_y}{E_x} = \frac{E_{py}}{E_{px}} \exp i(\varphi_y - \varphi_x) \equiv |\eta| \cdot \exp i\varphi \quad (2.5)$$

où $|\eta| = \frac{E_{py}}{E_{px}}$ et $\varphi = \arg(r) = \varphi_y - \varphi_x$ sont respectivement le rapport des amplitudes réelles et le

déphasage de E_y par rapport à E_x .

Remarque :

Lorsque φ est positif, E_y est en retard par rapport à E_x , dans un plan d'onde donné ($z = Cte$), d'une durée $\tau = \varphi/\omega$ puisque $E_y = E_{py} \cos(\omega t - k_0 z - \varphi_x - \varphi) = \eta E_x(t - \varphi/\omega)$. Il est souvent commode de choisir l'origine des phases de telle sorte que $\varphi_x = 0$: dans ce cas $\varphi = \varphi_y$.

2.2 Etats de polarisation d'une onde électromagnétique

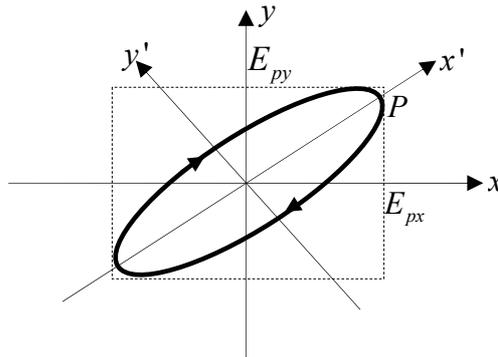


Figure 2.1: Vecteur champ électrique pour une onde monochromatique de polarisation elliptique. Le point P se situe à l'extrémité du plan de polarisation, par conséquent les amplitudes en x et en y créées par ce point ne sont pas égales.

Un état de polarisation est caractérisé par l'évolution au cours du temps du champ électrique dans un plan d'onde. Plus précisément, on étudie le mouvement de l'extrémité du vecteur E au point arbitraire P , de coordonnée z sur l'axe de propagation telle que : $k_0 z + \varphi_x = 0$; si $\varphi_x = 0$ alors $z = 0$. Il vient :

$$E(z, t) = E_{px} \cos(\omega t) \cdot e_x + E_{py} \cos(\omega t - \varphi) \cdot e_y \quad (2.6)$$

2.3 Polarisation elliptique

Lorsque les quantités E_{px}, E_{py} et φ n'ont pas de valeurs singulières, l'extrémité P du vecteur E décrit, dans le plan d'onde oxy , une ellipse inscrite dans un rectangle de côtés $2.E_{px}$ et $2.E_{py}$ (Figure 2.1).

On le montre aisément en éliminant le temps entre les deux composantes :

$$E_x = E_{px} \cos(\omega t) \text{ et } E_y = E_{py} \cos(\omega t - \varphi) \quad (2.7)$$

Il vient, puisque $\cos(\omega t - \varphi) = \cos(\omega t) \cos(\varphi) + \sin(\omega t) \sin(\varphi)$:

$$\frac{E_y}{E_{py}} = \frac{E_x}{E_{px}} \cos(\varphi) + \left(1 - \frac{E_x^2}{E_{px}^2}\right)^{1/2} \sin(\varphi) \quad (2.8)$$

Il en résulte, en isolant le radical, en élevant au carré et en ordonnant :

$$\frac{E_x^2}{E_{px}^2} + \frac{E_y^2}{E_{py}^2} - \frac{2E_x E_y}{E_{px} E_{py}} \cos(\varphi) = \sin^2(\varphi) \quad (2.9)$$

Ainsi, la composition rectangulaire de deux vibrations sinusoïdales, de même pulsation, donne une vibration elliptique ; ce résultat est aisément visualisé sur un oscilloscope : il suffit d'appliquer sur les voies x et y des tensions sinusoïdales de même fréquence mais déphasées.

Les sens de parcours de l'ellipse peut être obtenu en calculant la dérivée de E à l'instant initial :

$$\left(\frac{dE}{dt}\right)_{z,0} = \omega.E_{py}.\sin(\varphi).e_y \quad (2.10)$$

Si $\varphi \in]0, \pi[$, le sens de parcours coïncide avec le sens trigonométrique (de e_x vers e_y). En optique, on qualifie l'onde de polarisée à gauche, car le vecteur E tourne vers la gauche (de e_x vers e_y) pour un observateur qui reçoit l'onde.

Ce sens est aussi lié à l'orientation du vecteur $(E \times dE/dt)$ comparée à celle du vecteur d'onde k_0 , c'est à dire ici à celle de \vec{e}_z :

$$\left(E \times \frac{dE}{dt}\right)_{z,0} . e_z = \omega.E_{py}.\sin(\varphi) \quad (2.11)$$

Si $\varphi \in]0, \pi[$, l'onde est polarisée à gauche et l'hélicité est dite positive. Dans le cas où $\varphi \in]\pi, 2\pi[$, l'onde est polarisée à droite et l'hélicité est négative (Figure 2.2).

2.4 Polarisation circulaire

Lorsque $\varphi = \pm \pi/2$, le rapport des amplitudes complexes des composantes du champ est un nombre imaginaire :

$$\eta = \frac{E_y}{E_x} = \pm i \frac{E_{py}}{E_{px}} = \pm i |\eta| \quad (2.12)$$

Ces deux composantes sont en quadrature retard si $\varphi = \pi/2$ et en quadrature avance si $\varphi = -\pi/2$. Les axes de l'ellipse coïncident alors avec ox et oy .

$$E = \begin{pmatrix} E_{px} \cos(\omega t - k_0 z) \\ \pm i \cdot r \cdot E_{px} \sin(\omega t - k_0 z) \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.13)$$

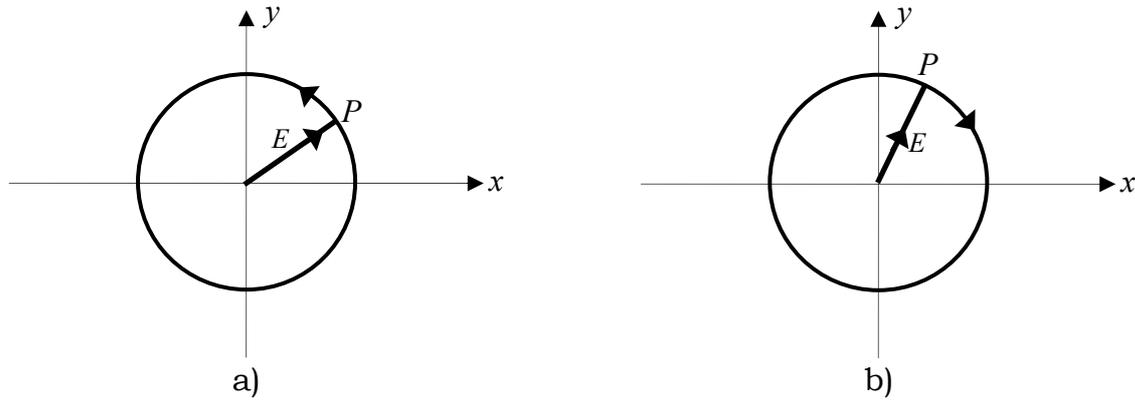


Figure 2.2 : Onde polarisée circulairement : a) à gauche, b) à droite.

Si de plus les amplitudes réelles des composantes sont égales : $E_{px} = E_{py} = E_p$ ou bien $\eta = \pm i$, il vient :

$$E(z, t) = E_p \cos(\omega t) \cdot e_x + E_p \cos(\omega t \pm \frac{\pi}{2}) \cdot e_y \quad (2.14)$$

Soit

$$E(z, t) = E_p \cos(\omega t) \cdot e_x \pm E_p \sin(\omega t) \cdot e_y \quad (2.15)$$

Ainsi le point P décrit un cercle de rayon E_p dans le plan d'onde. La polarisation est dite circulaire : elle est circulaire gauche si $\varphi = \pi/2$ (hélicité positive) et circulaire droite si $\varphi = -\pi/2$ (hélicité négative). Ces ondes sont représentées sur la figure 2.2.

2.5 Polarisation linéaire

Lorsque $\varphi = 0$ ou π , le rapport des amplitudes complexes est réel :

$$\eta = \frac{E_y}{E_x} = \pm \frac{E_{py}}{E_{px}} = \pm |\eta| \quad (2.16)$$

Les deux composantes sont soit en phase ($\varphi = 0$) soit en opposition de phase ($\varphi = \pi$) et le champ électrique garde une direction fixe dans l'espace (Figure 2.3). On dit que la polarisation est linéaire.

La structure d'une onde plane progressive sinusoïdale polarisée linéairement est alors très simple, car les champs E et B gardent une direction fixe dans l'espace au cours de la propagation. Le plan formé par E et k_0 est le plan de polarisation (Figure 2.3).

En choisissant ox comme direction du champ électrique ($E_{px} = E_p, E_{py} = 0$), il vient :

$$E = E_p \cdot e_x \cos(\omega t - k_0 z) \quad \text{et} \quad B = \left(\frac{1}{c}\right) \cdot e_z \times E \cdot e_x = \frac{E_p}{c} e_y \cos(\omega t - k_0 z) \quad (2.17)$$

La structure de l'onde est schématisée sur la figure 2.3.

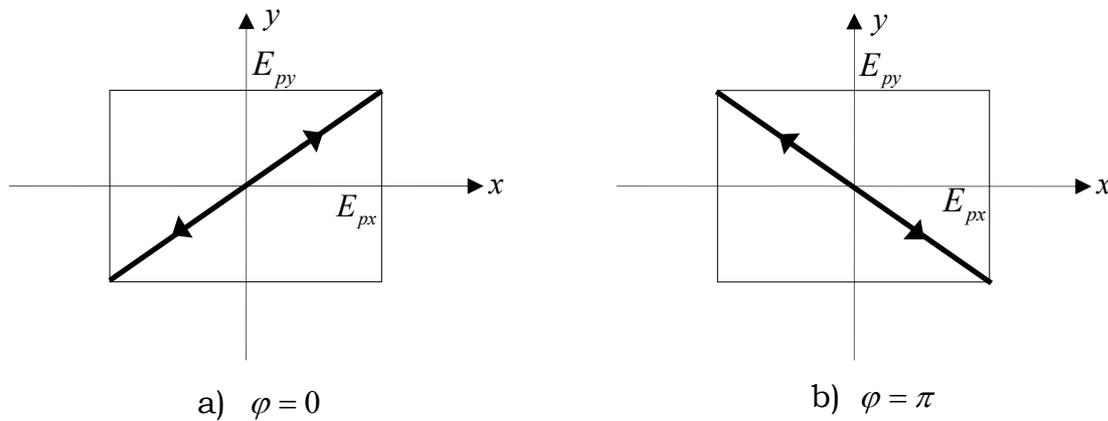


Figure 2.3: Onde polarisée linéairement résultante d'une somme de deux ondes circulairement polarisées : a) en phase, b) en opposition de phase.

3 L'effet Kerr Magnéto-Optique (MO)

3.1 Origine des effets magnéto-optiques

La propagation de la lumière dans un milieu anisotrope peut être décrite par les équations de Maxwell couplées à celles de la matière décrivant les propriétés macroscopiques de ce milieu. Les équations fondamentales de Maxwell d'un milieu aimanté et sans courant sont :

$$\nabla \times E(r, t) = i\omega\mu_0 \cdot H(r, t) \quad (2.18)$$

$$\nabla \times H(r, t) = -i\omega\varepsilon_0 \varepsilon \cdot E(r, t) \quad (2.19)$$

Les propriétés macroscopiques du matériau sont alors déterminées par le tenseur de perméabilité diélectrique ε reliant le vecteur déplacement au champ électrique :

$$D = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon \cdot E \quad (2.20)$$

ε_0 est la perméabilité diélectrique du vide.

Au dessus de la température de curie T_C l'aimantation est nulle et le tenseur ε est purement diagonal. Le milieu apparaît isotrope pour la lumière et aucun effet MO n'est visible. En dessous de T_C , M est non nul et change la symétrie du milieu ce qui se traduit par l'apparition des termes non diagonaux dans le tenseur ε . La forme générale de ce dernier est [YOU04] :

$$\varepsilon = \varepsilon_{xx} \begin{pmatrix} 1 & -i.Q.m_z & i.Q.m_y \\ i.Q.m_z & 1 & -i.Q.m_x \\ -i.Q.m_y & -i.Q.m_x & 1 \end{pmatrix} \quad (2.21)$$

Où m_x, m_y et m_z sont les composantes normalisées du vecteur d'aimantation M définies par :

$$m_z = \frac{M_z}{M_s}, \quad m_y = \frac{M_y}{M_s} \quad \text{et} \quad m_x = \frac{M_x}{M_s} \quad \text{avec} \quad M_z, \quad M_y \quad \text{et} \quad M_x \quad \text{désignant les composantes}$$

d'aimantations parallèles aux axes z , y et x (Figure 2.5) et M_s est l'aimantation à saturation.

$$Q \text{ est la constant de Voigt ou coefficient magnéto-optique (complexe): } Q = i \frac{\varepsilon_{xy}}{\varepsilon_{xx}}. \quad (2.22)$$

Ce tenseur diélectrique peut être décomposé en une partie symétrique diagonale et une partie antisymétrique, la partie symétrique est diagonalisable et dans le cas particulier d'un milieu isotrope les trois valeurs propres sont égales à la constante diélectrique ε_{xx} du milieu. Les effets MO trouvent leur origine dans la partie antisymétrique du tenseur ε .

Les termes du tenseur ε sont complexes et satisfont à la relation d'Onsager [MOO89]:

$$\varepsilon_{kl}(M, \omega) = \varepsilon_{lk}(-M, \omega) \quad (2.23)$$

ce qui signifie que les termes diagonaux sont pairs avec l'aimantation M et les termes hors diagonaux sont impairs avec M . Ce sont ces derniers qui induisent l'anisotropie optique.

Considérons une onde électromagnétique plane incidente, de vecteur d'onde k , à une distance r de la source. On a :

$$E = E_0 e^{i(\omega.t - k.r)} \quad (2.24)$$

$$H = H_0 e^{i(\omega.t - k.r)} \quad (2.25)$$

Les deux équations de Maxwell 2.18 et 2.19 conduisent alors à :

$$k \times E = \omega.\mu_0.H \quad (2.26)$$

$$k \times H = -\omega.\varepsilon_0.\varepsilon.E \quad (2.27)$$

En remplaçant H dans la seconde équation à partir de la première on arrive à :

$$k \times (k \times E) = -\omega^2.\mu_0.\varepsilon_0.\varepsilon.E \quad (2.28)$$

Et finalement :

$$k(k.E) - k^2.E + \omega^2.\mu_0.\varepsilon_0.\varepsilon.E = 0 \quad (2.29)$$

En posant, $k_o^2 = \omega^2 \cdot \mu_o \cdot \epsilon_o$ le vecteur d'onde de la lumière dans le vide, on peut définir l'indice de réfraction complexe $n = n' + i\kappa'$ du milieu par $k = n.k_o$.

Pour simplifier les écritures, considérons une aimantation M uniquement orientée selon la direction z de propagation. L'équation 2.29 prend alors la forme :

$$\begin{pmatrix} n^2 - \epsilon_{xx} & -\epsilon_{xy} & 0 \\ \epsilon_{xy} & n^2 - \epsilon_{xx} & 0 \\ 0 & 0 & n^2 - \epsilon_{xx} \end{pmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \\ E_z \end{bmatrix} = 0 \quad (2.30)$$

Ainsi $D_z = \epsilon_{zz} \cdot E_z = 0$ soit $E_z = 0$ et l'équation 2.30 accepte une solution non triviale quand le déterminant de la matrice est nul, c'est-à-dire quand :

$$(n^2 - \epsilon_{xx})^2 + \epsilon_{xy}^2 = 0 \quad (2.31)$$

Les solutions de cette équation sont :

$$n_{\pm}^2 = \epsilon_{xx} \pm i\epsilon_{xy} \quad (2.32)$$

en injectant ces valeurs propres dans l'équation 2.29 on trouve les vecteurs propres associés :

$$\pm i.E_x = E_y \quad (2.33)$$

ce qui veut dire que E_x et E_y ont le même module mais qu'ils sont déphasés de $\pm \frac{\pi}{2}$. Finalement

on trouve que les modes propres de la lumière sont :

$$D_+ = \epsilon_o.n_+^2 (E_x + i.E_y) \quad (2.34)$$

$$D_- = \epsilon_o.n_-^2 (E_x - i.E_y) \quad (2.35)$$

C'est-à-dire des ondes polarisées circulairement à gauche (-) et droite (+) avec chacune un indice de réfraction complexe qui lui est propre n_- et n_+ .

De même, dans le cas général où M comprend des composantes selon x , y et z , la propagation des ondes polarisées circulairement à gauche (-) et droite (+) n'est pas la même dans chacune des directions x , y et z .

Pour les milieux magnétiques, d'après 2.21 et 2.32, ces indices de réfraction n_- et n_+ dépendent du champ magnétique de façon différente. Par conséquent l'état de polarisation de la lumière va être modifié lors d'une transmission dans le milieu ou à la réflexion sur le milieu. Ceci donne lieu respectivement aux effets magnéto-optiques Faraday et Kerr. Dans la suite de ce chapitre nous nous intéresserons uniquement à l'effet MO Kerr.

3.2 Effets Kerr MO polaire, longitudinal et transverse

De manière générale, le coefficient de réflexion d'une onde est lié à l'indice optique des milieux de part et d'autre de la surface de réflexion. Dans le cas où la lumière incidente qui se réfléchit à la surface de l'échantillon est polarisée linéairement, les ondes circulaires gauche et droite ne

seront pas réfléchies avec le même coefficient de réflexion si l'un des milieux est magnétique. Par conséquent après réflexion, la somme des deux ondes circulaire crée une onde polarisée elliptiquement caractérisé par l'angle de rotation de son plan de polarisation θ_k et par son ellipticité η_k (Figure 2.4).

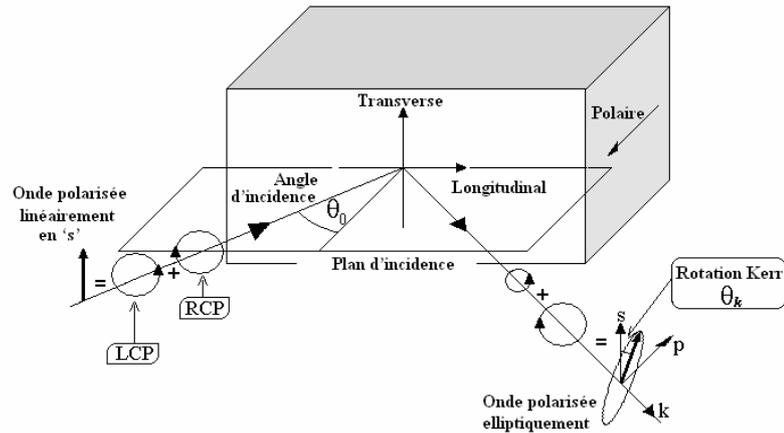


Figure 2.4: Représentation schématique des effets magnéto-optiques Kerr, avec une composante polaire, transverse et longitudinale, pour une onde incidente polarisée s .

Considérons une lumière incidente polarisée rectilignement. On définit le plan d'incidence par le plan contenant la normale à la surface et le vecteur k de propagation. On définit trois effets Kerr [SHI02, LEE01, LEE02] qui traduisent chacun l'influence de l'une des trois composantes de l'aimantation sur le coefficient de réflexion :

- l'effet magnéto-optique Kerr induit par la composante de l'aimantation dans la direction z ($M = M_z$), est qualifié d'effet Kerr polaire (figure 2.5 a).
- l'effet magnéto-optique Kerr induit par la composante de l'aimantation parallèle à la surface et situé dans le plan d'incidence, c'est-à-dire dans la direction y ($M = M_y$), est qualifié d'effet Kerr longitudinal (figure 2.5 b).
- l'effet magnéto-optique Kerr induit par la composante de l'aimantation parallèle à la surface et normal au plan d'incidence, c'est-à-dire dans la direction x ($M = M_x$), est qualifié d'effet Kerr transverse (figure 2.5 c).

En pratique, supposons que l'aimantation au sein d'un matériau magnétique présente des composantes dans les trois directions x, y, z . Alors, la lumière réfléchi est soumise aux effets Kerr polaire, longitudinal et transverse. Etudions plus précisément, les coefficients de réflexion de la lumière en fonction des composantes M_x , M_y et M_z de l'aimantation puis déterminons des

méthodes et conditions expérimentales permettant de séparer chacun de ces effets afin d'accéder, par une mesure optique, au vecteur d'aimantation [SOK67].

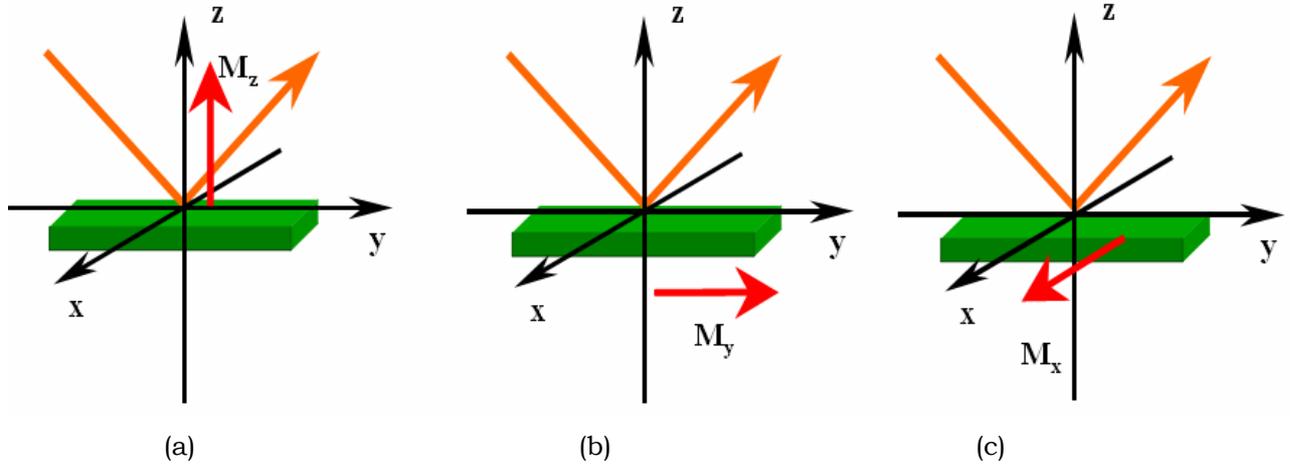


Figure 2.5 : Configuration Kerr MO typiques : (a) configuration polaire, (b) configuration longitudinale et (c) configuration transverse.

3.3 Coefficients de réflexion à la surface d'un milieu magnétique

Pour une onde linéairement polarisée, le vecteur du champ électrique E se décompose en deux composantes orthogonales E_p et E_s perpendiculaires au vecteur d'onde k . La composante E_p est parallèle au plan d'incidence du faisceau lumineux, tandis que la composante E_s est perpendiculaire au plan d'incidence (Figure 2.6) [TIW94, YAN93]. Le vecteur E s'écrit alors :

$$E = \begin{bmatrix} E_p \\ E_s \end{bmatrix} \quad (2.36)$$

L'interaction entre le vecteur champ électrique incident \vec{E}^i et l'échantillon magnétique se traduit dans le vecteur de champ électrique réfléchi \vec{E}^r qui s'écrit sous une forme matricielle [WEI04], les exposants i et r se rapportent respectivement à l'onde incidente et à l'onde réfléchie, et les indices p et s renseignent sur le type de polarisation [ZAK90, HUN67, PEN02]:

$$\begin{bmatrix} E_p^r \\ E_s^r \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} r_{pp} & r_{ps} \\ r_{sp} & r_{ss} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_p^i \\ E_s^i \end{bmatrix} \quad (2.37)$$

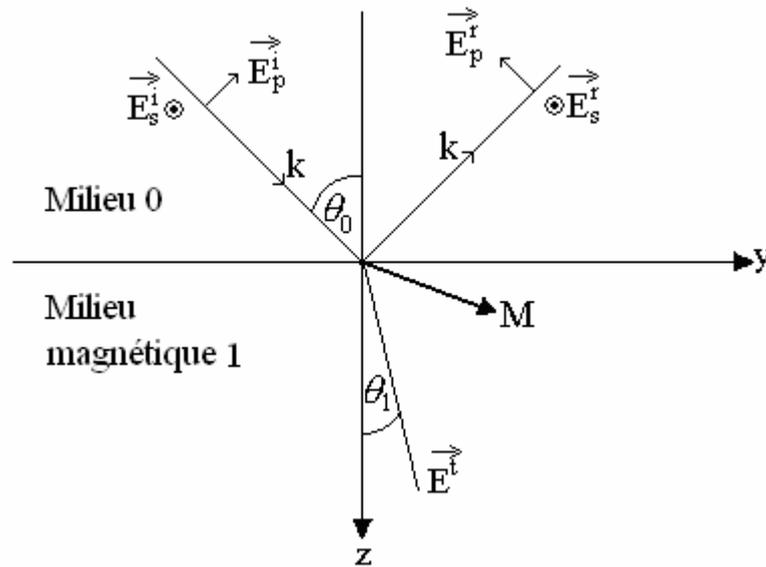


Figure 2.6: Représentation vectorielle du champ électrique E incident, réfléchi et transmis au niveau de l'interface du milieu non magnétique (milieu 0) et le milieu magnétique 1. La direction de l'aimantation M du milieu 1 est aléatoire.

Les coefficients de Fresnel (r_{ij}) sont des nombres complexes. Ils dépendent de l'indice réel de réfraction n_0 du milieu au dessus de l'échantillon, de l'indice de réfraction complexe de l'échantillon n_1^* , de l'angle d'incidence θ_0 et de transmission θ_1 du faisceau lumineux, de la constante de Voigt complexe Q , et des trois composantes d'aimantations m_z, m_y et m_x définies précédemment [YOU96, YOU98, KAN00]. On a, en se limitant aux termes du premier ordre en Q , [YAN93] :

$$\left\{ \begin{array}{l} r_{ss} = \frac{n_0 \cos \theta_0 - n_1^* \cos \theta_1}{n_0 \cos \theta_0 + n_1^* \cos \theta_1} \\ r_{pp} = \frac{n_1^* \cos \theta_0 - n_0 \cos \theta_1}{n_1^* \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1} - \frac{i 2 n_0 n_1^* \cos \theta_0 \sin \theta_1 m_x Q}{n_1^* \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1} \\ r_{sp} = \frac{i (n_0 n_1^* \cos \theta_0 \cos \theta_1) Q m_z}{(n_1^* \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1)(n_0 \cos \theta_0 + n_1^* \cos \theta_1) \cos \theta_1} + \frac{i (n_0 n_1^* \cos \theta_0 \sin \theta_1) Q m_y}{(n_1^* \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1)(n_0 \cos \theta_0 + n_1^* \cos \theta_1) \cos \theta_1} \\ r_{ps} = \frac{i (n_0 n_1^* \cos \theta_0 \cos \theta_1) Q m_z}{(n_1^* \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1)(n_0 \cos \theta_0 + n_1^* \cos \theta_1) \cos \theta_1} - \frac{i (n_0 n_1^* \cos \theta_0 \sin \theta_1) Q m_y}{(n_1^* \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1)(n_0 \cos \theta_0 + n_1^* \cos \theta_1) \cos \theta_1} \end{array} \right. \quad (2.38)$$

Les expressions 2.38 sont approchées, en particulier pour r_{sp} et r_{ps} . On néglige les termes en Q^2 . En utilisant un programme de calcul qui se base sur les équations de Maxwell et établit les conditions de continuité aux interfaces, puis les coefficients de Fresnel (par exemple réf. YAN93), on ne trouve pas d'expression littérale simple pour ces deux coefficients de Fresnel tandis qu'on trouve les expressions littérales pour r_{ss} et r_{pp} .

On déduit de l'expression de ces coefficients les propriétés suivantes :

- **Propriété 1** : la composante transverse (M_x) modifie l'intensité d'une onde incidente polarisée p et détectée en p . Il est donc nécessaire de s'affranchir de la composante indépendante de l'aimantation pour extraire, du signal reçu, le signal utile magnétique. Ceci rend sa mesure plus difficile et suggère le recours à des mesures différentielles [SOU01, SOU06]
- **Propriété 2** : pour un angle d'incidence de 90° , seule la contribution polaire est accessible. Pour un angle d'incidence faible par contre, la contribution polaire est faible.
- **Propriété 3** : les composantes polaire M_z et longitudinal M_y , affectent toutes deux les coefficients de réflexion r_{sp} et r_{ps} mais selon des termes différents. On notera en particulier que le signal polaire est une fonction paire des angles d'incidence θ_0 et de transmission θ_1 tandis que le signal longitudinal est une fonction paire de l'angle d'incidence θ_0 mais impaire de l'angle de transmission θ_1 . Par conséquent, pour deux mesures réalisées l'une sous un angle d'incidence θ_0 et l'autre sous un angle d'incidence $-\theta_0$ (conduisant à un angle de transmission $-\theta_1$) les contributions polaires seront identiques mais les contributions longitudinales opposées.

3.4 Séparation vectorielle des effets Kerr

3.4.1 Par modulation de polarisation

La modulation de polarisation d'une onde peut être obtenue à l'aide d'un modulateur photo-élastique PEM (PEM pour Photo Elastic Modulator). Il induit une biréfringence accidentelle linéaire modulée, c'est-à-dire un déphasage modulé entre les deux composantes polarisées rectilignes (et orthogonales) d'une onde incidente polarisée rectiligne. Le PEM est constitué d'un transducteur piézo-électrique qui agit sur un matériau transparent dont la biréfringence dépend de la contrainte qui lui est appliquée. Il permet donc de fixer, ou de moduler à une fréquence de quelques dizaines de kHz, le déphasage entre les deux composantes orthogonales polarisées rectilignement d'une onde incidente polarisée rectilignement.

Dans le cas où l'aimantation du matériau étudié est uniquement dirigée selon z (effet Kerr polaire), il est possible d'accéder par la mise en place d'un PEM sur le chemin optique, après réflexion (cf figure 2.7) à une mesure de la rotation et de l'ellipticité induite par l'effet qui est insensible aux fluctuations d'intensité de la source ou aux changements de coefficient de transmission (hors PEM) sur le chemin optique.

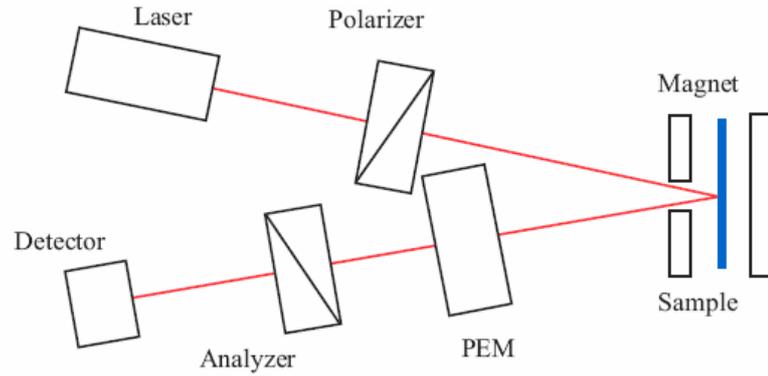


Figure 2.7 : Banc de mesure Kerr formé de : un laser, un polariseur/ analyseur, un modulateur photo élastique (PEM) et un photo détecteur. L'analyseur et le polariseur sont placés à 45° de l'axe optique du PEM (et donc du plan s de l'échantillon).

Dans le montage de la figure 2.4, on démontre que l'intensité reçue s'exprime par [KLI90] :

$$I(t) = I_0 \left[1 + 2\theta \cos(A_0 \omega t) - 2\varepsilon_k \sin(A_0 \omega t) \right] \quad (2.39)$$

Où I_0 représente la valeur moyenne de l'intensité du signal « ou l'intensité DC ». $\omega = 2\pi f$ est la fréquence d'excitation du PEM et A_0 représente l'amplitude du déphasage angulaire induit par le PEM. Par un développement en série de Fourier de 2.39 et en gardant les trois premiers termes significatifs, on obtient :

$$I(t) = I_0 \left[1 + 2\theta_k J_0(A_0) - 4\varepsilon_k J_1(A_0) \sin(\omega t) + 4\theta_k J_2(A_0) \cos(2\omega t) \right] \quad (2.40)$$

Le terme $2\theta_k J_0(A_0)$ représente une fraction du terme DC et peut être négligé car l'angle de rotation Kerr θ_k est généralement faible d'une part et le terme $J_0(A_0)$ peut être annulé ou rendu proche de zéro par ajustement de A_0 à une valeur proche de 2,405 radians. La rotation et l'ellipticité Kerr se calculent alors à partir des tensions mesurées (V_{DC} , V_{1f} et V_{2f}) selon les

expressions :

$$\theta_k = \frac{\sqrt{2}}{4J_2} \frac{V_{2f}}{V_{DC}} \quad (2.41) \quad \text{et} \quad \varepsilon_k = \frac{\sqrt{2}}{4J_1} \frac{V_{1f}}{V_{DC}} \quad (2.42).$$

Dans le cas plus général où l'aimantation du matériau est quelconque, Vavassori et al [VAV00] ont démontré qu'il est possible de séparer les effets Kerr polaire, longitudinal à partir des mesures d'intensité des composantes s et p à la fréquence 2ω . La composante transverse est elle obtenue à partir des mesures de composantes à la fréquence 2ω obtenues pour deux configurations optiques symétriques, dans lesquelles l'analyseur est à 45° de l'axe du polariseur. Cette technique peut être exploitée pour visualiser des domaines magnétiques et réaliser ainsi de l'imagerie Kerr. Cependant elle nécessite de recourir à un balayage de l'échantillon, ce qui impose des contraintes optiques sévères.

3.4.2 Sans modulation de polarisation

Ding et *al.* ont proposé une technique de séparation des composantes vectorielles de l'aimantation élémentaire [DIN00, DIN01] fondée sur la propriété 3 mentionnée au § 3.3. La procédure consiste à réaliser deux mesures successives en configuration *sp* (polarisation incidente *s* et détection de la composante *p*), l'échantillon ayant été tourné de 180° autour d'un axe normal à sa surface entre les 2 mesures. Ceci conduit pour ces deux conditions de mesure à des termes polaires identiques et des termes longitudinaux opposés. Les auteurs ne précisent pas la technique utilisée pour détecter l'information et indiquent que la somme des signaux obtenus pour les deux mesures délivre uniquement la contribution Kerr polaire tandis que la différence des mesures conduit à la seule contribution Kerr longitudinale. A partir du calcul détaillé, présenté au paragraphe suivant § 3.5.2, d'une méthode de mesure très proche de Ding et *al.* (mais ne nécessitant pas de rotation de l'échantillon), nous pensons que, en toute rigueur, il est nécessaire que l'absorption du matériau magnétique étudié soit négligeable, de sorte que n_1 et T_1 soient alors réels. La figure 2.8 montre les résultats obtenus par Ding et *al.* [DIN00] grâce à cette méthode dans le cas d'un fil de Cobalt déposé sur Or.

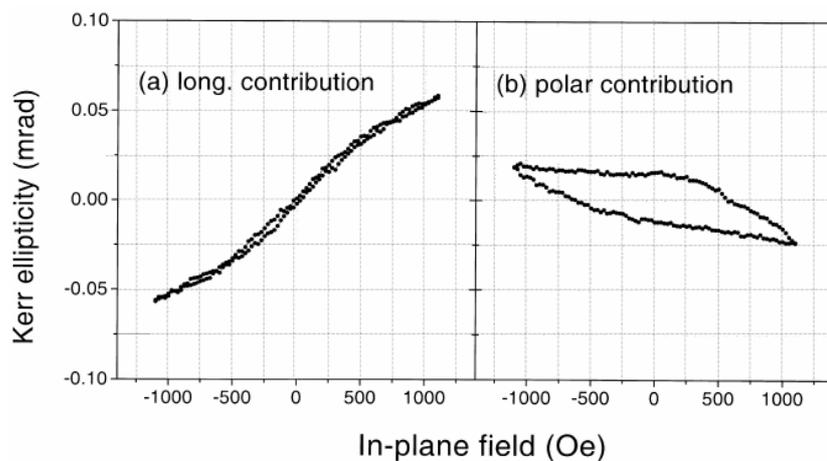


Figure 2.8 : Cycles d'hystérésis magnétique longitudinal (a), et polaire (b) d'un film Co déposé sur un substrat d'or [1 1 1] calculé à partir de la différence et somme des courbes mesurées dans une configuration donnée pour la première et après avoir tournée l'échantillon de 180° sur son axe [DIN00].

Cette méthode de mesure de l'aimantation vectorielle n'est adaptée à l'imagerie. En effet, entre les deux mesures qu'elle nécessite, le film imagé doit être tourné sur son axe. Pour réaliser une image, cela imposerait d'assurer un recalage d'images au pixel près, ce qui est difficile à mettre en œuvre de façon systématique.

Par ailleurs, un des inconvénients de la méthode par rapport à la méthode de modulation proposée par Vavassori [VAV00] réside dans le fait que l'information aimantation est (très vraisemblablement) proportionnelle à l'intensité de la source lumineuse. Par conséquent, la

mesure est sensible aux fluctuations d'intensité de la source. La mesure en continu de l'intensité I_s de la source avant réflexion et la pondération du signal reçu après réflexion par ce terme I_s , devrait permettre de s'affranchir de ce problème.

3.5 Imagerie Kerr vectorielle

3.5.1 Microscope Kerr

Il existe sur le marché des microscopes Kerr. Pour une mesure de polarisation Kerr polaire, il suffit d'utiliser une source polarisée, de disposer d'objectifs dénués de tension optique afin de ne pas modifier la polarisation de la lumière incidente et de placer un analyseur en amont de l'oculaire ou de la caméra de visualisation. Pour une mesure de polarisation Kerr longitudinale ou transverse, il est nécessaire que l'incidence de l'onde lumineuse soit la plus rasante possible. Pour cela des objectifs dédiés, à faible distance de travail et large ouverture numérique, sont utilisés. L'injection de l'onde lumineuse est réalisée en dehors de l'axe optique de manière à ce que l'incidence ne soit pas normale. La lumière collectée par l'objectif n'est pas non plus centrée sur l'axe optique. On dispose ainsi de deux trajets optiques parallèles mais différents pour l'onde incidente et l'onde réfléchie. Il est donc possible d'analyser la polarisation de l'onde après réflexion. Plus l'incidence sera rasante, plus la contribution Kerr polaire sera faible au regard des contributions longitudinale et transverse. Le principal avantage de ce type de microscope réside dans la résolution et le large champ de visualisation qu'il procure. Ce type de microscope s'est révélé adapté à l'étude de l'aimantation dans le plan de films polycristallins de LSMO [LEC97, HUB99].

3.5.2 Banc de mesure développé au GREYC

Nous avons choisi de développer au laboratoire un système d'imagerie Kerr relativement simple à mettre en œuvre du point de vue optique sans recourir à l'achat ou la fabrication d'un microscope Kerr et avec pour objectif de permettre la mise en place simple, à terme, d'un cryostat pour des mesures et imagerie Kerr à basse température.

Les coefficients de Fresnel r_{sp} et r_{ps} donnés en [2.38], présentent des termes polaires identiques et des termes longitudinaux opposés. Par conséquent, à système optique et position d'échantillon donnés, réaliser deux mesures successives où les états de polarisation incidents et détectés sont échangés conduit aux mêmes résultats que ceux propres à la méthode de Ding et al (DIN00). Le dispositif expérimental réalisé est présenté en figure 2.9. Les différents éléments seront détaillés au § 4 de ce chapitre. Ce banc d'imagerie fonctionne actuellement à température ambiante. L'incidence de la lumière peut être normale ou à 45° par rapport à la surface de l'échantillon.

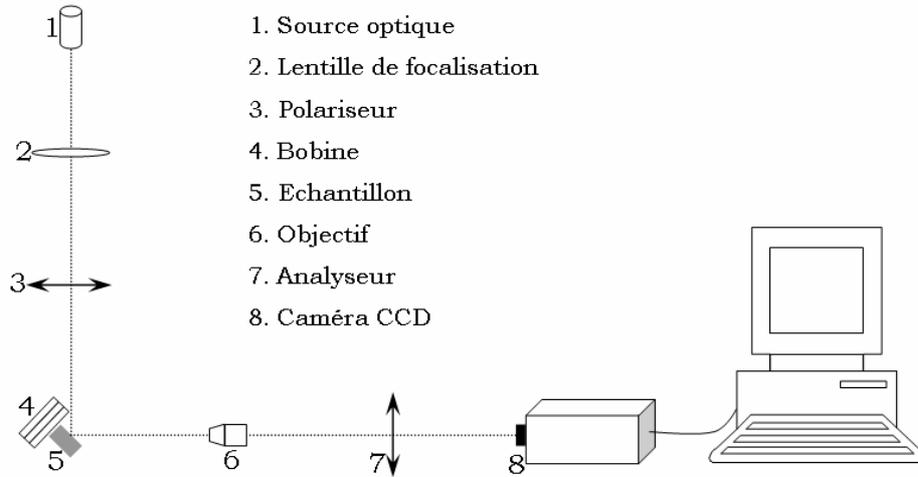


Figure 2.9 : Banc d'imagerie Kerr en incidence de la lumière à 45° .

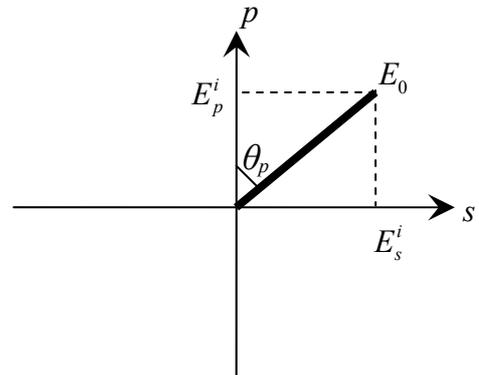
Déterminons les expressions littérales des signaux détectés par la caméra.

Le vecteur de champ électrique E_0 de l'onde incidente polarisée linéairement s'exprime sous forme de deux composantes orthogonales s et p comme suit (Figure 2.10) :

$$\begin{cases} E_p^i = E_0 \cos(\theta_p) \\ E_s^i = E_0 \sin(\theta_p) \end{cases} \quad (2.43)$$

Figure 2.10 : Représentation de l'amplitude de l'onde incidente linéairement polarisée formant un angle θ_p avec le plan d'incidence de la lumière.

Pour $\theta_p = 0$, l'onde est polarisée en p . Si $\theta_p = 90^\circ$ l'onde est alors polarisée en s .



On appelle par ailleurs θ_a l'angle que fait l'analyseur avec la direction p imposée par le polariseur. Comme précédemment, $\theta_a = 0$ pour une onde détectée de type p et $\theta_a = 90^\circ$ pour une onde détectée de type s .

En reprenant l'équation (2.37), le vecteur de champ électrique réfléchi (E_p^r, E_s^r) s'écrit en fonction du vecteur de champ incident (E_p^i, E_s^i) :

$$\begin{cases} E_p^r = r_{pp}E_p^i + r_{ps}E_s^i \\ E_s^r = r_{sp}E_p^i + r_{ss}E_s^i \end{cases} \quad (2.44)$$

A partir du formalisme de Jones [KLI90, HUA93], les composantes $E_p^{\theta_a}$ et $E_s^{\theta_a}$ du champ électrique en sortie de la paire analyseur - polariseur s'obtient à partir de l'expression matricielle suivante :

$$\begin{bmatrix} E_p^{\theta_a} \\ E_s^{\theta_a} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \theta_a & -\sin \theta_a \\ \sin \theta_a & \cos \theta_a \end{bmatrix} \begin{bmatrix} T_1 & 0 \\ 0 & T_2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos \theta_a & \sin \theta_a \\ -\sin \theta_a & \cos \theta_a \end{bmatrix} \begin{bmatrix} r_{pp} \cdot E_p^i + r_{ps} \cdot E_s^i \\ r_{sp} \cdot E_p^i + r_{ss} \cdot E_s^i \end{bmatrix} \quad (2.45)$$

Les première et troisième matrices sont des matrices de changement de repère permettant de passer du système d'axe de l'analyseur au repère (s, p) défini par (E_p^r, E_s^r) et réciproquement. La seconde matrice correspond à la matrice de transmission de l'analyseur où T_1 représente les coefficients de transmission le long de la direction propre de l'analyseur et T_2 dans la direction normale l'axe. Idéalement T_1 vaut 1 et T_2 vaut 0. En remplaçant E_p^i et E_s^i par leur expressions (Eq. 2.41), et après développement du produit matriciel, on obtient :

$$\begin{bmatrix} E_p^{\theta_a} \\ E_s^{\theta_a} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} T_1 \cdot \cos^2 \theta_a + T_2 \cdot \sin^2 \theta_a & \cos \theta_a \cdot \sin \theta_a \cdot (T_1 - T_2) \\ \cos \theta_a \cdot \sin \theta_a \cdot (T_1 - T_2) & T_1 \cdot \sin^2 \theta_a + T_2 \cdot \cos^2 \theta_a \end{bmatrix} \begin{bmatrix} r_{pp} \cdot \cos \theta_p + r_{ps} \cdot \sin \theta_p \\ r_{sp} \cdot \cos \theta_p + r_{ss} \cdot \sin \theta_p \end{bmatrix} E_o \quad (2.46)$$

Intéressons nous à deux configurations particulières :

Configuration ps :

En fixant la polarisation du faisceau incident en p ($\theta_p = 0^\circ$) d'une part, et la détection de la composante polarisée s de l'onde réfléchi d'autre part ($\theta_a = 90^\circ + \sigma$, où σ représente l'angle de décroisement (faible) de l'analyseur par rapport au polariseur), l'équation (2.46) conduit à :

$$\begin{bmatrix} E_p^{\theta_a} \\ E_s^{\theta_a} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} T_1 \cdot r_{pp} \cdot \sin^2 \sigma + T_2 \cdot r_{pp} \cdot \cos^2 \sigma - T_1 \cdot r_{sp} \cdot \sin \sigma \cdot \cos \sigma + T_2 \cdot r_{sp} \cdot \sin \sigma \cdot \cos \sigma \\ -T_1 \cdot r_{pp} \cdot \sin \sigma \cdot \cos \sigma + T_2 \cdot r_{pp} \cdot \cos \sigma \cdot \sin \sigma + T_1 \cdot r_{sp} \cdot \cos^2 \sigma + T_2 \cdot r_{sp} \cdot \sin^2 \sigma \end{bmatrix} E_o \quad (2.47)$$

Pour un angle de décroisement σ faible, on obtient :

$$\begin{bmatrix} E_p^{\theta_a} \\ E_s^{\theta_a} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} T_1 \cdot r_{pp} \cdot \sigma^2 + T_2 \cdot r_{pp} \cdot \left(1 - \frac{\sigma^2}{2}\right) - T_1 \cdot r_{sp} \cdot \sigma + T_2 \cdot r_{sp} \cdot \sigma \\ -T_1 \cdot r_{pp} \cdot \sigma + T_2 \cdot r_{pp} \cdot \sigma + T_1 \cdot r_{sp} \cdot \left(1 - \frac{\sigma^2}{2}\right) + T_2 \cdot r_{sp} \cdot \sigma^2 \end{bmatrix} E_o \quad (2.48)$$

Dans le cas où $\sigma = 0$ et $T_2 = 0$, l'expression se réduit à :

$$\begin{bmatrix} E_p^{\theta_a} \\ E_s^{\theta_a} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 \\ T_1 \cdot r_{sp} \end{bmatrix} E_o \quad (2.49)$$

Configuration sp :

En fixant la polarisation du faisceau incident en s ($\theta_p = 90^\circ$) d'une part, et la détection de la composante polarisée p de l'onde réfléchiée d'autre part ($\theta_a = \sigma$, où σ représente l'angle de décroisement (faible) de l'analyseur par rapport au polariseur), l'équation (2.44) conduit à :

$$\begin{bmatrix} E_p^{\theta_a} \\ E_s^{\theta_a} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} T_1 \cdot r_{ps} \cdot \cos^2 \sigma + T_2 \cdot r_{ps} \cdot \sin^2 \sigma + T_1 \cdot r_{ss} \cdot \sin \sigma \cdot \cos \sigma - T_2 \cdot r_{ss} \cdot \sin \sigma \cdot \cos \sigma \\ T_1 \cdot r_{ps} \cdot \sin \sigma \cdot \cos \sigma - T_2 \cdot r_{ps} \cdot \cos \sigma \cdot \sin \sigma + T_1 \cdot r_{ss} \cdot \sin^2 \sigma + T_2 \cdot r_{ss} \cdot \cos^2 \sigma \end{bmatrix} E_o \quad (2.50)$$

Pour un angle de décroisement σ faible, on obtient :

$$\begin{bmatrix} E_p^{\theta_a} \\ E_s^{\theta_a} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} T_1 \cdot r_{ps} \cdot \left(1 - \frac{\sigma^2}{2}\right) + T_2 \cdot r_{ps} \cdot \sigma^2 + T_1 \cdot r_{ss} \cdot \sigma - T_2 \cdot r_{ss} \cdot \sigma \\ T_1 \cdot r_{ps} \cdot \sigma - T_2 \cdot r_{ps} \cdot \sigma + T_1 \cdot r_{ss} \cdot \sigma^2 + T_2 \cdot r_{ss} \cdot \left(1 - \frac{\sigma^2}{2}\right) \end{bmatrix} E_o \quad (2.51)$$

Dans le cas où $\sigma = 0$ et $T_2 = 0$, l'expression se réduit à :

$$\begin{bmatrix} E_p^{\theta_a} \\ E_s^{\theta_a} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} T_1 \cdot r_{ps} \\ 0 \end{bmatrix} E_o \quad (2.52)$$

Les composantes non nulles des champs électriques obtenus pour ces deux configurations ps et sp (Eq. 2.49 et Eq. 2.52) (dans l'hypothèse $\sigma = 0$ et $T_2 = 0$) présentent d'après l'équation 2.38 des termes polaires (M_z) identiques et des termes planaires (M_y) opposés. Evaluons l'expression de l'intensité de la lumière I_θ au niveau de la caméra.

$$\text{Par définition, } I_\theta = \left| \vec{E} \right|^2 = \vec{E} \cdot \vec{E}^* \quad (2.53)$$

On définit l'intensité relative I_{mes} par :

$$I_{mes} = \frac{I_\theta}{I_o} \quad \text{où} \quad I_o = \vec{E}_0 \cdot \vec{E}_0^* \quad (2.54)$$

En exprimant les coefficients de Fresnel sous la forme réduite (2.55) suivante, afin de mettre en exergue les termes m_x , m_y et m_z ,

$$\left\{ \begin{array}{l} r_{ss} = \frac{n_0 \cos \theta_0 - n_1 \cos \theta_1}{n_0 \cos \theta_0 + n_1 \cos \theta_1} = r_{ss}^o \\ r_{pp} = \frac{n_1 \cos \theta_0 - n_0 \cos \theta_1}{n_1 \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1} - \frac{i \cdot 2 n_0 n_1 \cos \theta_0 \sin \theta_1 m_x Q}{n_1 \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1} = r_{pp}^o + i \cdot C \cdot Q \cdot m_x \\ r_{sp} = \frac{i \cdot (n_0 n_1 \cos \theta_0 \cos \theta_1) Q m_z}{(n_1 \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1)(n_0 \cos \theta_0 + n_1 \cos \theta_1) \cos \theta_1} + \frac{i \cdot (n_0 n_1 \cos \theta_0 \cdot \sin \theta_1) Q m_y}{(n_1 \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1)(n_0 \cos \theta_0 + n_1 \cos \theta_1) \cos \theta_1} = i \mathbf{A} \cdot Q \cdot m_z + i \mathbf{B} \cdot Q \cdot m_y \\ r_{ps} = \frac{i \cdot (n_0 n_1 \cos \theta_0 \cdot \cos \theta_1) Q m_z}{(n_1 \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1)(n_0 \cos \theta_0 + n_1 \cos \theta_1) \cos \theta_1} - \frac{i \cdot (n_0 n_1 \cos \theta_0 \cdot \sin \theta_1) Q m_y}{(n_1 \cos \theta_0 + n_0 \cos \theta_1)(n_0 \cos \theta_0 + n_1 \cos \theta_1) \cos \theta_1} = i \mathbf{A} \cdot Q \cdot m_z - i \mathbf{B} \cdot Q \cdot m_y \end{array} \right. \quad (2.55)$$

on peut dresser un tableau précisant les intensités obtenues pour différentes configurations des polariseur et analyseur (Tableau 2.1) :

Polarisation de l'onde incidente	Détection de l'onde réfléchie	Intensité mesurée
p	p	$\frac{I_{pp}}{I_o} = T_1^2 \cdot r_{pp}^o + i C \cdot Q \cdot m_x ^2$
p	s	$\frac{I_{ps}}{I_o} = T_1^2 \cdot Q ^2 i A \cdot m_z + i B \cdot m_y ^2$
s	p	$\frac{I_{sp}}{I_o} = T_1^2 Q ^2 i A \cdot m_z - i B \cdot m_y ^2$
s	s	$\frac{I_{ss}}{I_o} = T_1^2 \cdot r_{ss}^o ^2$

Tableau 2.1: Expressions de l'intensité mesurée avec les coefficients Fresnel pour différentes position du polariseur et de l'analyseur et dans l'hypothèse $T_2=0$ et $\sigma=0$. Dans la notation des intensités, le premier indice correspond au type de polarisation et le second au type de détection.

Da façon générale les termes A et B (dans l'équation 2.55) étant complexes, la soustraction des intensités obtenues dans les configurations ps et sp ne permet pas de séparer les composantes polaire et longitudinale. Dans l'hypothèse cependant où l'absorption peut être négligée (n_1 et $\sin \theta_1$ réels), A et B sont des nombres réels et les termes I_{ps} et I_{sp} deviennent :

$$\frac{I_{ps}}{I_o} = T_1^2 \cdot |Q|^2 (A \cdot m_z + B \cdot m_y)^2 \quad \text{et} \quad \frac{I_{sp}}{I_o} = T_1^2 |Q|^2 (A \cdot m_z - B \cdot m_y)^2 \quad (2.56)$$

En réalisant la somme et la différence des racines carrées des intensités

$$\sqrt{\frac{I_{ps}}{I_o}} = \pm T_1 \cdot |Q| |A \cdot m_z + B \cdot m_y| \quad \text{et} \quad \sqrt{\frac{I_{sp}}{I_o}} = \pm T_1 \cdot |Q| |A \cdot m_z - B \cdot m_y|, \quad \text{on peut accéder à l'aimantation}$$

polaire d'une part et à l'aimantation longitudinale d'autre part. Vue l'indétermination qui existe sur le signe (+) ou (-) des expressions $\sqrt{I_{sp}}$ et $\sqrt{I_{ps}}$, il est impossible de savoir quelle est l'opération mathématique qui permet de donner la composante d'aimantation polaire et celle qui délivre la composante longitudinale.

Si une mesure annexe d'aimantation polaire est disponible (obtenue par mesure Kerr polaire ou tout autre technique) l'incertitude est levée. Si une telle mesure n'est pas disponible, l'indétermination peut être levée en procédant en trois étapes :

- ❖ Première étape : nous procédons à la mesure des deux effets Kerr accessible par le biais des racines carrées d'intensité $\sqrt{I_{sp}}$ et $\sqrt{I_{ps}}$ en effectuant la somme et la différence comme précisé ci-dessus.
- ❖ Deuxième étape : nous effectuons deux autres mesures donnant les intensités I_{sp} et de I_{ps} après avoir tourné l'échantillon de 90° autour de son axe z . Dans ce cas, la composante 'longitudinale' obtenue correspond en réalité à la composante m_x de l'aimantation et non plus à m_y . En séparant comme précédemment les deux contributions, nous obtenons deux autres composantes, qui correspondent aux composantes Kerr polaire et transversale.
- ❖ Troisième étape : parmi les quatre cycles d'hystérésis obtenus, deux correspondent à l'effet Kerr polaire et un pour chacun des effets transverse et longitudinal. L'effet Kerr obtenu deux fois sera donc automatiquement qualifié comme polaire. Les termes longitudinaux et transverses seront également identifiés.

Il est à noter que si la rotation de l'échantillon est nécessaire afin d'identifier à posteriori les composantes Kerr polaire, longitudinale et transverse, pour chaque lot de deux mesures successives l'échantillon reste. Par conséquent la méthode proposée ici est tout à fait adaptée à l'imagerie de domaines magnétiques et ne nécessite pas de recalage d'images.

Remarque : les valeurs des termes A , B et C introduits en 2.55 sont calculables (dans l'hypothèse d'une absorption négligeable) sachant que l'indice de réfraction n_1 s'établit à 2,12. Cette valeur est déduite de mesures MOR (Modulated Optical Reflectance) pour lesquelles une valeur de 0,13 a été

obtenue pour le terme : $R = \left| \frac{n_1 - 1}{n_1 + 1} \right|$ [MEC05].

4 Caractéristiques du banc expérimental d'imagerie MO

Le banc optique expérimental représenté en figure 2.9 comprend plusieurs éléments optiques. Ce paragraphe détaille les caractéristiques de chacun des éléments de ce banc et leurs critères de choix. Les performances en termes de résolution et de sensibilité sont également évoquées. La plupart des images réalisées au cours de ce travail de thèse l'ont été sous une

incidence de 45° . Il est également possible de travailler sous incidence normale en ajoutant au montage un cube séparateur.

4.1 La source lumineuse

Notre choix de source lumineuse s'est porté sur une LED de puissance avec lentille incorporée fournie par LuxeonTM. Cette LED présente le meilleur compromis entre les exigences fixées par le cahier de charge que nous nous sommes imposés :

- ❖ La puissance optique de la source lumineuse doit être élevée afin que la proportion du faisceau transmis à travers la paire polariseur/analyseur mise en position croisée reste importante malgré la grande valeur de leur taux d'extinction. Plus l'intensité de la lumière transmise est grande, moins le temps nécessaire à la capture de l'image par la CCD est important et donc ceci permettra la limitation des effets de dérive thermique.
- ❖ La puissance optique de la source lumineuse doit être élevée pour la longueur d'onde procurant, dans le visible, l'intensité de l'effet Kerr la plus importante. La dépendance de l'intensité du signal Kerr en fonction de la longueur d'onde est discutée dans la section 2.5 du 3^{ème} chapitre.

Expérimentalement, dans le domaine visible, nous avons observé que le signal Kerr était maximal pour une source de couleur dans le bleu. Parmi les LED proposées par le fabricant de LED de puissance LuxeonTM (Figure 2.11), deux produisent une lumière bleue. Notre choix donc s'est porté sur une LED de couleur 'bleu roi' de puissance maximale pour la longueur d'onde $\lambda = 450$ nm.

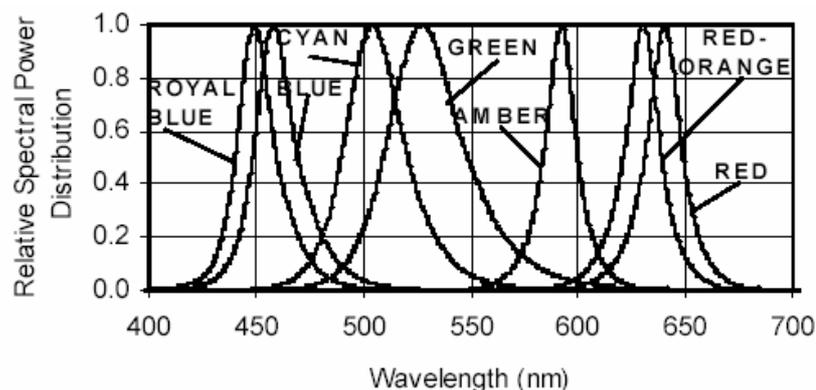


Figure 2.11 : Représentation de l'ensemble des longueurs d'onde de LED de puissance que le fournisseur LuxeonTM propose.

La figure 2.12 montre la distribution de l'intensité optique à la sortie de la LED de puissance monochrome (bleu roi, bleu, cyan, verte, rouge orangé et rouge) en fonction de l'écart angulaire.

Nous comptons utiliser le faisceau en sortie de la LED pour des angles d'ouvertures inférieurs à $\pm 20^\circ$, dont la distribution d'intensité selon la figure 2.12 est relativement uniforme.

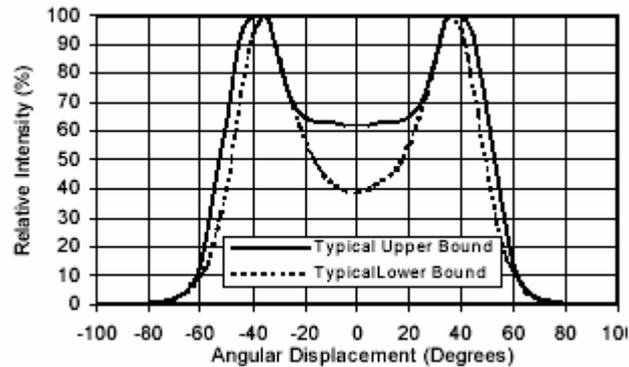


Figure 2.12 : Représentation du diagramme spatial de rayonnement pour une LED de puissance Luxeon™ monocolor (bleu roi, bleu, cyan, verte, rouge orangé et rouge) montrant les deux limites maximale et minimale d'intensité relative.

Afin de concentrer l'énergie lumineuse sur la surface de l'échantillon, nous avons inséré en aval de la LED une lentille de distance focale 100 mm.

4.2 Le polariseur et l'analyseur

Le film polariseur ainsi que l'analyseur utilisés dans notre banc d'imagerie sont fournis par Melles Griot. Ils assurent respectivement la polarisation rectiligne de la lumière à la sortie de la lentille, et après réflexion du faisceau lumineux sur l'échantillon étudié. D'après le fabricant, le polariseur transmet toutes les longueurs d'ondes incluses dans l'intervalle 215 nm à 2300 nm. La paire polariseur/analyseur présente un taux d'extinction égal à 600 pour la longueur d'onde 430 nm. Le taux de transmission optique de chacun d'eux est de l'ordre de 83% du signal incident.

4.3 L'objectif

La lumière réfléchie sur l'échantillon passe au travers l'objectif qui assure un grandissement optique nécessaire pour faire de l'imagerie. Les objectifs utilisés (tableau 2.2) possèdent une longue distance de travail pour éviter l'encombrement au niveau de l'échantillon. Pour donner une idée du grandissement optique obtenu par ces différents objectifs, nous montrons dans la figure 2.13 deux images optiques avec deux grandissements. La figure 2.13 (a), est prise avec l'objectif $\times 20$ sur une série de rectangles appartenant à la série de motifs de la figure 2.13 (b) obtenue avec un grandissement $\times 5$.

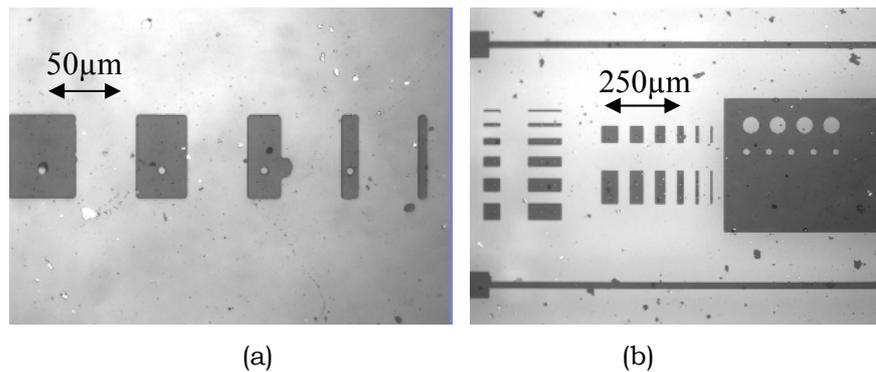


Figure 2.13 : Exemple d'image optique en lumière polarisée d'une couche LSMO sur un substrat STO: (a) $\times 20$, (b) $\times 5$. L'image comporte 656×494 pixels.

Objectif	Distance de travail (mm)	Ouverture numérique	Résolution ($\mu\text{m}/\text{pixel}$)*
Mitutoyo Apo SL $\times 50$	20	0.42	0.43
Mitutoyo Apo SL $\times 20$	20	0.28	1.06
Mitutoyo Apo $\times 10$	20		1.95

* Grandissement ramené à la caméra, calibré au moyen d'une mire micrométrique

Table 2.2 : caractéristiques des objectifs utilisés

4.4 La mise au point

L'illumination sous une incidence de 45° nécessaire à la mesure des effets Kerr polaire et transverse, engendre quelques contraintes en particulier au niveau de la mise au point. Tout d'abord, contrairement au cas d'une incidence normale, la mise au point varie en fonction de la position à la surface de l'échantillon puisque la distance entre l'objectif et l'ensemble des points se trouvant sur une colonne d'une image est variable. Par conséquent, le champ disponible est réduit. Par ailleurs, Les substrats utilisés étant transparents, il arrive qu'une image secondaire s'ajoute à l'image des motifs gravés dans la couche mince (figure 2.14). Celle-ci correspond à l'ombre des motifs gravés visibles à travers le substrat transparent. Ces motifs secondaires ne comportent cependant aucune information magnétique et ne perturberont donc pas l'imagerie Kerr.

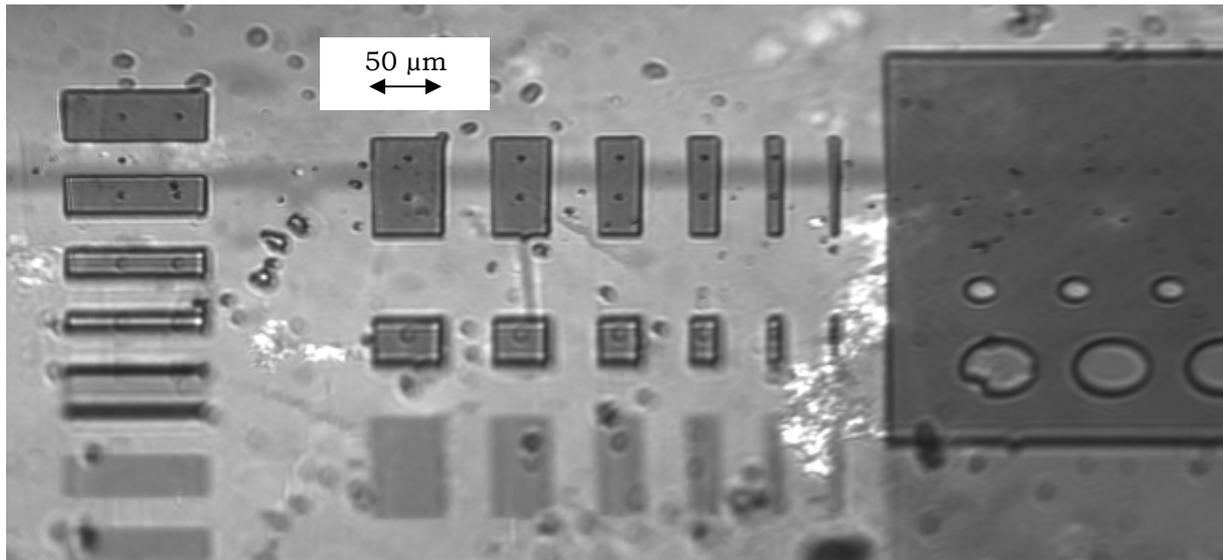


Figure 2.14 : Image optique sous une incidence à 45° . Des éléments du motif apparaissent au second plan et correspondent à l'ombre des motifs au travers du substrat transparent. Ces motifs ombrés ne produisent aucune information magnétique.

La défocalisation des images causée par l'inclinaison du porte échantillon à 45° nous oblige à limiter la zone d'études à la région se situant autour du point de focalisation. La grandeur de cette région est fonction du zoom optique utilisé. Elle est de l'ordre $100\ \mu\text{m}$ dans le cas d'utilisation de l'objectif de grandissement $\times 20$.

4.5 La caméra CCD utilisée et le logiciel d'exploitation HiPic

L'acquisition des images a été assurée par une caméra CCD (Charge Coupled Device) de type Hamamatsu C4880-80. Elle est contrôlée par le biais d'un boîtier de commande qui gère les temps d'exposition ainsi que les modes de lecture des pixels (soit une lecture de l'ensemble ou seulement d'une partie de la matrice). Ce bloc de commande est piloté par un logiciel (HiPic) contenant une interface graphique qui permet un post traitement des images acquises (accumulation d'images, opérations arithmétiques, moyenne sur des zones, profils,...).

4.5.1 Les propriétés de la caméra CCD

La caméra CCD a une surface de photosites équivalentes à $6.52 \times 4.89\ \text{mm}^2$, qui est organisée sous forme d'une matrice de 656×494 pixels carrés [HMM96] chacun de taille $9,9 \times 9,9\ \mu\text{m}^2$. Son efficacité quantique η_q , donnée en figure 2.15, est maximale à la longueur d'onde $530\ \text{nm}$.

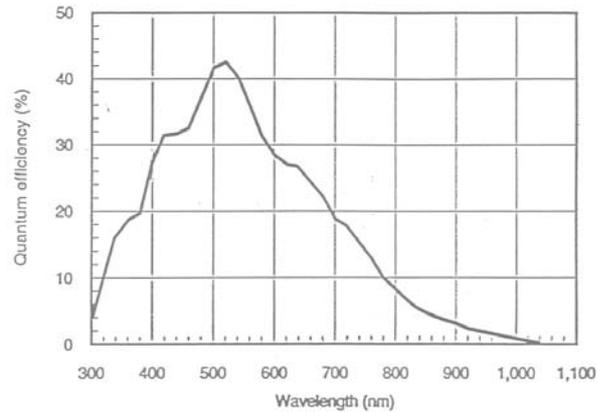


Figure 2.15 : Efficacité quantique de la caméra CCD. Cette efficacité est maximale pour la longueur d'onde 530 nm.

4.5.2 Le courant d'obscurité

Le courant d'obscurité résulte de la création thermique de paires électrons trous au niveau du capteur CCD. Ce courant augmente rapidement avec la température, par conséquent la meilleure façon de le diminuer est de refroidir la matrice CCD. Cette tâche est effectuée par un effet Peltier intégré à la caméra qui réduit de 20° la température de fonctionnement par rapport à la température ambiante.

Les caractéristiques de courant de noir en fonction du temps d'exposition τ , relevées au laboratoire, est donnée en figure 2.16. Le convertisseur analogique numérique de la caméra a une profondeur de 14 bits. Notant respectivement G_f , G_h et G_{sh} les gains « faible », « haut » et

« super haut » de la caméra, les spécifications du constructeur donnent : $\frac{G_{sh}}{G_f} = 11.66$ et

$\frac{G_h}{G_f} = 2.71$, et des transferts respectifs de 2.8, 0.65 et 0.24 électrons par niveau de gris. Les

niveaux de gris de décalage dépendent du gain affiché puisqu'ils ne sont pas conformes à ces rapports. En revanche les pentes asymptotiques, aux temps d'expositions élevés, sont dans les rapports de gains à la précision des mesures près et permettent de réduire le taux d'émission d'électrons de noir qui est d'environ 10 électrons/s et par pixel.

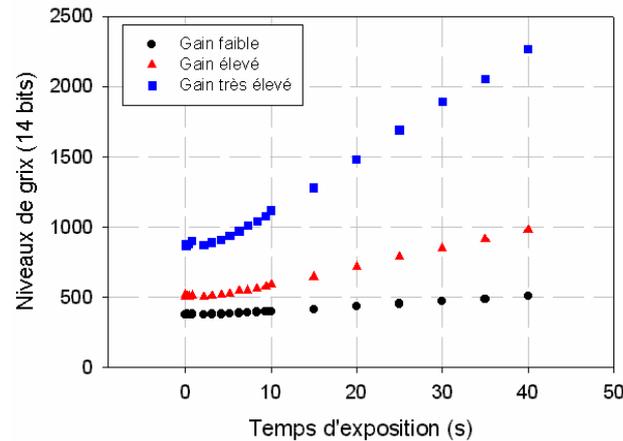


Figure 2.16: évolution du niveau de noir de la caméra C4880-80, exprimé en niveau de gris, en fonction du temps d'exposition, pour les gains faible, élevé et très élevé. Le courant de noir correspond à un taux d'émission d'environ 10 électrons par seconde.

Le courant d'obscurité engendre deux types de bruits : le bruit de non uniformité, lié au fait que le courant d'obscurité peut, dans une image, varier d'un point à un autre (on peut l'éliminer par soustraction du motif de bruit de courant d'obscurité enregistré à la même température et avec le même temps d'exposition que l'image à acquérir). Toutefois, en chaque point, le courant d'obscurité a une composante aléatoire similaire au bruit photonique. Par conséquent, la soustraction du motif de non uniformité augmente ce bruit d'un rapport $\sqrt{2}$.

La non uniformité de la réponse photoélectronique (PRNU) a un effet similaire à celui de la non uniformité du courant d'obscurité, mais il est multiplicatif au lieu d'être additif. On peut le compenser en uniformisant artificiellement le gain global, au prix d'un accroissement d'un facteur $\sqrt{2}$ du bruit photonique.

4.5.3 Le temps total d'acquisition d'une image

La durée d'acquisition d'une mesure est fonction du temps de capture d'image par la CCD et au temps de transfert et de stockage sur l'ordinateur. En ce qui concerne notre dispositif ayant comme caractéristique : 512 Mo de mémoire vive et 500 MHz de fréquence d'horloge, l'évolution du temps d'acquisition en fonction du temps d'exposition de chaque image est présentée dans la figure 2.17. Le résultat obtenu montre que le temps de transfert est dominant pour les images de grandes tailles et le temps de capture est prépondérant pour les images de petites tailles.

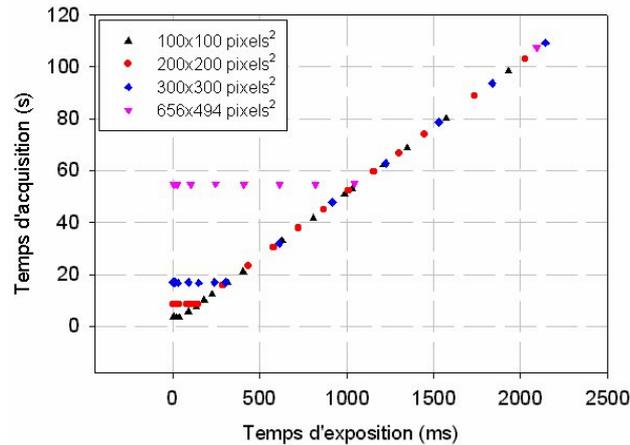


Figure 2.17 : Temps d'acquisition nécessaire pour mesurer une tram de 50 images en fonction du temps d'exposition de chacune d'elles et de la surface de la zone transférée.

4.5.4 Instabilité du gain de la caméra

Nous avons été amenés dans ce travail à traiter les images délivrées par la caméra CCD codées sous 14 bits afin d'extraire les cycles d'hystérésis magnétiques et de reconstituer les images des domaines magnétiques. Etant donné que toute variation d'intensité d'une région entre deux images créera forcément du contraste dans l'image résultante, et sera interprétée comme une information magnétique, la caractérisation du gain de la caméra s'impose afin de valider notre système d'imagerie et de lui appliquer la correction adéquate dans le cas échéant.

Nous avons opté pour l'étude d'une séquence d'images, espacées dans le temps d'une seconde, lors de la capture sur une surface uniforme. Sur la figure 2.18, nous avons représenté la courbe montrant la valeur de l'intensité moyenne par image en fonction du temps illustré, par le nombre de l'image correspondante de la séquence. Le taux d'instabilité maximal inhérent au fonctionnement de la caméra est évalué à 3% de la valeur du signal utile mesuré, ce qui dépasse en module l'amplitude typique du signal MO Kerr mesuré sur nos échantillons. D'autres séries de mesures ont été effectuées en changeant le temps d'exposition τ . Elles ont conduit à des caractéristiques semblables à celles de la figure 2.18 avec un changement de la période du signal d'intensité. Nous avons observé que la période est inversement proportionnelle à la durée d'exposition τ . Cette instabilité pourrait provenir de l'élément Peltier qui sert au refroidissement de la matrice CCD de la caméra.

Nous présentons au paragraphe 3.5 consacré au protocole expérimental, une méthode permettant de s'affranchir de ces instabilités. Elle permet de les réduire d'un facteur 10000.

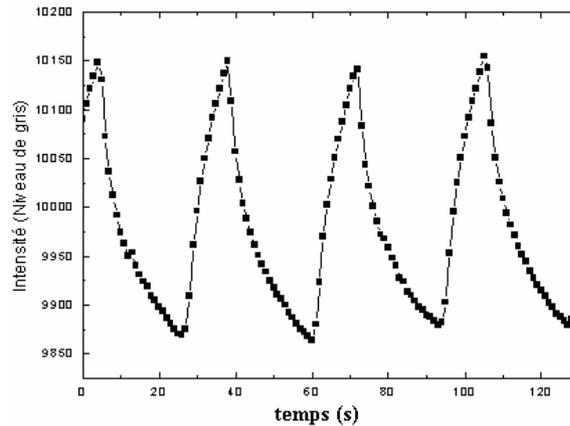


Figure 2.18 : Représentation du signal d'intensité moyenné sur la surface d'une image en fonction du temps. Chaque carré de la courbe représente une acquisition. Les acquisitions sont espacées d'une seconde.

4.5.5 Le logiciel HiPic 5.02

Le logiciel HiPic « High Performance Image Control System » gère les paramètres d'acquisition et de transfert des images, et assure un post-traitement aux mesures afin d'en extraire les informations intéressantes. Il peut donc commander le mode d'acquisition d'image parmi les trois que la caméra offre :

1. *Live mode* : ce mode fonctionne en flux continu et génère des images codées sous 8 bits avec une vitesse de rafraîchissement allant de $\sim 71 \mu\text{s}$ à quelques 36 s. Ce mode s'avère pratique notamment pour les facilités qu'il procure à l'expérimentateur dans la phase de localisation de la zone à étudier, pour la mise au point sur la surface et pour régler le gain d'amplification de la caméra.
2. *Acquire Mode* (temps d'exposition τ compris entre $2054 \mu\text{s}$ et 10465s) : dans ce mode, les images sont acquises une à une et stockées sous 14 bits. Dans ce mode, l'accumulation d'images ne peut s'effectuer plus rapidement qu'au rythme de 1 image/s.
3. *Analogue Integration mode* (temps d'exposition τ compris entre $2054 \mu\text{s}$ et 10465s) : ce mode permet la sommation analogique de plusieurs acquisitions à durée réglable avant stockage sous 14 bits. Cette opération peut être répétée plusieurs fois. Par sommation numérique de ces différentes acquisitions (codées en 14 bits), il est possible d'obtenir une image stockée sous 16 bits. Ce type d'acquisition permet de diminuer le bruit de mesure.

En plus, le logiciel HiPic offre la possibilité d'effectuer un ensemble d'opérations sur les images transférées dans l'ordinateur (accumulation d'images, soustraction, division et multiplication soit entre deux images ou par une constante [HIP98]), et permet également d'afficher les statistiques relatives aux propriétés des images.

Dans le cadre de notre travail, nous avons utilisé le mode «Acquire », ce qui nous a permis d’obtenir un codage de 14 bits par image. Dans une situation expérimentale donnée, nous avons aussi utilisé la possibilité d’effectuer la moyenne de N images indépendantes de type « Acquire », ce qui dans l’idéal permet de réduire le bruit de fond d’un facteur \sqrt{N} . La figure 2.19, qui présente les profils d’intensité d’une ligne d’une image unique ou obtenue par moyenne de 100 images, illustre ce point. En pratique, cette technique de prise de moyenne sur N images présente des limites en raison des instabilités (mécanique, thermique, optique) de notre système. C’est pourquoi nous nous sommes le plus souvent limités au cumul de 20 images.

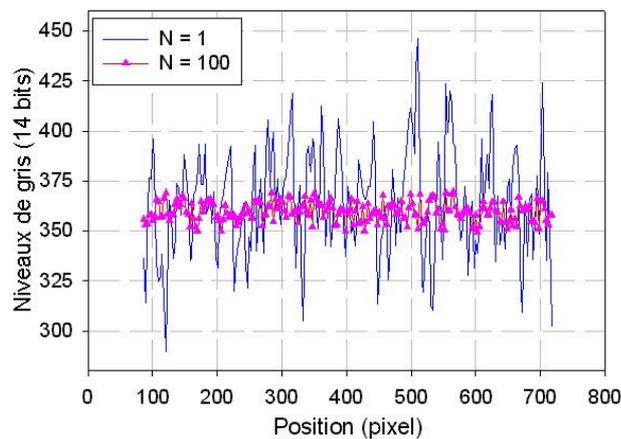


Figure 2.19 : niveau de gris d’une ligne d’une image ne contenant pas d’information : (a) image unique, (b) image obtenue par moyenne sur 100 images.

4.6 Bobine de champ magnétique

La bobine utilisée lors des expériences est de géométrie carrée de 10 cm de côté et comporte 1000 tours. Son calibrage à l’aide d’un magnétomètre de type flux-gate a conduit à une valeur de 3.6 Oe/V. Ce flux-gate nous permet également de mesurer le champ résiduel 3D (terrestre) en tout point de l’espace et notamment à l’endroit où est placé l’échantillon.

Le film auquel on applique le champ magnétique est placé au centre de la bobine de sorte que le champ appliqué soit planaire.

5 Protocoles de mesure et d’imagerie

Deux approches pratiques d’utilisation du système d’imagerie Kerr MO sont possibles. Suivant la nature de l’aimantation sondée (dans le plan ou hors plan), une des deux dispositions du banc de mesure Kerr s’impose. Nous présentons les deux montages ainsi que la procédure expérimentale suivie pour réaliser des images magnétiques d’une part et en déduire des cycles d’hystérésis locaux d’autre part.

5.1 Incidence de la lumière à 45°

Afin de visualiser le processus de retournement d'aimantation au sein des échantillons testés, nous avons systématiquement soustrait les images acquises à une image dite de référence correspondant à un état magnétique saturé de l'échantillon. Ainsi, dans l'image magnétique finale, les zones contrastées de l'image correspondront aux zones où l'aimantation a changé par rapport à l'état saturé. Cette technique permet par ailleurs de s'affranchir de termes continus parasites ou magnétiques. Toutes les images résultent d'une moyenne calculée à partir d'une séquence de 20 images prises dans les mêmes conditions magnétiques, le but étant d'améliorer le rapport S/B sans allonger exagérément les temps d'acquisition.

Afin de s'affranchir des instabilités de la caméra, pour chaque image, un facteur multiplicatif est appliqué aux niveaux de gris fournis par la caméra. Ce facteur multiplicatif est calculé de sorte que, pour toutes les images, le niveau de gris N_{nomag} d'une zone précise de l'image, non magnétique (substrat par exemple ou piste d'or) soit le même (typiquement 25000 pour une pleine échelle de 32000 niveaux gris). Le facteur de multiplication est donc de $25000/N_{\text{nomag}}$

A partir d'une série d'images relevées en parcourant point par point l'ensemble du cycle d'hystérésis en partant d'une excitation magnétique de saturation $+H_s$ jusqu'à $-H_s$ puis en revenant à $+H_s$, on peut construire le cycle d'hystérésis ou visualiser le retournement de l'aimantation. Pour cela, l'aimantation est exprimée en niveau de gris dans l'image, est moyennée sur une aire donnée correspondant à une zone magnétique. Suivant la taille de cette aire, on dispose d'un cycle global similaire à celui que l'on pourrait obtenir par des méthodes macroscopiques de mesure d'aimantation. Si l'aire est petite et réduite par exemple à la taille d'un motif, on obtient un cycle d'hystérésis local, inaccessible par des mesures macroscopiques, qui peut renseigner sur l'influence de la géométrie sur l'aimantation locale. Pour des aires de taille limitée à un domaine magnétique, on peut étudier le processus de retournement d'un domaine particulier sous réserve que la taille de celui-ci soit compatible avec la résolution spatiale du banc d'imagerie.

A titre d'exemple, nous présentons en figure 2.20, les domaines magnétiques au sein d'un motif carré gravé dans une couche mince de LSMO déposé sur STO. Les régions sombres ont une direction d'aimantation opposée à celle des régions claires. Ce contraste indique que le domaine magnétique a changé de direction entre la valeur d'excitation de champ magnétique H appliqué et la valeur à saturation. Dans certaines images, une couleur intermédiaire (gris foncé) apparaît. Elle correspond au cas où la valeur de la projection de l'aimantation dans la direction de l'aimantation à saturation d'amplitude est inférieure à la valeur à saturation. Ceci traduit un retournement partiel de l'aimantation ou la présence de domaine de fermeture par exemple.

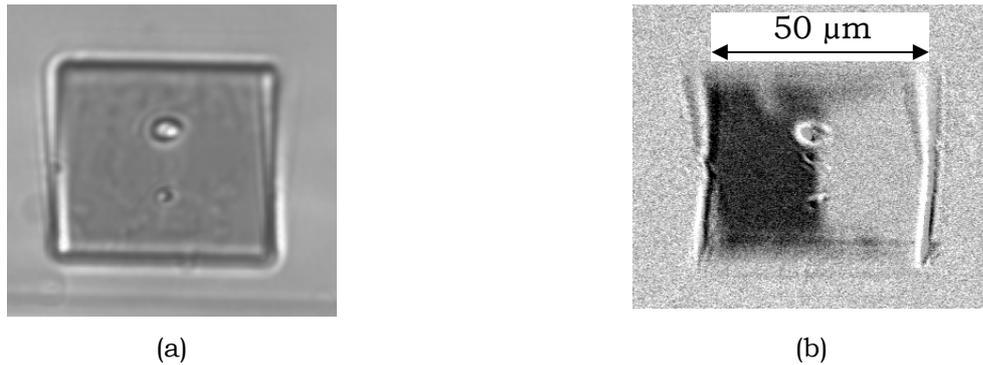


Figure 2.20: (a) : Image optique d'un motif carré gravé dans un film mince de LSMO sur STO, observé sous une incidence de 45° . (b) : Image MO Kerr longitudinal de domaines magnétiques déduit de deux images Kerr prises avec des conditions de polarisations ps et sp . La région de contraste sombre indique une direction de l'aimantation opposée à l'état initial. A l'extérieur du carré, l'intensité est uniformément claire car aucune information magnétique n'est fournie par le substrat. Le champ magnétique nécessaire à la saturation est de 10 Oe et le champ magnétique pour lequel la configuration des domaines de fermetures est obtenue correspond à 4 Oe. Deux domaines de fermeture de couleur gris intermédiaire indiquent une direction d'aimantation presque horizontale.

5.2 Incidence normale

Quelques modifications sont à apporter au banc d'imagerie Kerr en incidence à 45° pour le rendre opérationnel en incidence normale. Comme montré sur la figure 2.21, nous avons inséré un cube séparateur qui sert à l'aiguillage de la lumière incidente vers l'échantillon et la lumière réfléchi vers la caméra. Dans cette configuration du banc, en polarisation rectiligne s ou p, le signal Kerr est sensible seulement à la composante d'aimantation polaire.

Après l'acquisition des images du cycle d'hystérésis et la correction de l'instabilité du gain de la caméra, nous reconstituons le cycle d'hystérésis comme dans l'autre montage.

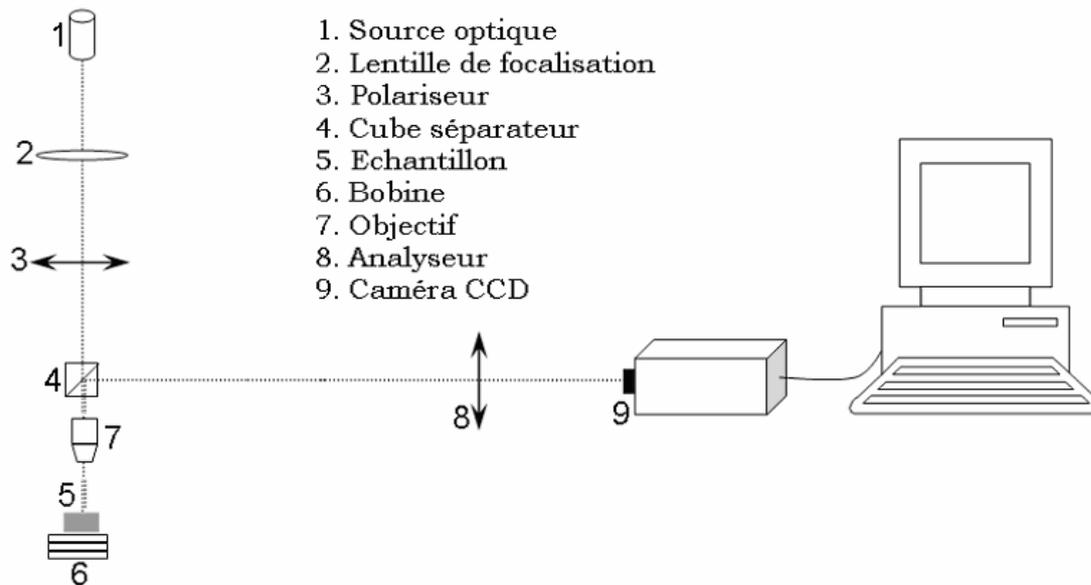
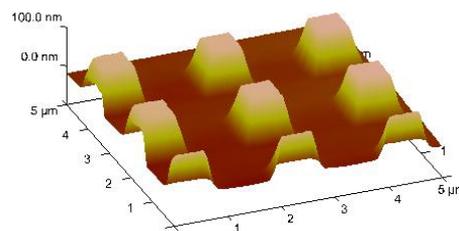


Figure 2.21: Banc d'imagerie Kerr en incidence normale

6 Limitations du banc de mesure

6.1 Résolution spatiale

Nous présentons dans la figure 2.22 l'image 3D d'une structure contenant un ensemble de motifs carrés de dimensions $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$. La couche gravée $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ d'épaisseur 100 nm est déposée sur un substrat SrTiO_3 .

Figure 2.22 : Image AFM 3D d'une série de motifs carrés de dimension $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ présent en surface de la couche mince $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MnO}_3$ d'épaisseur 100 nm déposée sur un substrat SrTiO_3 .

L'image de domaines magnétiques (Figure 2.23 (a)) est obtenue par imagerie MO Kerr à partir de deux images dont la première est prise dans un état saturé tandis que la seconde image est prise en appliquant un champ magnétique de direction opposée de faible amplitude devant le champ coercitif. Le champ magnétique est appliqué dans le plan du film.

Dans l'image MO, les régions contrastées de couleur blanche et noire correspondent à des directions d'aimantation parallèles mais de sens opposé. Pour un champ appliqué $H = 3,6$ Oe, deux principaux domaines magnétiques antiparallèles apparaissent au niveau de la surface.

Cette distribution qui minimise le coup énergétique de la distribution des domaines magnétiques est identique sur la totalité des carrés imagés. La résolution spatiale de notre banc d'imagerie ne permet pas la visualisation de la distribution des domaines à l'intérieur des motifs gravés.

La figure 3.24 (b) montre une image MFM obtenue à partir de la même série de motif. Les lignes diagonales qui relient les quatre bords des motifs carrés de $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$ sont vraisemblablement des parois de Bloch hors du plan qui séparent les quatre domaines magnétiques planaires. La bonne résolution spatiale de la technique MFM permet l'obtention d'une image de très bonne qualité.



Figure 2.23 : (a) : Image MO en mode Kerr longitudinal de domaines planaires dans une série de motifs carrés de dimension $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ présent en surface de la couche mince $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$ d'épaisseur 100 nm déposée sur un substrat $SrTiO_3$. L'image a été obtenue par soustraction entre une image correspondant à l'état saturé ($H = 50 \text{ Oe}$) et une image correspondant à la zone de transition du cycle d'hystérésis ($H = -3,6 \text{ Oe}$). Les régions d'images de couleur noire correspondent à des domaines magnétiques antiparallèles avec ceux de couleur blanche. (b) Image de parois de domaines ayant une composante hors du plan effectuée par la technique MFM.

6.2 Effets des fluctuations thermiques

Le principal facteur limitant du banc d'imagerie réalisé se situe au niveau de la dilatation d'éléments mécaniques, en particulier le porte échantillon, suite à l'échauffement de la bobine qui génère l'excitation magnétique. Celle-ci s'échauffe nettement pour des valeurs appliquées de quelques dizaines de Gauss. Dès lors, sur la durée de mesure d'un cycle complet, un déplacement de l'échantillon peut intervenir suite à dilatation ce qui dégrade la qualité des images (figure 2.24). Ceci impose de réduire la durée totale des acquisitions et diminue donc le rapport signal sur bruit puisqu'il n'est plus possible d'accumuler autant d'images que l'on souhaiterait. Les solutions permettant d'éliminer ce problème sont de deux types. Un traitement d'images après acquisition qui permette un recalage des images entre elles. Une réduction significative de l'effet de l'échauffement en plaçant par exemple, l'échantillon dans un cryostat présentant une masse thermique importante devant la bobine. Une troisième solution peut être également considérée qui tend à réduire le temps de parcours du cycle d'hystérésis en diminuant

le nombre d'images accumulées. Malheureusement, on ne peut diminuer ce nombre en dessous d'un nombre critique puisque le rapport signal sur bruit en dépend.

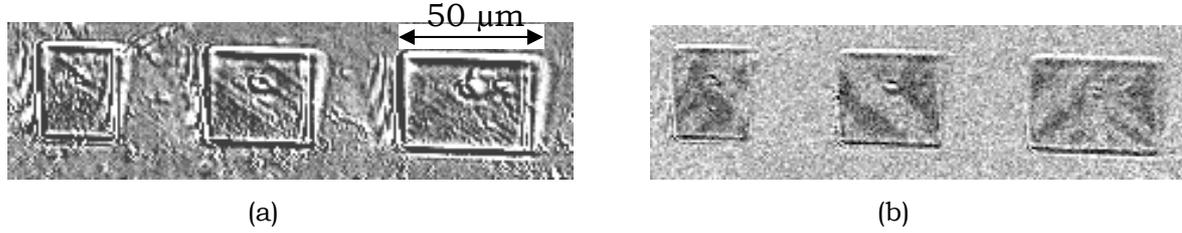


Figure 2.24 : Image de domaines magnétiques d'un film $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$ gravé d'épaisseur 200 nm pour un champ magnétique appliqué $H = 5$ Oe, (a) suite à une dérive thermique, (b) en l'absence d'une dérive thermique.

6.3 Bruit de fond du système et sensibilité de la mesure

Le calcul du bruit du système revient à estimer le bruit généré lors de la conversion de l'intensité lumineuse en niveau de gris par la matrice photo sensible de la caméra. L'intensité lumineuse est traduite en charge électrique par effet photoélectrique, le cumul de ces charges pendant le temps d'exposition τ de la caméra est converti en tension analogique puis en un niveau de gris noté N_g . On note donc la relation suivante :

$$N_g = k.N_e = k.N_p.\gamma = k.\gamma.\tau.\frac{\lambda.I}{h.c} \quad (2.57)$$

Avec N_e le nombre de photo électron et N_p le nombre de photon.

$$I = N_p.\frac{h.c}{\lambda.\tau} \quad (2.58)$$

Où γ est l'efficacité quantique du CCD, λ est la longueur d'onde incidente, h est la constante de Planck, c est la vitesse de la lumière et k est le facteur de conversion du signal analogique en niveau de gris.

La valeur maximale de N , notée N_{\max} , est donnée par les caractéristiques du convertisseur analogique numérique de la caméra. On a donc :

$$(\tau I)_{\max} = \frac{N_{\max}.h.c}{k.\gamma.\lambda} \quad (2.59)$$

On démontre que le bruit électronique des photo-électrons suit la même loi statistique que les photons c'est-à-dire une loi de Poisson. Le bruit électronique vaut donc $\sqrt{N_e}$ et ce qui correspond à des fluctuations de niveaux de gris égal à $\sqrt{N_g}$.

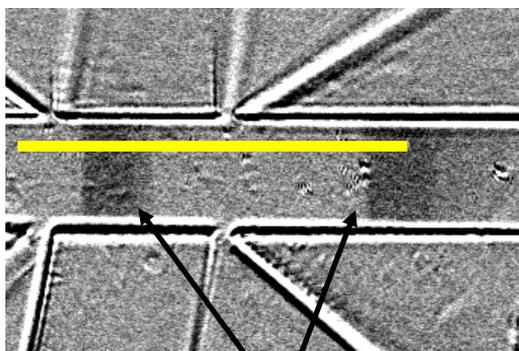
Intéressons nous à la sensibilité de mesure d'une composante longitudinale d'un échantillon dépourvu d'effet Kerr polaire. La configuration retenue alors pour la mesure sera une configuration ps ou bien une configuration sp . D'après l'équation 2.47, pour un angle de

décroisement σ faible, au premier ordre, les termes significatifs se réduisent à deux termes : un terme ‘magnétique’ $T_1 \cdot r_{ps}$ et un terme non magnétique $T_1 \cdot r_{ss} \cdot \sigma$.

Dans l’idéal, si l’angle σ peut être parfaitement ajusté à 0 si aucune source de lumière parasite n’est captée par la caméra et pour un courant d’obscurité nul, tout signal capté délivre uniquement une information magnétique. Par conséquent, pour deux mesures correspondant à deux états de saturation opposés, on obtiendrait dans chacun des cas la même amplitude de niveau de gris (qui serait ajustée proche de son maximum N_{max} , en réglant pour cela le gain et le temps d’acquisition de la caméra). Compte tenu du fait que le bruit associé à chaque pixel vaut $\sqrt{N_g}$ (N_g niveau de gris du pixel), le rapport signal sur bruit de mesure serait égal à :

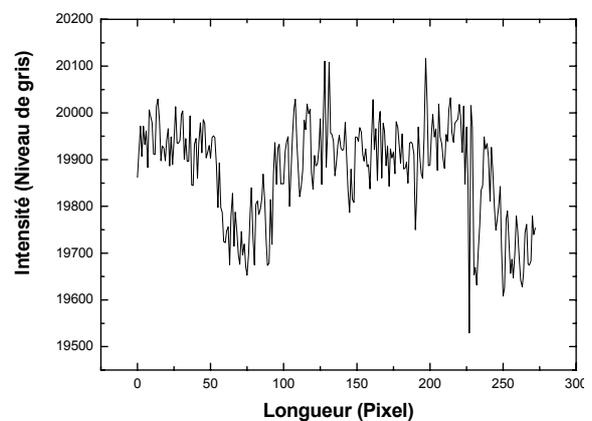
$$\frac{S}{B} = \frac{2 \cdot N_{max}}{\sqrt{2 \cdot N_{max}}} = \sqrt{2 \cdot N_{max}} \quad (2.60)$$

En pratique, σ ne peut être parfaitement ajusté à 0 et le terme non magnétique $T_1 \cdot r_{ss} \cdot \sigma$ est important en particulier dans les zones où seul le substrat se trouve et où la composante de la lumière réfléchiée par le porte échantillon est donc significative. Ce terme et d’éventuels termes parasites captés par la caméra, fixent la durée maximale d’acquisition permettant d’éviter la saturation. Ainsi, lors de nos mesures, la différence d’intensité mesurée entre deux états de saturation opposés est de l’ordre de 150 niveaux de gris pour un niveau maximal de niveau de gris recueillis de l’ordre de 20000. Le rapport signal sur bruit est donc de l’ordre de 1 par acquisition et il convient d’accumuler des images pour obtenir un rapport signal sur bruit satisfaisant. A titre d’exemple, le profil réalisé sur une image Kerr MO, correspondant à une zone comportant 2 domaines magnétiques, obtenue par accumulation sur 4 acquisitions, est montré en figure 2.25(b). La longueur de la ligne du profil est donnée en pixel. Le bruit lié à la mesure est moins important que le signal magnétique issu d’une accumulation sur 4 images.



Domaines magnétiques ayant basculé

(a)



(b)

Figure 2.25 : (a) : Image MO Kerr obtenue par accumulation à partir de 4 images d’un film gravé de $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$, d’épaisseur 100 nm, déposé sur un substrat $SrTiO_3$. (b) : Profil de la ligne à

travers des domaines magnétiques de la figure (a) d'une image magnétique obtenue par accumulation sur 4 images.

Par ailleurs, nous avons mesuré une variation de 2,7 niveau de gris par millidegrés d'angle de décroisement σ . Ceci conduit à un écart type de mesure de rotation Kerr de

$$\frac{\sqrt{20000}}{2,7} \cdot 1 \text{ m deg} = 52 \text{ m deg} .$$

7 Conclusion

Dans ce chapitre, une approche théorique de l'effet Kerr MO a été présentée. Nous avons été amenés à introduire les différents états de polarisation de la lumière afin d'expliquer la rotation du plan de polarisation caractéristique de l'effet Kerr MO. Différentes techniques de séparation des composantes vectorielles de l'aimantation ont été présentées. Nous avons insisté sur la méthode que nous avons mise en oeuvre qui est adaptée à l'imagerie vectorielle des domaines magnétiques et pas seulement à la mesure moyenne des composantes vectorielles d'aimantation. Une présentation détaillée du banc d'imagerie MO Kerr a été effectuée en décrivant les composants du banc ainsi que leur propriétés. Le protocole expérimental permettant d'obtenir soit une image du processus de retournement de l'aimantation soit un cycle d'hystérésis local a été précisé. La sensibilité de mesure a été calculée. Enfin, les limitations du banc d'imagerie, résolution spatiale et problème de dilatation thermique, ont été présentées.

Chapitre III

Résultats expérimentaux

Sommaire

1	Introduction.....	106
2	Résumé des propriétés structurales, électriques et magnétiques du $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{MO}_3$ (LSMO)	107
2.1	Structure pérovskite.....	107
2.2	Facteur de tolérance.....	108
2.3	Structure électronique.....	109
2.4	Les interactions d'échange et le mécanisme de conduction	110
2.5	Propriétés magnéto-optiques (MO) du LSMO.....	112
2.6	Domaines magnétiques dans LSMO (cas de l'aimantation planaire)	114
3	Etat de l'art de l'anisotropie magnétique dans LSMO	116
3.1	Contraintes structurales liées aux désaccords de maille entre film et substrat.....	116
3.2	LSMO sur LSAT.....	119
3.3	LSMO sur STO	120
3.3.1	<i>SrTiO₃ (001)</i>	120
3.3.2	<i>Substrat vicinal SrTiO₃ (001)</i>	122
4	Résultats expérimentaux	125
4.1	Liste des échantillons testés	125
4.2	Effet des contraintes : exemple de la couche LSMO / $(\text{LaAlO}_3)_{0,3}(\text{Sr}_2\text{AlTaO}_6)_{0,7}$, noté LSAT (001) – FEX044	126
4.2.1	Propriétés structurales et magnétiques	126
4.2.2	Retournement d'aimantation.....	130
4.3	Effet du facteur de forme et des défauts dans LSMO sur STO (001) – AL2643 et AL2644	133
4.3.1	<i>Propriétés structurales et magnétiques des couches</i>	133
4.3.2	<i>Effet du facteur de forme d'une série de motifs rectangulaires sur le champ coercitif</i>	134
4.3.3	<i>Effet des défauts sur le mode de retournement de l'aimantation</i>	138
4.4	Effet des substrats vicinaux sur l'anisotropie magnétique dans LSMO.....	141
4.4.1	Propriétés structurales, magnétiques et de surface des films.....	142
4.4.2	LSMO sur STO (001) (échantillon témoin)	144
4.4.3	LSMO sur STO vicinal (10°).....	147
4.4.4	LSMO sur STO vicinal (2°).....	153
4.4.5	LSMO sur STO vicinal (6°).....	155
4.4.6	<i>Discussion</i>	157
5	Conclusion	160

1 Introduction

Durant la dernière décennie, l'intérêt porté aux manganites s'est accru à cause du large éventail des propriétés magnétiques, électroniques et structurales [RAM97, COE99, TOK99, DAG01]. Les manganites à valence mixte de formule générale $RE_{1-x}AE_xMnO_3$ (avec $RE = La, Pr, Nd$ ou Sm et $AE = Sr, Ca, Pb$ ou Ba) sont des composés de la famille des Pérovskites. Le remplacement d'un ion trivalent (RE) par un ion divalent (AE) induit une valence mixte du manganèse $Mn_x^{3+} / Mn_{1-x}^{4+}$ appelée dopage. La majeure partie des propriétés physiques de ces composés vient de ce dopage qui leur a aussi donné leur nom générique. Ces composés ont été beaucoup étudiés dans les années 50-60 pour leurs propriétés remarquables : électriques / magnétiques et effet de magnétorésistance colossale (notée CMR pour *Colossal MagnetoResistance*) [ZEN51, WOL55, GOO55, GEN60]. Leur préparation et leurs propriétés cristallographiques et magnétiques furent étudiées pour la première fois pour ($RE = La$) et ($AE = Ca$ ou Sr) en 1950 par Jonker et van Santen [JON50].

Parmi les manganites, nous avons étudié le composé $La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$ car il est ferromagnétique à température ambiante (température de Curie $T_C = 370K$).

L'étude de la phase magnétique effectuée par Tokura et *al.* du $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ a permis de définir les différents états magnétiques du composé en fonction de la concentration de dopage x [TOK96]. Le diagramme de phase du $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ montrant également l'évolution de la température de Curie est présenté à la figure 3.1. On voit en effet que dans la partie centrale du diagramme de phase, autour de $x \approx 0,33$, $La_{0,67}Sr_{0,33}MnO_3$ (noté LSMO dans la suite), est ferromagnétique à température ambiante. De plus, il est associé à une polarisation de spin très élevée ($> 95\%$) [BOW02] qui rend ce composé intéressant pour des applications de l'électronique de spin [PAR98, PRI98, WOL01, GRE02, BOW03].

L'anisotropie magnétique est sans doute un des paramètres les plus influents sur l'aimantation de telles structures disposées en couches minces. En 1954, Néel [NEE54] a été le premier à proposer un modèle sur l'anisotropie magnétique résultante de la réduction de la symétrie de l'état de surface.

L'objet de ce chapitre est l'étude des propriétés locales d'aimantation par imagerie magnéto-optique Kerr des couches minces de LSMO à température ambiante, et plus précisément, de l'anisotropie magnétique et du retournement de l'aimantation. Quatre études ont été approfondies :

- L'influence de la contrainte dans LSMO déposée sur LSAT.
- L'influence du facteur de forme d'une série de motifs rectangulaires gravés dans les couches LSMO / STO.
- L'influence des défauts dans les couches.
- L'influence des marches des substrats vicinaux.

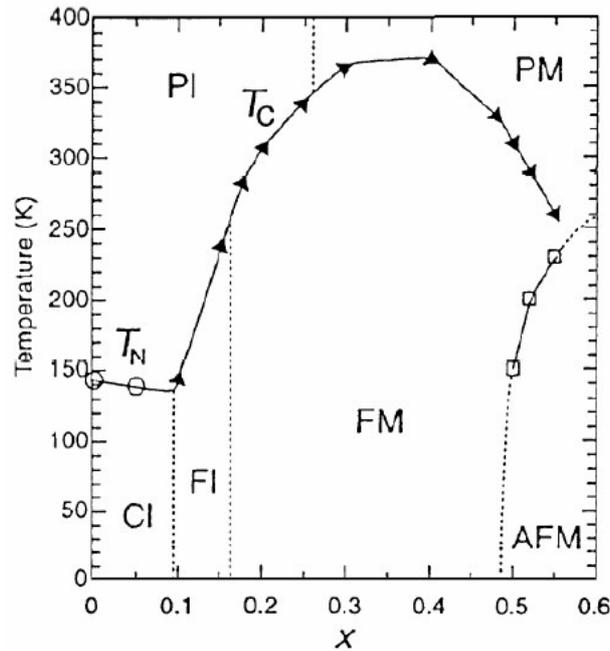


Figure 3.1 : Diagramme de phase de $La_{1-x}Sr_xMnO_3$, avec l'évolution de la température de transition en fonction de la concentration du dopage x . T_N est la température de Néel, T_C est la température de Curie. Notation, FI : *Ferromagnétique Isolant*, PI : *Paramagnétique Isolant*, FM : *Ferromagnétique Métallique*, AFM : *Antiferromagnétique Métallique* et PM : *Paramagnétique Métallique* [TOK96].

Avant de décrire les résultats obtenus (paragraphe 4), je vais rappeler brièvement les propriétés structurales, électriques et magnétiques du LSMO (paragraphe 2), puis je préciserai plus particulièrement les propriétés d'anisotropie magnétique du LSMO au paragraphe 3. Je terminerai par une conclusion sur l'ensemble des résultats.

2 Résumé des propriétés structurales, électriques et magnétiques du $La_{0,7}Sr_{0,3}MO_3$ (LSMO)

2.1 Structure pérovskite

$La_{0,7}Sr_{0,3}MnO_3$ est une manganite qui appartient à la famille des pérovskites de formule générale ABO_3 . La structure type des pérovskites est représentée à la figure 3.2. Le site B situé au sommet du cube est occupé par un métal de transition, ici le manganèse (Mn).

Le site A situé au centre du cube est un cation trivalent ou divalent, soit respectivement

Lanthane (*La*) ou Strontium (*Sr*) dans notre cas. Au centre de chaque coté du cube est placé un atome d'oxygène (Figure 3.2). Dans les manganites de formule $La_{1-x}^{3+}Sr_x^{2+}(Mn_{1-x}^{3+}Mn_x^{4+})O_3^{2-}$, le rapport de cations *Mn* entre l'état Mn^{3+} et l'état Mn^{4+} est respectivement $1-x$ et x . La maille pseudo cubique du LSMO est 0,3889 nm.

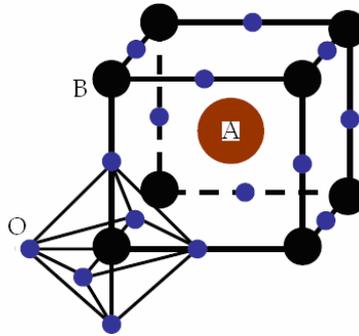


Figure 3.2 : Schéma simplifié de la structure pérovskite ABO_3 , avec $A=La$ ou Sr , $B=Mn$.

2.2 Facteur de tolérance

Les manganites présentent, dans la plupart des composés, des déformations par rapport à la structure cubique idéale. La stabilité de la structure pérovskite dépend d'une relation géométrique reliant les rayons des cations des sites *A* et *B* qui fait intervenir le facteur de tolérance de Goldschmidt σ [GOL58], exprimé par :

$$\sigma = \frac{(R_A + R_O)}{\sqrt{2}(R_B + R_O)} \quad (3.1)$$

Avec R_A , R_B et R_O les rayons ioniques des cations des sites *A*, *B* et de l'oxygène. Cette relation n'est évidemment valable que si la stoechiométrie en oxygène est respectée.

Si $\sigma=1$, la structure est cubique. Pour $\sigma < 1$ (Figure 3.3 (b)), il apparaît une distorsion rhomboédrique ($0,98 < \sigma < 1$) ou orthorhombique ($0,94 < \sigma < 0,98$). La structure déformée du manganite de lanthane $LaMnO_3$, qui cristallise dans une structure orthorhombique, est présentée à la figure 3.3 (b) à titre d'exemple. Les octaèdres MnO_6 sont inclinés conduisant à des angles de liaisons $Mn-O-Mn$ inférieurs à 180° .

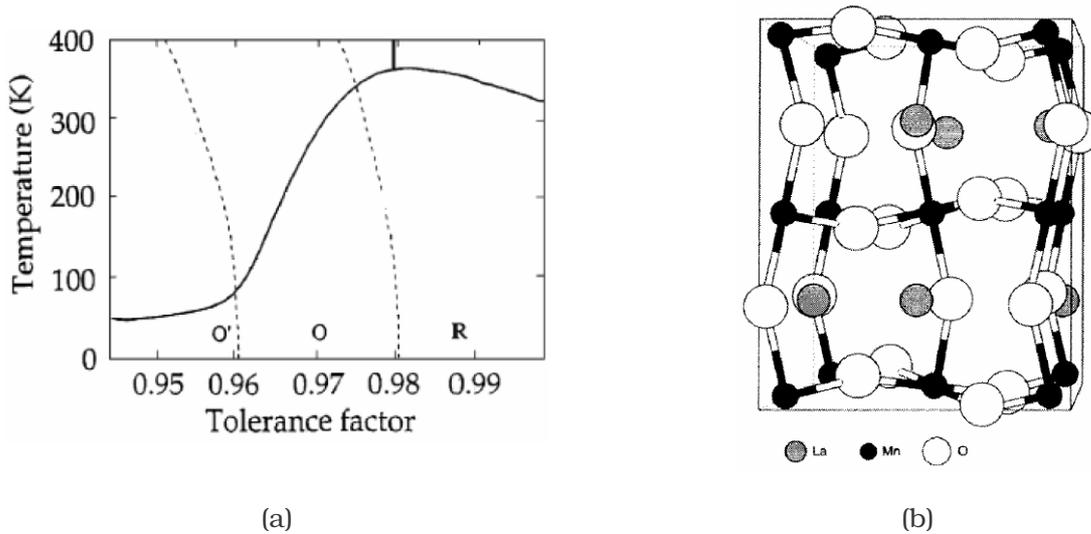


Figure 3.3 : (a) Diagramme de phase structural de $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ (avec $RE = La, Pr, Nd$ ou Sm et $AE = Sr, Ca, Pb$), (b) Structure orthorhombique de $LaMnO_3$ [PIC96].

2.3 Structure électronique

Dans les manganites, les électrons des cations de manganèse sont tous sur le niveau d'énergie 3d. Pour les manganèses de valence Mn^{3+} et Mn^{4+} , la configuration électronique est respectivement $3d^4$ et $3d^3$. Les 5 orbitales 3 d se séparent en deux groupes d'énergie : 3 orbitales t_{2g} (faible niveau d'énergie) et 2 orbitales e_g . Les contributions des électrons sur ces deux niveaux d'énergie t_{2g} et e_g pour les ions Mn^{3+} et Mn^{4+} sont représentées à la figure 3.4.

Les trois électrons de Mn^{4+} sont tous sur les orbitales t_{2g} . Par contre, parmi les 4 électrons de l'ion Mn^{3+} , trois sont situés sur les orbitales t_{2g} qui ont un faible niveau d'énergie. L'une des deux orbitales de e_g doublement dégénérées sera occupée par un seul électron. Cela permet de baisser l'énergie de Mn^{3+} et de faciliter les échanges d'électrons entre les cations de Mn et de l'oxygène. La dégénérescence des orbitales provoque une distorsion sous forme d'un allongement de la cellule MnO_6 (Figure 3.3). Jahn et Teller [JAH37] ont montré qu'un abaissement de la symétrie lève la dégénérescence de l'orbitale e_g en deux niveaux, dont la moyenne en énergie correspond à celle de l'état dégénéré e_g . L'ion Mn^{4+} , qui provient de la substitution de la terre rare trivalente par l'élément alcalinoterreux divalent, ne possède que trois électrons d, qui vont préférentiellement peupler les niveaux t_{2g} laissant inoccupé le niveau e_g . Par conséquent, ces ions Mn^{4+} ne subissent pas l'effet Jahn-Teller.

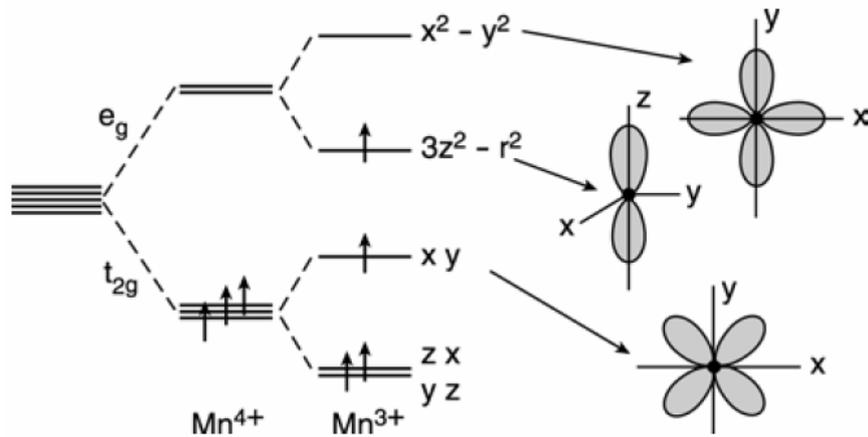


Figure 3.4 : Occupation des niveaux d'énergie pour Mn^{3+} et Mn^{4+} .

2.4 Les interactions d'échange et le mécanisme de conduction

Les composés $LaMnO_3$ et $SrMnO_3$ ne possèdent pas de charges libres. Un transfert d'électrons entre deux atomes peut avoir lieu seulement s'il y a recouvrement des orbitales. Or, le recouvrement des orbitales des atomes de manganèse est faible. De plus, ils sont séparés par un anion d'oxygène dont les orbitales p sont pleines ($O^{2-}:2p^6$). Même s'il y a recouvrement entre les orbitales e_g (du manganèse) et p (de l'oxygène), il est impossible qu'il y ait transfert d'électrons entre un manganèse et un oxygène. Le transport s'effectue donc par superéchange. Dans les composés à valence mixte $La_{1-x}^{3+}Sr_x^{2+}(Mn_{1-x}^{3+}Mn_x^{4+})O_3^{2-}$, le superéchange devient plus faible, et laisse place à un autre mécanisme ferromagnétique : le double échange.

Dans le cas de LSMO ($x=0,3$), l'oxyde présente une valence mixte au niveau du manganèse, il peut donc y avoir coexistence entre Mn^{3+} et un Mn^{4+} , tous deux séparés par un anion d'oxygène. L'énergie d'un tel système $Mn^{3+}-O-Mn^{4+}$ peut être abaissée par la présence d'un électron délocalisé entre deux Mn^{4+} . Certes, les niveaux p de l'oxygène sont toujours pleins, mais ce mécanisme est possible en considérant le transfert simultané de deux électrons (Figure 3.5) :

- Le premier saut d'une orbitale e_g^1 du Mn^{3+} vers une orbitale $2p^6$ de O^{2-} .
- Le deuxième saut d'une orbitale $2p^6$ de O^{2-} vers une orbitale e_g^0 du Mn^{4+} .

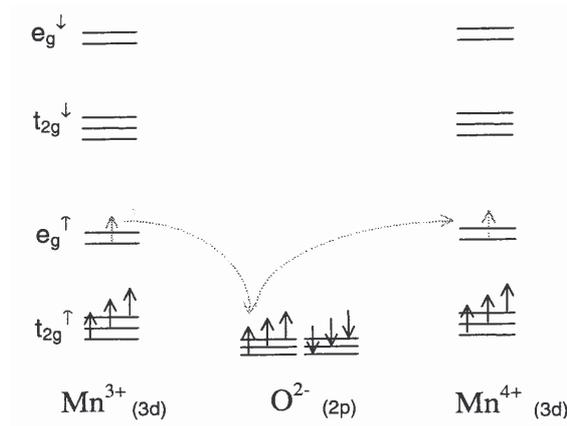


Figure 3.5 : Mécanisme de double échange proposé par Zener [ZEN51].

D'après la théorie du double échange décrite par Zener [ZEN51], il faut que les spins d'électron de transfert soient parallèles pour que les électrons puissent sauter d'un site à l'autre. Un tel transport ne doit pas changer l'orientation du spin pendant le transfert, ce qui implique un ordre ferromagnétique. Peu de temps après, Anderson et Hasegawa ont proposé un modèle général du double échange qui inclut toutes les conditions du double échange [AND55]. Ils ont défini un angle θ entre les moments d'électrons de Mn^{3+} et Mn^{4+} (Figure 3.6). La probabilité de transfert d'électron d'entre les deux ions est alors écrite :

$$t = t_0 \cos \frac{\theta}{2} \tag{3.2}$$

Les mesures plus quantitatives de diffusion de neutron effectuées par Hwang *et al.* [HWA95] ont montré l'importance de l'angle θ entre $Mn-O-Mn$ pour les propriétés magnétiques et les propriétés de transports des manganites.

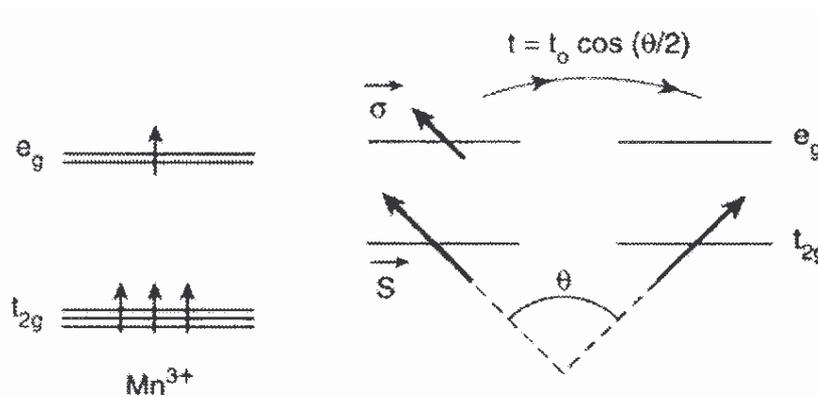


Figure 3.6 : Mécanisme général de double échange proposé par Anderson et Hasegawa [AND55].

2.5 Propriétés magnéto-optiques (MO) du LSMO

L'effet Kerr MO dans les oxydes ferromagnétiques de type $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ a fait l'objet de quelques études. Yamaguchi *et al.* [YAM98] ont étudié la rotation (θ_k) et l'ellipticité (ε_k) du signal Kerr à la température ambiante dans les monocristaux du composé pour les taux de substitution ($0 < x < 0.3$). Le spectre de la rotation Kerr montré dans la figure 3.7 s'étend sur l'intervalle des énergies de photons allant de 0,9 à 5,3 eV. Pour $x=0,3$, le spectre MO est caractérisé par deux transitions vers 1 eV et 3,2 eV.

Les transitions observées dans les spectres MO ont été expliquées par Yamaguchi *et al.* [YAM98] en se basant sur des études effectuées sur des composés du type $Y_{3-x}Bi_xFe_5O_{12}$, vu que les ions du fer (Fe^{3+}) sont disposés en sites octaédriques comme ceux de Mn^+ dans la structure pérovskite manganite. Les deux transitions, observées expérimentalement dans les spectres MO, correspondent à des transitions de transfert de charge, qui peuvent être expliquées par la séparation spin - orbite dans l'état final de la transition.

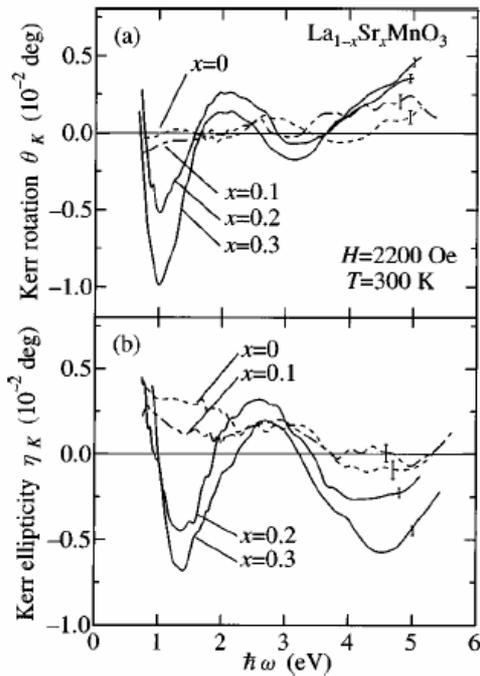


Figure 3.7 : Evolution du signal MO dans le composé $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ monocristallin en fonction du taux de dopage [YAM98].

D'autres études se sont intéressées à la rotation Kerr MO dans des films minces LSMO. Koubaa *et al.* [KOU04, KOU05] ont mesuré le spectre de la rotation MO des films d'épaisseur (10 nm, 20 nm, 30 nm et 60 nm) tandis que Fumagalli *et al.* [FUM95] ont travaillé sur un film d'épaisseur 150 nm. Pour l'ensemble des films, un maximum en valeur absolue dans le spectre de rotation Kerr est observé à chaque fois que ε_k passe par zéro. La dépendance en énergie de la rotation Kerr du film mince (Figure 3.8) est différente de celle des monocristaux (Figure 3.7). Dans la gamme spectrale 1 eV - 5 eV on observe deux

transitions apparaissant vers 2 eV et $3,4 \text{ eV}$ pour le film mince alors qu'elles se manifestent autour de 1 eV et $3,2 \text{ eV}$ dans le monocristal.

On peut distinguer deux comportements différents du spectre. Le pic associé à une énergie de 2 eV est faiblement dépendant de l'épaisseur du film, les valeurs de la rotation Kerr relative aux différentes épaisseurs sont équivalentes et restent faibles. Le deuxième pic qui se situe à $3,2 \text{ eV}$ donne des rotations Kerr plus importantes. Cette rotation augmente d'avantage avec l'augmentation de l'épaisseur (notamment pour le Kerr polaire), tandis que la position du pic associé à la deuxième transition se déplace vers les basses énergies. Ceci indique que la longueur de pénétration des ondes dans l'intervalle $[1 \text{ eV}, 5 \text{ eV}]$ est comparable ou supérieure à l'épaisseur du film. De plus, on observe un dédoublement de la deuxième transition pour les faibles épaisseurs (inférieur ou égale à 30 nm). Ce qui est probablement associé à l'effet Jahn-Teller.

Finalement, on peut dire que la diminution de l'épaisseur du film magnétique s'accompagne d'un déplacement du pic de la deuxième transition alors que celui de la première transition pointe toujours à la même énergie 2 eV . Ceci renseigne sur l'origine des deux transitions optiques. La première transition est liée à la transition intra bande des spins majoritaires ($t_{2g} \rightarrow e_g$) puisque le spectre ne varie pas avec l'épaisseur. Quant à la deuxième transition, l'énergie du sommet du pic dépend de l'épaisseur, c'est donc une transition de transfert de charge entre les bandes de spins minoritaires ($O(2p) \rightarrow t_{2g}$).

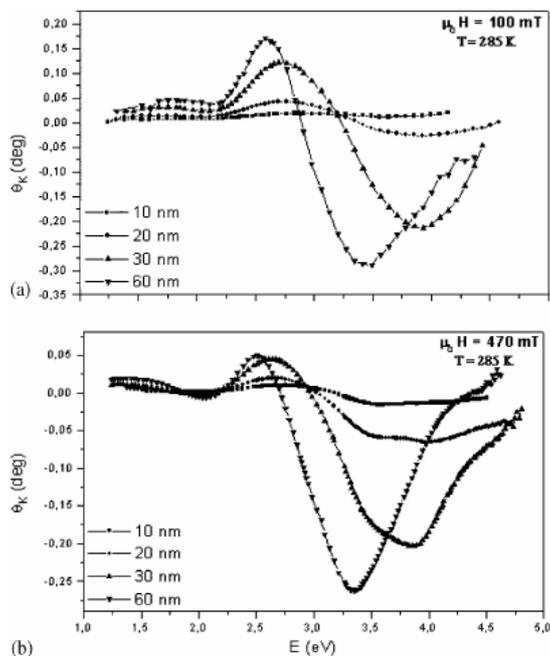


Figure 3.8 : Dépendance de la rotation Kerr MO en fonction de l'épaisseur pour la configuration : (a) longitudinale et (b) polaire [KOU04].

Les résultats de la figure 3.8 sont intervenus lors du choix de la longueur d'onde de la LED de notre banc d'imagerie Kerr puisque la rotation Kerr évolue en fonction de l'énergie E .

Dans le spectre, la plus grande rotation θ_K est obtenue pour une énergie de 3,3 eV. La longueur d'onde correspondante est de 370 nm ce qui est en dehors du spectre du visible. Pour cette longueur d'onde, l'efficacité quantique (η_q) de la CCD (Figure 2.13) est très faible ce qui nous oblige à choisir une autre longueur d'onde.

Le second pic de rotation θ_K se situant à une énergie de l'ordre 2,7 eV (équivalent à $\lambda = 455$ nm) a une amplitude moins importante. Ce dernier pic de rotation coïncide la longueur d'onde de la LED Luxeon™ bleu roi. L'efficacité quantique (η_q) de la CCD dans ce dernier cas est presque maximale ce qui nous a permis de porter notre choix sur la LED de longueur d'onde $\lambda = 450$ nm.

2.6 Domaines magnétiques dans LSMO (cas de l'aimantation planaire)

L'objectif de ce paragraphe est de passer en revue l'imagerie de domaines magnétiques avec aimantation planaire dans des couches minces LSMO. Les études par microscopie MFM ne sont pas citées puisque révélant des composantes d'aimantation hors du plan.

Gupta et *al.* dans leur travail portant sur l'étude des effets de joints de grain sur les propriétés de magnétorésistance dans les films LSMO polycristallins d'épaisseur 100 nm ont imagé à la température ambiante le retournement de domaines magnétiques pour différentes valeurs de champ H par la technique Kerr MO [GUP96]. Dans la configuration du banc utilisé, la composante d'aimantation sondée est la composante transversale (voir les flèches dans la figure 3.9 (c)). Dans cette expérience, le champ magnétique appliqué est parallèle à la direction de l'aimantation mesurée.

La figure 3.9 montre le cycle d'hystérésis magnétique global moyenné sur toute la surface du film avec trois images de domaines magnétiques prises à des points caractéristiques. La figure 3.9 (a) montre un état magnétique presque uniforme de l'échantillon à la rémanence malgré la persistance de l'orientation de quelques grains vers des directions privilégiées autres (teintés en gris foncé). Cette configuration d'équilibre est celle qui coûte le moins d'énergie au film magnétique.

En augmentant l'intensité du champ magnétique dans la direction opposée, on atteint le champ coercitif. La moitié des grains commutent vers la direction de H comme montré à la figure 3.9 (b). La géométrie des frontières de domaines magnétiques reste inchangée, donc elle est imposée par structure du film (les joints de grains séparant deux domaines). Le retournement se poursuit jusqu'à atteindre le point c (Figure 3.9 (c)) qui correspond à une quasi saturation du film LSMO dans le sens opposé à celui de la figure 3.9 (a).

Il a été constaté que les domaines magnétiques, définis par les grains dans l'échantillon, sont découplés et que le retournement ne se propage pas au-delà de la surface d'un grain.

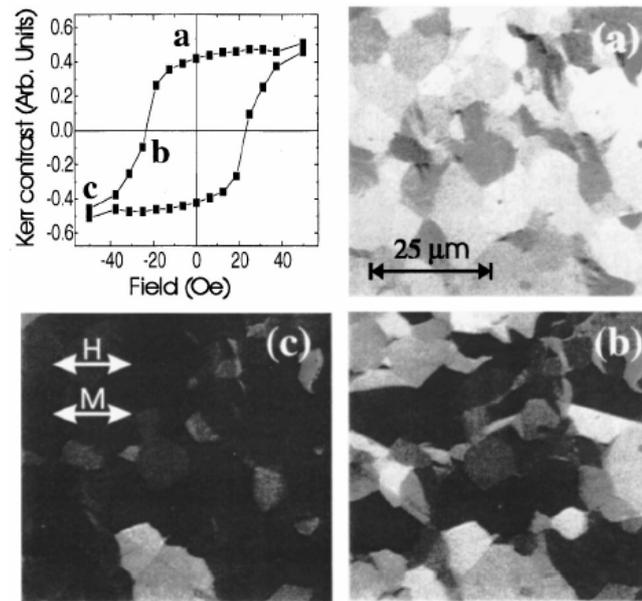


Figure 3.9 : Cycle d'hystérésis magnétique global mesuré par la technique Kerr MO longitudinale d'un film LSMO polycristallin ayant un grand nombre de grains en surface. Les trois images Kerr MO correspondent aux points (a), (b) et (c) désignés sur l'hystérésis. Le champ magnétique H externe a été appliqué horizontalement, comme indiqué sur l'image. Est mesurée la composante d'aimantation parallèle à H dans le plan [GUP96].

Par ailleurs, Lecoeur et *al.* [LEC97] se sont intéressés à l'étude de l'orientation de l'aimantation à l'état de rémanence. La figure 3.10 montre deux images de l'état rémanent d'un film LSMO d'épaisseur 50 nm. L'état de rémanence est obtenu après avoir saturé le film. Le champ H est appliqué dans le plan de la surface le long de la direction (100). Dans la figure 3.10 (a), on montre la composante d'aimantation M_y appartenant au plan mais perpendiculaire à la direction du champ magnétique appliqué. Le contraste montre des stries verticales noires et blanches ayant une largeur moyenne d'environ 2 μm . Ainsi M_y alternant entre directions opposées comme représenté schématiquement au-dessous de l'image de Kerr. Les lignes discontinues représentent les parois de domaines. D'autre part, la figure 3.10 (b) montre la composante M_x parallèle à H . La teinte blanche est essentiellement uniforme, signifiant que M_x est presque constante. L'interprétation des deux images 3.10 (a) et (b) réside dans le fait qu'en partant d'un état de saturation vers la rémanence, M se tourne symétriquement vers (110) ou bien (1-10). La sélection de la direction (110) ou (1-10) par M résulte d'une légère dispersion de la direction de facile aimantation et l'influence que jouent les interactions magnétostatiques et d'échanges.

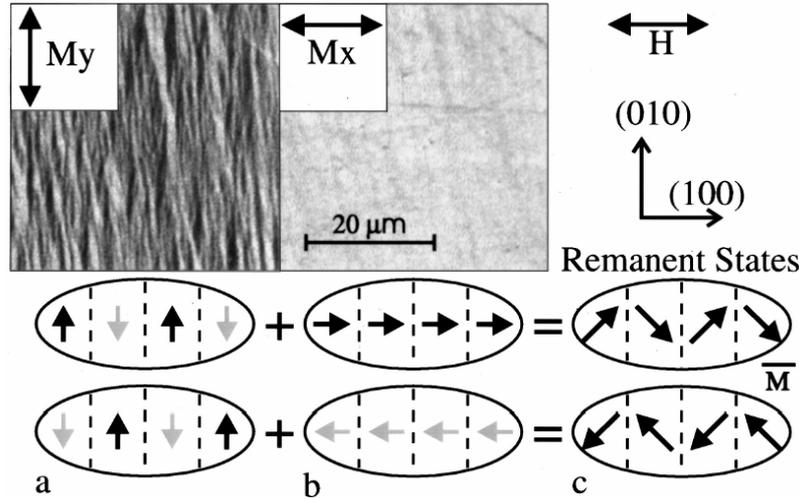


Figure 3.10 : Image magnétique en microscopie Kerr à la température ambiante en état de rémanence des composantes d'aimantations M_y pour (a) et M_x pour (b) à la surface d'un film LSMO. Le champ H est appliqué le long de l'axe (100). Les schémas associés montrent les structures magnétiques locales déduites [LEC97].

3 Etat de l'art de l'anisotropie magnétique dans LSMO

3.1 Contraintes structurales liées aux désaccords de maille entre film et substrat

De nombreuses propriétés magnétiques telles que les mécanismes de retournement d'aimantation, la structure des domaines et le champ coercitif H_C sont directement ou indirectement dépendantes de l'anisotropie magnétique. L'anisotropie magnétique se présente de différentes façons (voir section 4.1 du chapitre 1). Elle peut être provoquée par les contraintes structurales associées à la différence entre les paramètres de maille du film et du substrat (Figure 3.11) [SUN99, DES01, WU99, WU97, SUZ97, LU97, LEC97, PRE01].

Les contraintes sont définies par :

$$\xi = \frac{(a - a_{eq})}{a_{eq}} \quad (3.3)$$

Avec a le paramètre de maille de la couche contrainte et a_{eq} dans le cas du bulk. ξ_{xx} désigne le taux de contrainte dans le plan du film tandis que ξ_{zz} les contraintes sur l'axe perpendiculaire au film.

Si $\xi_{xx} > 0$, une contrainte sous forme de tension est appliquée au film déposé et sa maille va s'allonger dans le plan et se compresser hors du plan ($\xi_{zz} < 0$). Dans le cas opposé $\xi_{xx} < 0$, la structure est en compression dans le plan et la maille élémentaire du film déposé va être étirée le long de la direction perpendiculaire au plan ($\xi_{zz} > 0$).

Ma *et al.* ont effectué une étude comparative entre les estimations théoriques et les mesures expérimentales des dimensions de la cellule élémentaire du LSMO déposée sur 4 sortes de substrats parmi les plus utilisés : LAO ($LaAlO_3$), NGO ($NdGaO_3$), STO ($SrTiO_3$) et LSAT ($La_{0,3}Sr_{0,7}Al_{0,35}Ta_{0,35}O_9$) [Ma06]. Les grandeurs caractéristiques représentées dans la table 3.1 résument les valeurs des paramètres de maille dans le plan a et hors du plan c du film LSMO. Les valeurs expérimentales de a et c ont été extraites de la référence [TSU00]. c/a représente le pourcentage de déformation de la cellule cristalline élémentaire. Si $c/a=1$, alors le LSMO est sous forme cubique, sinon la maille est en compression ou en tension.

Substrat	$a(\xi_{xx})$	$c(\xi_{zz})$		c/a	
		Expt.	Th.	Expt.	Th.
LAO	3,793 (-2,1%)	3,991 (3,0%)	3,971	1,052	1,048
NGO	3,861 (-0,3%)	3,902 (0,7%)	3,927	1,011	1,017
LSAT	3,868 (-0,1%)	3,892 (0,5%)	3,924	1,006	1,014
STO	3,905 (0,8%)	3,850 (-0,6%)	3,899	0,986	0,999

Table 3.1 : Paramètres structuraux expérimentaux et théoriques du film LSMO déposé sur différents substrats (LAO, NGO, LSAT et STO) : a et c exprimés en Å, désignent les paramètres de maille dans et hors plan du film. c/a présente le rapport entre les deux paramètres. Toutes les valeurs expérimentales ont été relevées dans la référence [TSU00]. Entre parenthèses, nous rapportons les contraintes dans le plan et hors plan définies par $\xi_{xx} = (a - a_{eq})/a_{eq}$ et $\xi_{zz} = (c - a_{eq})/a_{eq}$. Les contraintes sont évaluées en se référant à la structure cubique expérimentale idéale (non contrainte) ayant ($a_{eq} = c_{eq} = 3,874$ Å) [MA06].

La table 3.1 suggère que le LSMO subit des contraintes sous forme de tension ou compression en fonction du type de substrat. Pour LSMO sur LAO, une compression biaxiale (-2.1%) apparaît parce que les deux axes cristallins dans le plan a et b sont contraints. Le LSMO sur NGO et LSAT est sous une faible contrainte de compression uniaxiale (entre -0,3% et -0,1%) dans laquelle seulement l'axe a est significativement différent. Par contre, le film LSMO sur STO ayant un grand paramètre de maille est sous une tension biaxiale dans le plan.

Le schéma conceptuel des effets de contraintes induites par le substrat est montré à la figure 3.11.

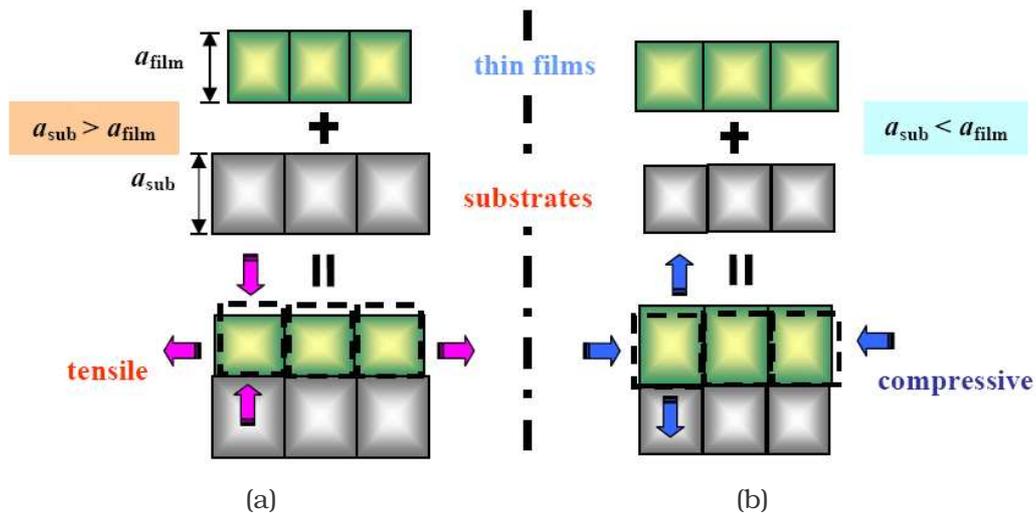


Figure 3.11 : Représentation schématique de la distorsion de la maille du LSMO dans un film contraint sous : (a) tension, (b) compression. [KIM05]

Suivant les différents types de contraintes, compression ou tension, dans les films LSMO, les domaines magnétiques observés par MFM par Dho *et al.* ont pris différentes configurations (Figure 3.12) [DHO03]. Dans le cas d'une forte compression de la couche mince dans le plan (LSMO sur LAO), les domaines magnétiques apparaissent sous forme de "Labyrinthe" (Figure 3.12 (a)). La figure 3.12 (b) montre un arrangement des domaines magnétiques sous forme de raies étirées dans le LSMO sur NGO.

A l'opposé des deux cas précédents, sur la figure 3.12 (c) (LSMO sur STO) l'image de domaine a un faible contraste, typique des films avec une aimantation dans le plan à cause de la tension dans le film.

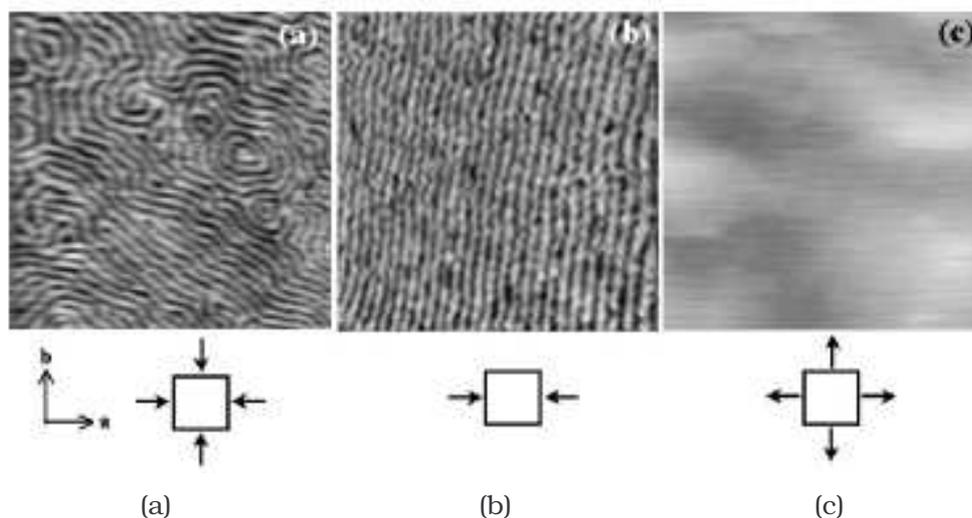


Figure 3.12 : Imagerie MFM des couches minces LSMO, prises à température ambiante et sous champ magnétique nul, sur divers substrats : (a) LAO, (b) NGO, et (c) STO. La taille de l'image balayée est de $4 \mu\text{m} * 4 \mu\text{m}$ [DHO03].

3.2 LSMO sur LSAT

Peu de travaux ont concerné l'étude de l'aimantation dans les structures LSMO déposées sur LSAT. Ces films subissent une faible compression dans le plan en raison du petit désaccord de maille entre le film et le substrat. Le substrat NGO applique également des contraintes du même ordre sur LSMO.

Tsui *et al.* [TSU00] ont étudié les effets des contraintes sur l'anisotropie magnétique des couches minces LSMO déposées sur les substrats (001) : STO, LAO, LSAT et NGO. La figure 3.13 montre les courbes d'aimantation mesurées le long des directions (110), (100) et (001) en fonction de la température. Sur LAO aux températures inférieures 200 K, l'axe de facile aimantation est l'axe (001) et les cycles d'hystérésis d'aimantation polaire, après que les corrections liées au champ démagnétisant (non montrées ici) soient effectuées, sont presque carrés avec un champ coercitif d'environ 500 mT à 5K. Aux températures élevées, la direction de facile aimantation s'oriente progressivement vers le plan, ce qui signifie que l'hystérésis dans la direction (001) n'est pas parfaitement carré.

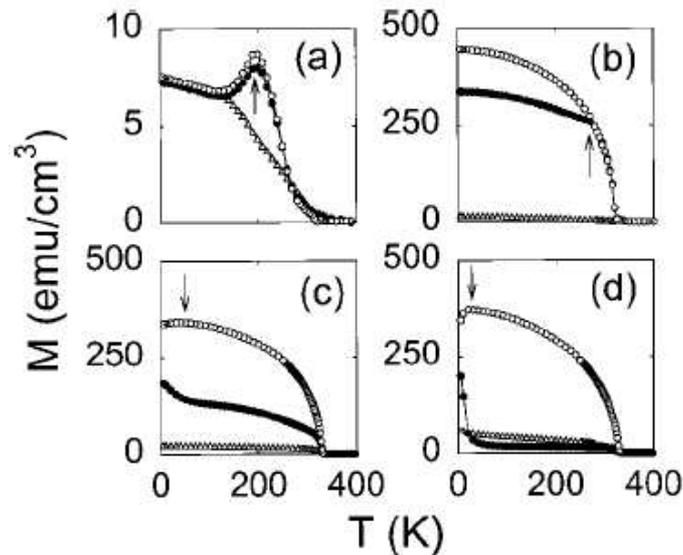


Figure 3.13 : Courbes d'aimantations en fonction de la température pour des films LSMO d'épaisseur 250 Å épitaxiés sur les substrats orientés (001) pour : (a) LAO , b) STO , c) LSAT et (110) pour d) NGO. Les courbes ont été mesurées le long de trois directions de symétries. Dans les courbes (a) et (b) : le symbole (○) désigne l'axe de mesure d'aimantation [110], (●) pour [100], et (Δ) pour [001], et pour les courbes c et d : les directions dans le plan suivant les bords (○), et hors du plan (Δ). Les flèches indiquent la réorientation des spins [TSU00].

D'après Tsui *et al.* [TSU00], les films LSMO sur LSAT (ayant une contrainte de compression faible), à basse température, une anisotropie biaxiale a été reportée avec les axes faciles dans le plan entre les axes cristallins $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$. Cette orientation est de 30° entre 100 K et 5 K. Cette anisotropie peut être décrite comme la superposition d'une anisotropie uniaxiale le long de $\langle 100 \rangle$ et d'une anisotropie biaxiale le long des deux directions $\langle 110 \rangle$. Dans les films déposés sur NGO, une faible anisotropie biaxiale le long de $\langle 100 \rangle$ dans le

plan se développe (Figure 3.13 (d)). La contrainte de compression sur les films NGO ne semble pas suffisante pour imposer une direction de facile aimantation hors du plan.

3.3 LSMO sur STO

3.3.1 SrTiO_3 (001)

L'anisotropie magnétique dans le plan d'un monocristal LSMO a été étudiée et a révélé une dominance des effets de contraintes indiquant son origine magnétocristalline [TSU00, DHO03]. D'autres études ont également démontré que l'anisotropie biaxiale est de nature magnétocristalline [SUZ98].

Considérons la différence entre les valeurs des paramètres de maille entre le film mince et le substrat. Ce dernier va imposer son paramètre de maille au film déposé en couche mince jusqu'à une épaisseur dite critique. La relaxation des mailles de la couche mince se passe au dessus d'une épaisseur critique nommée t_c caractéristique de chaque couple de matériau (film mince/substrat). Dans le cas du LSMO sur STO, l'épaisseur t_c est de l'ordre de 100 nm (Figure 3.14) [RAN02]. Au dessus de t_c , la maille du LSMO contrainte se relaxe progressivement jusqu'à atteindre la valeur de c du matériau massif.

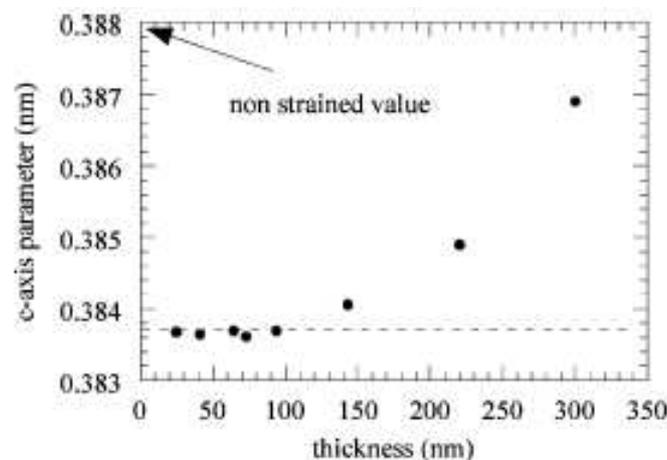


Figure 3.14 : Variation du paramètre maille hors de plan c du LSMO déposé sur STO en fonction de l'épaisseur du film. c commence à relaxer vers sa valeur massive au dessus de 100 nm [RAN02].

L'anisotropie magnétique des couches minces est habituellement d'un ordre de grandeur, sinon plus, supérieure que celle des échantillons massifs, suivant le cas considéré [HAG03]. A température ambiante, l'anisotropie biaxiale domine le comportement magnétique [MAU02] avec l'apparition des deux axes $\langle 110 \rangle$ comme axes de facile aimantation [KWO97, STE99].

Les mesures de cycle d'aimantation effectués par Nicolin-Favre *et al.* dans les directions planaires (100) et (110) montrent qu'il existe effectivement une différence entre ces deux directions du point de vue magnétique (Figure 3.15) [FAV03]. Selon la direction (110) on observe un cycle carré qui indique que c'est une direction de facile aimantation; selon cette direction, l'aimantation rémanente est égale à 96 % de l'aimantation à saturation. L'axe (100) est de difficile aimantation; selon cette direction, l'aimantation rémanente est de 71 % soit $1/\sqrt{2}$ de l'aimantation à saturation.

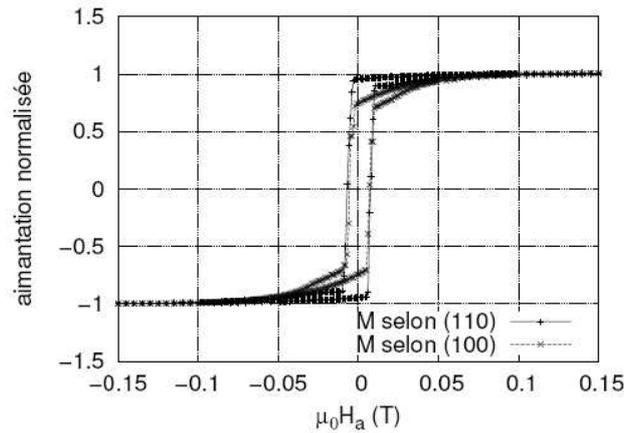


Figure 3.15 : Cycles d'aimantation planaire d'un film LSMO sur STO uniformément contraint selon les deux directions cristallographiques (100) et (110) [FAV03].

Pour LSMO sur STO, la constante d'anisotropie d'un cristal cubique est négative $K_1 < 0$. $|K_1|$ augmente avec la diminution de la température T (Figure 3.16). Pour le LSMO, la plus grande valeur de $|K_1|$ à $T = 100K$ a été trouvée dans le film ayant la plus grande valeur de c , ce qui montre une influence considérable des fortes contraintes de compression sur K_1 (Table 3.2). Aux basses températures, une petite anisotropie uniaxiale $K_U < 10^3 J/m^3$ est superposée à l'anisotropie biaxiale qui peut être interprétée comme induite par l'anisotropie des contraintes avec la direction de facile aimantation non corrélée avec les axes du cristal [STE99].

L'aimantation dans les films LSMO d'épaisseurs 110 nm déposés sur un substrat STO bascule d'une direction vers son opposée pour un champ coercitif $H_c = 5$ Oe [KWO97]. Un champ coercitif de 9,5 Oe a été mesuré par Lecoœur *et al.* sur un échantillon équivalent à la température ambiante; cette valeur passe à 49 Oe à 4.2 K [LEC97].

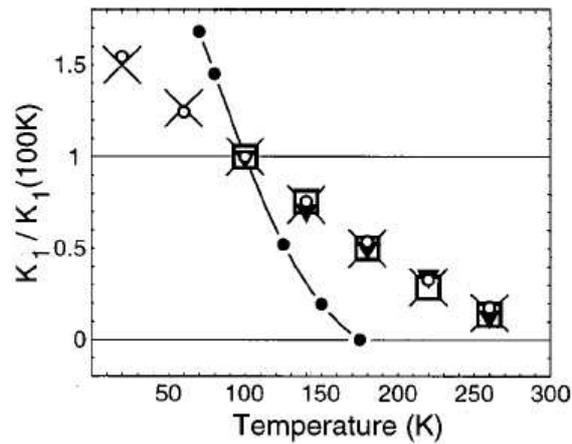


Figure 3.16 : Dépendance de la constante d'anisotropie biaxiale K_1 normalisée par rapport à la valeur de l'anisotropie à 100 K en fonction de la température pour deux épaisseurs de films (26 nm et 40 nm) et pour plusieurs substrats. (o) LSMO/STO, (\square) LSMO/LAO, (\times) LSMO/MgO, (\blacktriangledown) LSMO/YSZ/Si, (\bullet) LCMO/YSZ/Si. Les valeurs de K_1 à $T=100K$ sont dans la table 3.2 [STE99].

	LSMO/STO		LSMO/YSZ/Si		LSMO/LAO		LSMO/MgO		LCMO/YSZ/Si
t (nm)	26	140	26	95	35	140	40	140	35
K_1 ($T=100K$) (kJ/m^3)	-3,9	-5,7	-7,2	-4,5	-13	-5,4	-4,1	-7,3	-6,7
c (nm)		0,3859	0,3847	0,3851	0,3916	0,3899	0,3867	0,3878	0,382

Table 3.2 : Valeurs caractéristiques de la constante d'anisotropie biaxiale K_1 mesurées dans le plan à $T=100K$, de l'épaisseur t , du paramètre de maille c du LSMO déposé sur différents substrats [STE99].

3.3.2 Substrat vicinal $SrTiO_3$ (001)

Une surface vicinale est obtenue en taillant un cristal suivant un plan dense faisant un petit angle par rapport à la surface (Figure 3.17). Elle se présente donc sous la forme d'une succession périodique de marches, idéalement de hauteur monoatomique, séparées par des terrasses dont l'orientation est identique à celle du plan dense.

La présence des marches en surface du substrat perturbe les propriétés magnétiques observées dans les couches minces LSMO déposées sur ces substrats vicinaux.

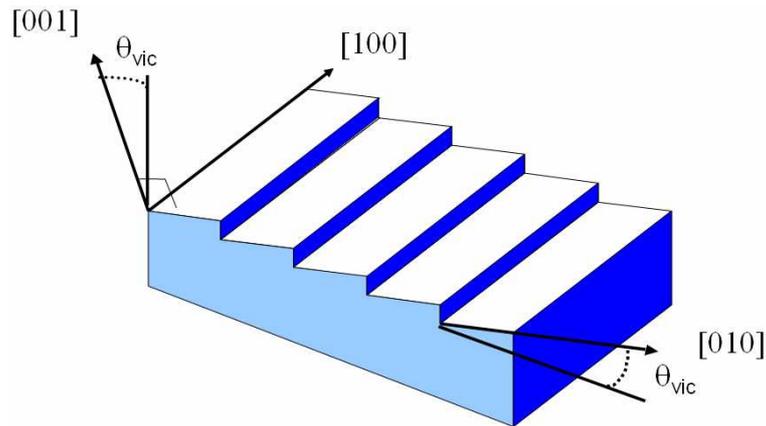


Figure 3.17 : Structure d'un substrat vicinal ayant des marches dans la direction [010] et formant un angle θ_{vic} avec l'axe perpendiculaire [001].

Wang *et al.* ont étudié l'anisotropie magnétique dans un film mince LSMO d'épaisseur 126 Å déposé sur un substrat STO avec un angle vicinal $\theta_{vic} = 10^\circ$ [WAN03]. Ce travail consistait en la mesure d'aimantation pour plusieurs directions dans le plan du film (Figure 3.18). φ est l'angle formé entre l'axe cristallin parallèle aux marches [100] et la direction d'application du champ magnétique H .

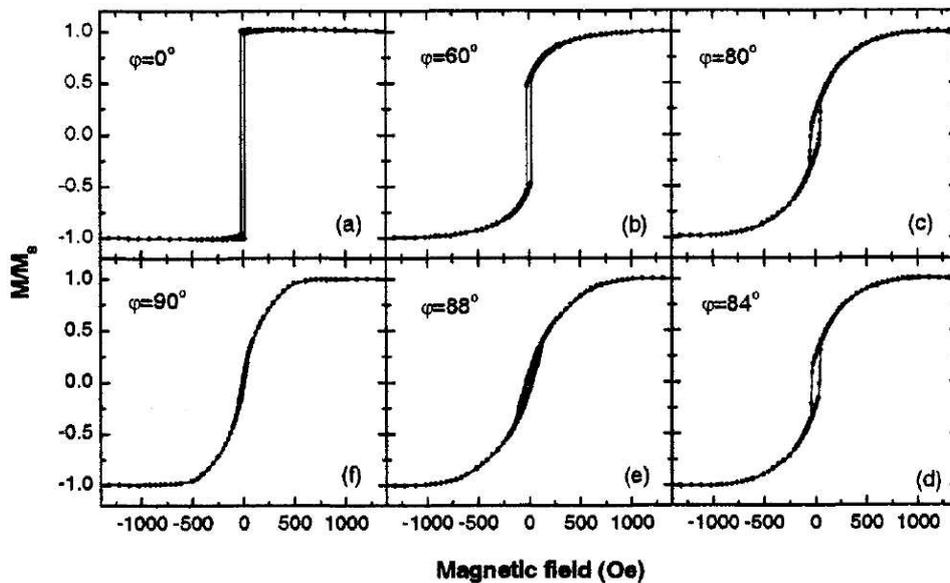


Figure 3.18 : Cycles d'hystérésis mesurés dans le plan du film LSMO déposé sur un substrat STO vicinal ($\theta_{vic} = 10^\circ$) à 80 K, pour différents angles formés avec l'axe [100] parallèle aux marches en surface du substrat vicinal : (a) $\varphi = 0^\circ$, (b) $\varphi = 60^\circ$, (c) $\varphi = 80^\circ$, (d) $\varphi = 84^\circ$, (e) $\varphi = 88^\circ$, et (f) $\varphi = 90^\circ$ [WAN03].

Le cycle d'hystérésis montré à la figure 3.18 (a) est obtenu à 80 K pour un champ magnétique appliqué parallèlement aux marches ($\varphi = 0$). L'hystérésis a une forme carrée

indiquant que cet axe est de facile aimantation. Quand φ augmente de 0° à 90° (Figure 3.18 (b) – (f)), un changement de la forme du cycle d'hystérésis apparaît et se traduit par la diminution de la valeur de l'aimantation rémanente jusqu'à atteindre zéro pour $\varphi = 90^\circ$. Cet axe perpendiculaire aux marches du vicinal est alors considéré comme un axe de difficile aimantation. [WAN03]

Zhao *et al.* [ZHA02] se sont également intéressés au cas des substrats vicinaux. Ils ont simulé par la méthode de Monte Carlo les cycles d'hystérésis dans les couches minces ferromagnétiques déposées sur des substrats vicinaux pour différents angles (φ) (Figure 3.19). Nous observons une évolution équivalente des hystérésis magnétiques entre les simulations et les mesures magnétiques présentées par Wang *et al.* confirmant la rupture de l'anisotropie biaxiale du film magnétique et l'apparition d'une anisotropie uniaxiale induite par la présence des marches en surface du substrat. La forme du cycle d'hystérésis pour $\varphi = 0^\circ$ (H appliqué est parallèle aux marches) implique que cette direction coïncide avec la direction de facile aimantation. D'un autre côté, la forme du cycle magnétique pour $\varphi = 90^\circ$ (perpendiculaire aux marches) ainsi que la valeur de l'aimantation rémanente (nulle) implique que cette orientation est plutôt de difficile aimantation.

L'anisotropie magnétique uniaxiale peut s'expliquer du fait que la symétrie planaire a été détruite par les marches atomiques en surface du substrat. Ces marches pourraient induire un ordre de défaut à longue portée se prolongeant le long de la direction des bords de marches à l'intérieur de la couche mince LSMO, causant une relaxation des paramètres de maille dans le plan perpendiculaire. Dans une telle déformation de maille de symétrie du deuxième ordre (« twofold »), le couplage magnétoélastique peut créer une anisotropie magnétique uniaxiale dans le plan.

Bien que la nucléation des domaines régisse le retournement d'aimantation, aucun comportement irréversible apparent n'apparaît dans le cycle d'hystérésis mesuré le long de l'axe difficile ($\varphi = 90^\circ$), indiquant qu'aucun processus de nucléation de domaine n'est impliqué lors du retournement. Le retournement d'aimantation peut être décrit ainsi selon la théorie de Stoner-Wohlfart [CUL72].

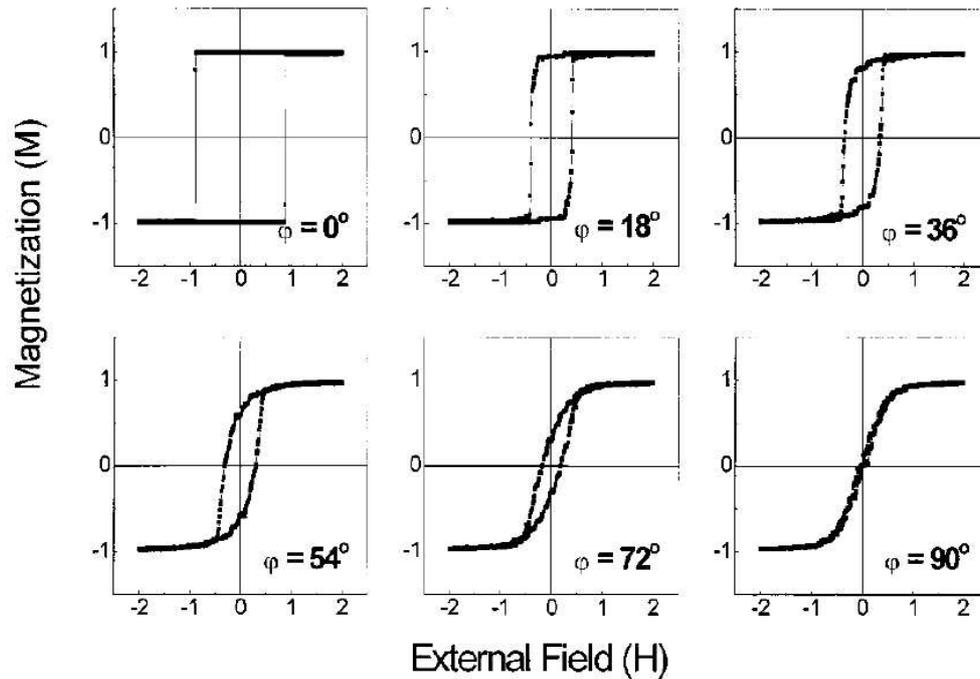


Figure 3.19 : Cycles d'hystérésis simulés pour une couche mince ferromagnétique déposée sur un substrat vicinal, pour différents angles φ entre la direction du champ magnétique appliqué et la direction des marches : (a) $\varphi=0^\circ$, (b) $\varphi=18^\circ$, (c) $\varphi=36^\circ$, (d) $\varphi=54^\circ$, (e) $\varphi=72^\circ$, et (f) $\varphi=90^\circ$ [ZHA02].

4 Résultats expérimentaux

4.1 Liste des échantillons testés

Les couches de LSMO que j'ai caractérisées ont été déposées par ablation laser pulsée soit au GREYC par L. Méchin et P. Perna, soit à l'Université de Birmingham par R. A. Chakalov, soit à l'unité mixte de recherche CNRS-Thalès par J.P. Contour et E. Jacquet. Le tableau 3.3 donne un résumé de leurs conditions de dépôt (pression d'oxygène PO_2 et température de substrat T_s).

Les caractéristiques structurales, magnétiques et de surface des couches ont été mesurées avant les étapes de photolithographie. Nous les présenterons dans les paragraphes relatifs à chaque échantillon.

La qualité cristalline des couches de LSMO a été étudiée par diffraction de rayons X au CRISMAT (SEIFERT) XRD 3000p par L. Méchin ou P. Perna. Celle-ci permet de déterminer non seulement la texture du film, mais aussi les paramètres de maille et la présence éventuelle de phases parasites. Dans chaque cas, le désaccord de maille n'est pas très grand, mais indique que la maille du LSMO est légèrement étirée dans plan sur STO (donc comprimée hors du plan) et légèrement comprimée dans le plan sur LSAT (donc étirée hors du plan).

Nom	Substrat	P _{O2} [mbar]	T _s [C°]	Epaisseur [nm]	Provenance
PHY077	STO (001)	0,7	780	100	Université de Birmingham
FEX044	LSAT (001)	0,7	780	200	
AL2643	STO (001)	0,45	720	200	Unité mixte de recherche CNRS- Thalès
AL2644	STO (001)	0,45	720	100	
G224	STO (001)	0,35	720	40	GREYC
G192	Vicinal STO (001) 2°	0,35	720	40	
G228	Vicinal STO (001) 6°	0,35	720	40	
G091	Vicinal STO (001) 10°	0,35	720	40	
G240	Vicinal STO (001) 10°	0,35	720	20	

Tableau 3.3 : Résumé des principales caractéristiques des films LSMO étudiés.

L'aimantation des couches de LSMO a été mesurée par un magnétomètre à SQUID au CRISMAT par Ch. Simon. Les échantillons ont été refroidis en champ nul et l'aimantation a été mesurée lors de la montée en température.

L'étude AFM a été réalisée en mode *tapping* au GREYC par L. Méchin ou P. Perna en utilisant un microscope Nanoscope III (Digital Instruments).

Enfin, après le dépôt des films de LSMO, la mise en forme des motifs a été effectuée par photolithographie de contact en lumière UV, puis gravure ionique au GREYC par S. Eimer ou L. Méchin.

4.2 Effet des contraintes : exemple de la couche LSMO

$/(LaAlO_3)_{0,3}(Sr_2AlTaO_6)_{0,7}$, noté LSAT (001) – FEX044

4.2.1 Propriétés structurales et magnétiques

Le diagramme de diffraction de rayons X de la couche est donné à la figure 3.20. Comme attendu, le désaccord de maille entre LSMO ($a=0,3885$ nm) et LSAT ($a/2=0,3871$ nm) est légèrement négatif (-0,36%), ce qui indique que la maille de LSMO est légèrement compressée dans le plan du film (donc légèrement étirée hors du plan). Cette configuration a tendance à induire un axe de facile aimantation hors du plan [TSU00]. La largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic (200) de cet échantillon mesurée en configuration ω -scan est de

0,39°, ce qui est légèrement plus élevé que les valeurs typiquement mesurées pour LSMO sur STO (0,2-0,3°).

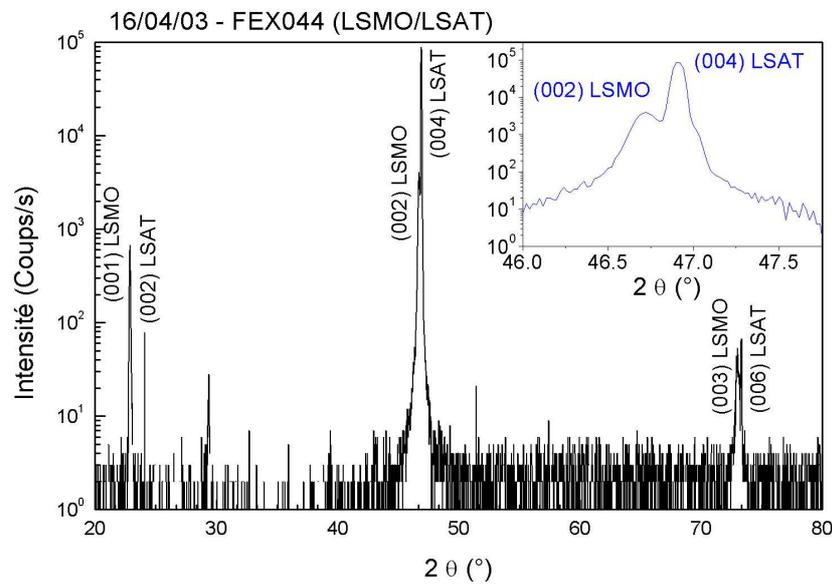


Figure 3.20 : Diffractogramme de rayons X en configuration $\theta - 2\theta$ de FEX044 (LSMO/LSAT).

La figure 3.21 présente la courbe d'aimantation de la couche LSMO / LSAT (FEX044) mesurée par SQUID. La température de Curie T_C vaut 360K, et l'aimantation à saturation à 10 K vaut $3,2 \mu_B \cdot Mn^{-1}$ ($595 \text{ emu} \cdot \text{cm}^{-3}$). Cette valeur est inférieure à la valeur théorique de $3,7 \mu_B \cdot Mn^{-1}$ attendue pour la composition LSMO étudiée. L'écart entre les valeurs expérimentale et théorique est souvent attribuée à la présence de couches non magnétiques, soit à l'interface couche - substrat, soit à la surface de la couche. Il faut remarquer que la différence entre la courbe mesurée hors du plan et les autres est liée au fait que la couche n'était pas complètement saturée. Il est en effet difficile de saturer cette direction en raison du champ démagnétisant.

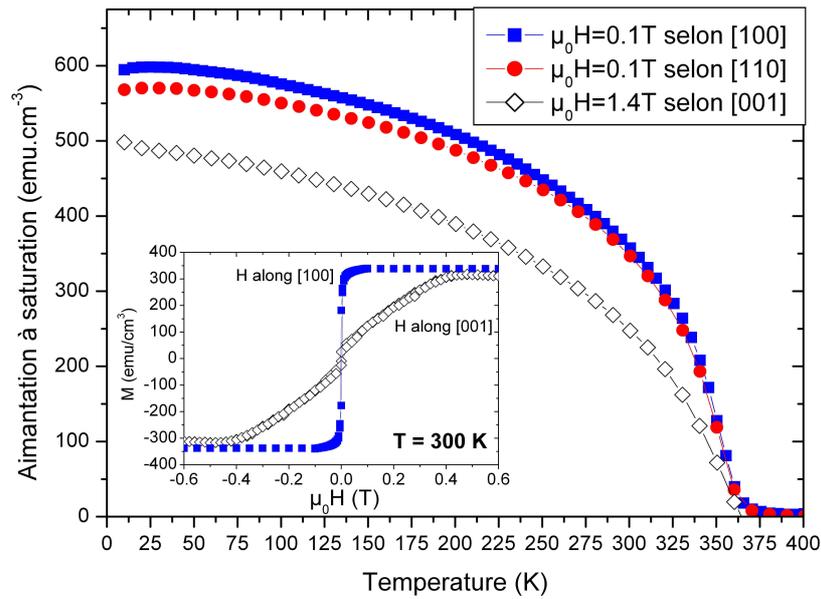


Figure 3.21 : Courbe d'aimantation à saturation de la couche LSMO / LSAT mesurée par SQUID avec le champ magnétique appliqué dans le plan selon [100] et [110] et hors du plan.

Cet échantillon présentant potentiellement une composante d'aimantation hors du plan, il a également été étudié par microscopie à force magnétique (MFM) [MEC07]. L'étude MFM a été réalisée au GREYC par L. Méchin avec une pointe magnétique de type MESP (silicium recouvert de CoCr) en mode *lift* de l'appareil (Multimode Nanoscope III – Digital Instruments). Deux passages de pointe sont nécessaires pour obtenir une image magnétique afin de s'affranchir des effets de topographie (voir section 6.9 du chapitre 1). Le premier passage permet d'enregistrer la topographie et le second est effectué à une certaine hauteur constante au-dessus de l'échantillon en respectant la topologie (de l'ordre de quelques nanomètres pour les images présentées ici). Un déphasage entre le signal d'excitation de la pointe et celui mesuré après réflexion sur la pointe apparaît. Ce déphasage est lié au gradient de forces magnétiques perpendiculaires au plan de l'échantillon.

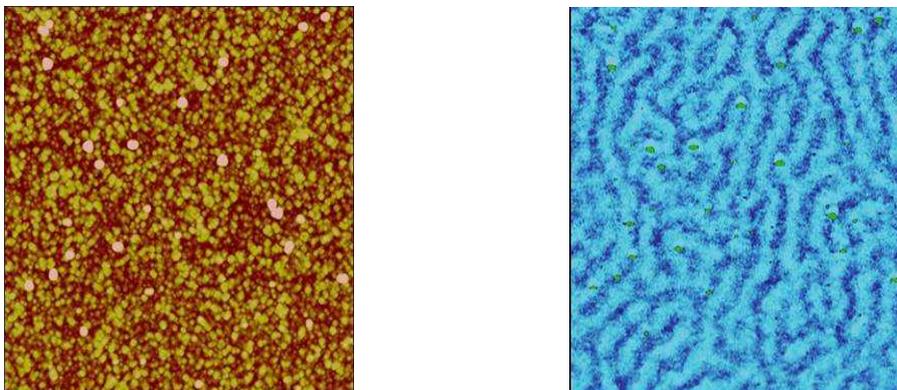


Figure 3.22 : Images MFM de taille $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ de la couche LSMO / LSAT à 300 K avec la topographie (à gauche) et le déphasage lié aux gradients de forces magnétiques (à droite).

La figure 3.22 reproduit les images de topographie (à gauche) et de déphasage lié au gradient de forces magnétiques (à droite). A 300 K, on observe des structures en méandres ou labyrinthes, caractéristiques d'échantillons ferromagnétiques présentant une composante de l'aimantation perpendiculaire au plan comme déjà observé dans la littérature pour LSMO sur LaAlO_3 [KWO97, DES01, DHO03, WAN03]. Les régions représentées en foncé et en clair correspondent à des régions où l'aimantation est respectivement orientée vers le haut et vers le bas (ou vice versa). Ces géométries caractéristiques sont vraiment décorréliées de la topographie représentée dans la colonne de gauche.

Les courbes d'aimantations mesurées par la technique Kerr dans le plan du film et pour les directions allant de 0° à 110° sont montrées à la figure 3.23. Dans cette figure l'espacement angulaire entre deux cycles d'hystérésis successif est de 10° . Ces hystérésis qui ont une forme presque carrée s'approche des hystérésis de direction de facile aimantation, sans l'être complètement. La superposition des 12 cycles magnétiques ne montre aucun changement significatif, ni de la valeur de champ coercitif, ni de la forme de l'hystérésis. Par conséquent, aucune anisotropie magnétique dans le plan du film LSMO sur LSAT n'est mesurée, ce qui revient à dire que ce film a un plan de facile aimantation à la température ambiante. Aux basses températures (entre 5 K et 100 K), le plan de facile aimantation se transforme en une anisotropie biaxiale tordue avec l'orientation des axes faciles à 30° par rapport aux axes cristallins $\langle 100 \rangle$ [TSU00].

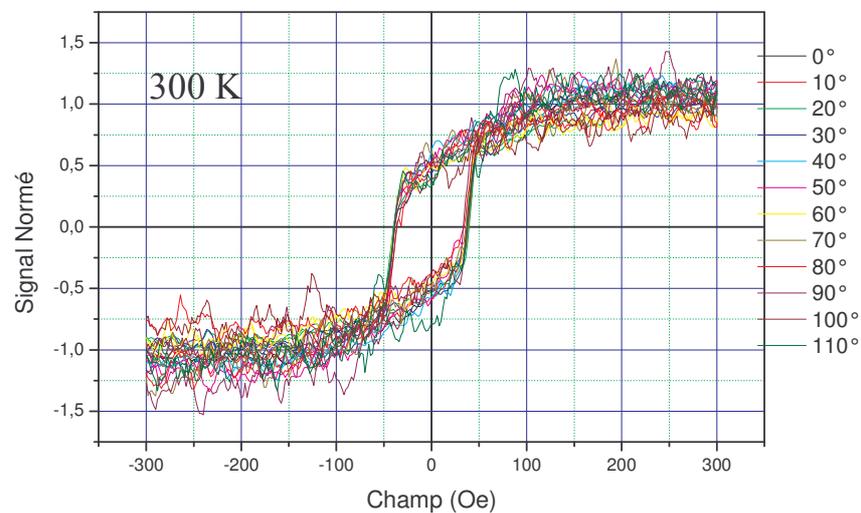


Figure 3.23 : Cycles d'hystérésis magnétiques planaires mesurés à 300 K sur la couche LSMO d'épaisseur 200 nm déposée sur un substrat LSAT pour les directions d'aimantations incluses dans l'intervalle $[0^\circ, 110^\circ]$. L'espacement angulaire entre deux cycles magnétiques successifs est de 10° . La mesure est effectuée par la technique Kerr par Philippe GOGOL à l'Institut d'Electronique Fondamentale de l'Université d'Orsay.

4.2.2 Retournement d'aimantation

Nous avons étudié le retournement d'aimantation dans les couches minces LSMO gravées sur le substrat LSAT. Les structures se présentent sous forme de microponts dont le masque est montré à la figure 3.24 (a). Sur le coté gauche du micropont, on observe une imperfection au niveau de la surface du film qui ne sera pas prise en compte lors de la reconstitution (par moyennage sur la surface du ponts) du cycle d'hystérésis. La figure 3.24 (b) est une image optique en lumière polarisée montrant l'état de surface de notre échantillon. Le choix de l'utilisation des microponts LSMO a été dictée par les mesures de bruit basses fréquences en vue de l'intégration de ces matériaux dans des microcapteurs magnétiques à haute sensibilité qui constitue une activité principale du laboratoire GREYC.

Nous résumons dans la figure 3.25 les étapes de retournement d'aimantation suivant le petit axe du micropont gravé LSMO sur LSAT. Dans la figure 3.25 (a), l'aimantation du matériau entame son retournement dès que le champ appliqué H diminue d'intensité en partant de la valeur de saturation. Pour un champ H appliqué dans le sens opposé (Figure 3.25 (b) et (c)), le retournement d'aimantation se poursuit en configuration monodomaine. Cette séquence d'image montre que le retournement d'aimantation planaire dans le LSMO sur le substrat LSAT obéit au modèle de Stoner–Wohlfarth [STO48].

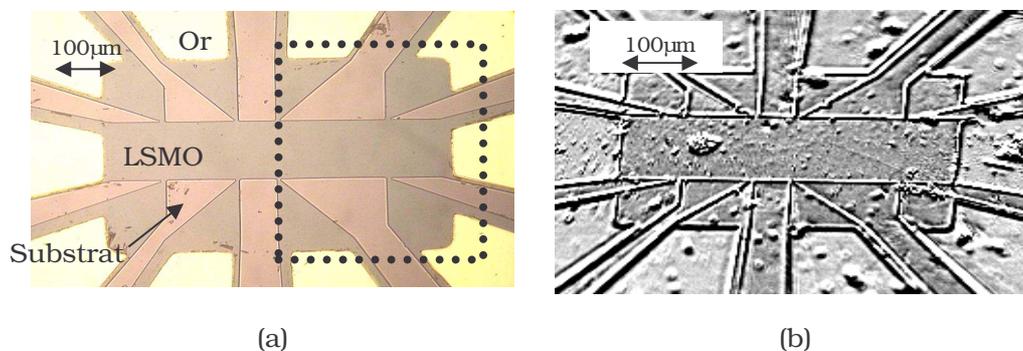
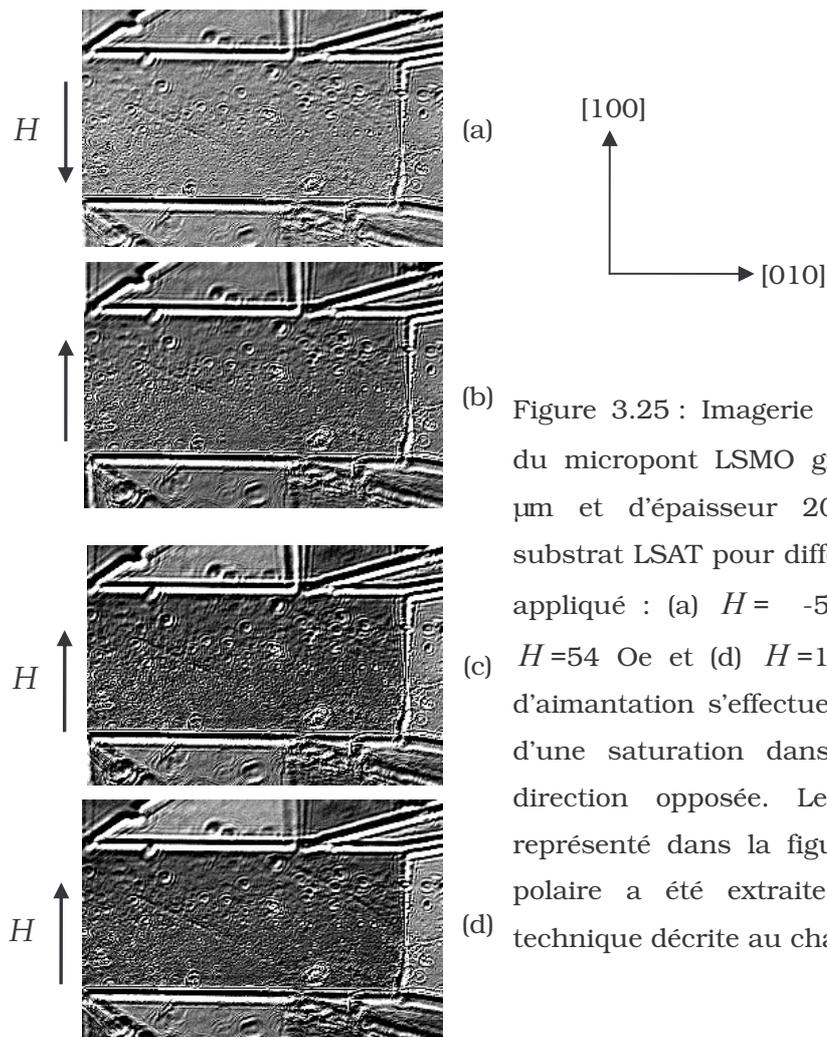


Figure 3.24 : (a) Image du masque du micropont LSMO gravé ayant dans sa périphérie des contacts en or servant aux différentes mesures électriques. La zone entourée par des pointillés montre la région imagée en Kerr MO. (b) Image optique en lumière polarisée de l'échantillon étudié montrant l'état de surface du micropont.

Une seconde séquence d'images de retournement d'aimantation dans le même micropont est donnée à la figure 3.26. L'imagerie Kerr MO est réalisée le long du grand axe du micropont. Quatre images résument le processus de retournement dans cette structure. Dès que H commence à s'éloigner de la valeur correspondante à la saturation, une faible variation de contraste sur toute la surface du micropont LSMO apparaît. Elle correspond à une faible

rotation de la direction d'aimantation dans le plan en s'écartant de l'axe parallèle à H (Figure 3.26 (a)). Ce changement de contraste se poursuit progressivement dans les Figures 3.26 (b) et (c) jusqu'à la saturation dans l'autre direction (Figure 3.26 (d)). Notons qu'à l'état de rémanence (Figure 3.26 (b)) que l'aimantation dans le plan à une intensité différente par rapport à celle de la saturation (Figure 3.26 (a)) montrant que le cycle hystérésis n'est pas parfaitement carré. Le retournement montré suivant les deux axes du micropont (grand et petit) est un retournement cohérent puisque l'échantillon reste en monodomaine. La similitude de la forme des cycles hystérésis dans le LSMO sur LSAT de la figure 3.23 pour les directions allant de 0° jusqu'à 110° par rapport à H et le retournement cohérent observé dans les directions du grand et petit axes du micropont indique que quelle que soit la direction d'application du champ magnétique, le retournement se produit toujours suivant le modèle de Stoner-Wohlfarth. Aucun effet de forme n'a été constaté dans les cycles d'hystérésis magnétiques (Figure 3.23) indiquant que dans cette couche mince, l'anisotropie de forme est négligeable devant l'anisotropie magnétoélastique.



(a)

(b)

(c)

(d)

Figure 3.25 : Imagerie Kerr suivant le petit axe du micropont LSMO gravé de largeur $W = 100 \mu\text{m}$ et d'épaisseur 200 nm déposé sur un substrat LSAT pour différentes valeurs de champ appliqué : (a) $H = -54 \text{ Oe}$, (b) $H = 18 \text{ Oe}$, (c) $H = 54 \text{ Oe}$ et (d) $H = 108 \text{ Oe}$. Le retournement d'aimantation s'effectue d'une manière uniforme d'une saturation dans un sens à l'autre de direction opposée. Le cycle d'hystérésis est représenté dans la figure 3.23. La composante polaire a été extraite par l'utilisation de la technique décrite au chapitre II §3.5.2 page 87.

Dans la figure 3.27 nous montrons le cycle d'hystérésis calculé à partir des images Kerr de la figure 3.26. Ce cycle d'hystérésis est comparable aux cycles de la figure 3.23. Le dispositif

d'application du champ magnétique de notre banc d'imagerie Kerr ne nous a pas permis d'appliquer un champ magnétique suffisant pour saturer ce film puisque la plus grande valeur qu'on arrive à appliquer est seulement de 110 Oe.

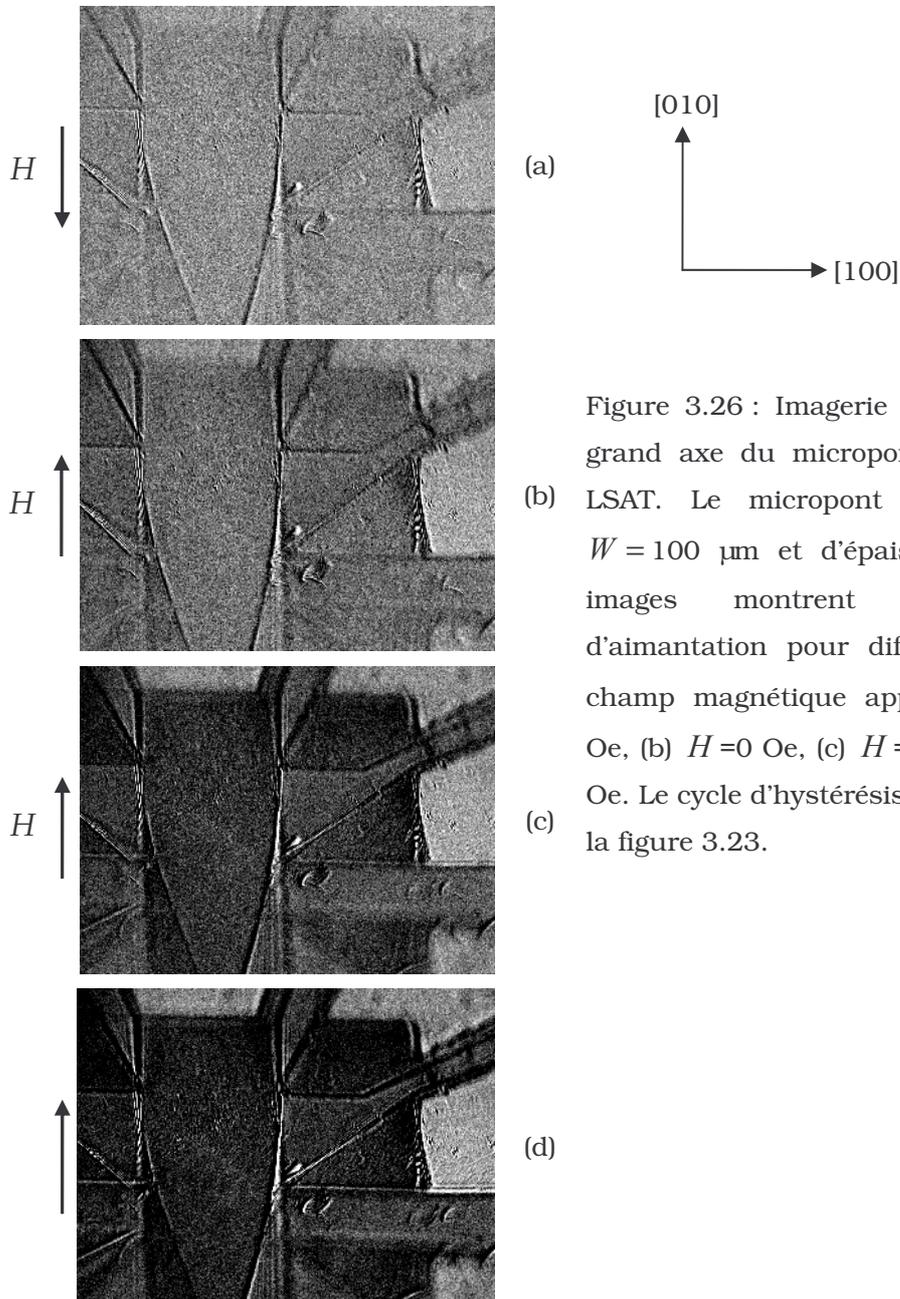


Figure 3.26 : Imagerie Kerr MO suivant le grand axe du micropont LSMO gravé sur LSAT. Le micropont est de dimension $W = 100 \mu\text{m}$ et d'épaisseur 200 nm. Les images montrent le retournement d'aimantation pour différentes valeurs de champ magnétique appliqué : (a) $H = -54$ Oe, (b) $H = 0$ Oe, (c) $H = 36$ Oe et (d) $H = 72$ Oe. Le cycle d'hystérésis est représenté dans la figure 3.23.

A partir de la présente étude de retournement d'aimantation planaire dans le LSMO déposé sur le substrat LSAT nous pouvons en conclure ceci :

La superposition des cycles d'hystérésis de l'aimantation dans le plan montre que le plan de surface est un plan isotrope qu'on considère de facile aimantation. Le retournement d'aimantation se fait en monodomaine à partir et vers toutes les directions appartenant à ce

plan. L'existence d'une composante d'aimantation polaire (suivant l'axe [001]) à été démontrée par l'imagerie MFM contenant des structures de domaine sous forme de 'Labyrinthe' attribué par Dho et *al.* [DHO03] à la présence d'une composante d'aimantation hors du plan. Cette composante magnétique polaire est la conséquence de la contrainte de compression uniaxiale (-0,36%) que subit la couche mince LSMO.

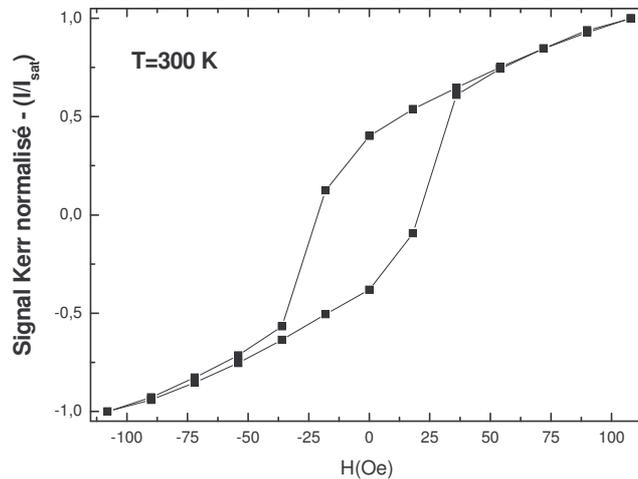


Figure 3.27 : Cycle d'hystérésis magnétique en configuration longitudinale mesuré sur une couche LSMO gravée en micropont de dimension $W = 100 \mu\text{m}$ et d'épaisseur 200 nm déposée sur un substrat LSAT. Le champ magnétique 110 Oe n'est pas suffisant pour saturer la couche mince LSMO.

4.3 Effet du facteur de forme et des défauts dans LSMO sur STO (001) – AL2643 et AL2644

4.3.1 Propriétés structurales et magnétiques des couches

Les couches AL2643 (200nm) et AL2644 (100nm) déposées sur STO (001) présentent une orientation (001) et des largeurs à mi-hauteur de pics (002) en configuration ω -scan de $0,196^\circ$ et $0,186^\circ$, typiques de couches de bonne qualité. Le paramètre de maille hors du plan du LSMO est 0,3845 nm, ce qui révèle une légère tension dans le plan de la couche de 1,1%. Les courbes d'aimantation en fonction de la température mesurées par SQUID sont données à la figure 3.28. Elles confirment la bonne qualité de ces couches. Leur température de Curie est de l'ordre de 350 K.

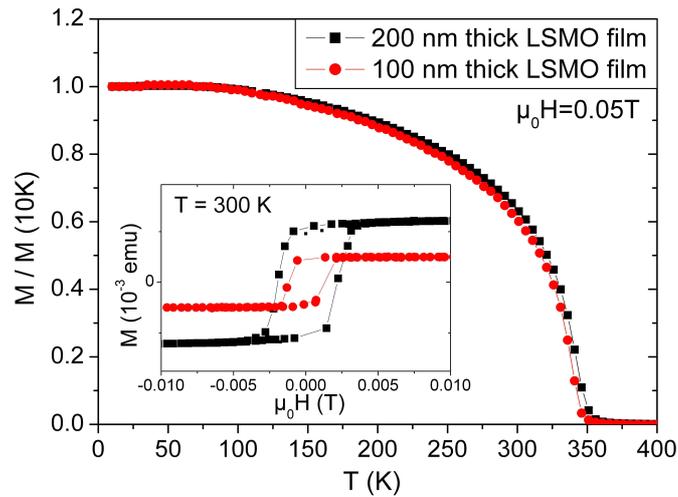


Figure 3.28 : Courbe d'aimantation à saturation des couches LSMO / STO (AL2643 et AL2644) mesurée par SQUID avec le champ magnétique appliqué dans le plan selon [100].

4.3.2 Effet du facteur de forme d'une série de motifs rectangulaires sur le champ coercitif

Le retournement des domaines magnétiques a été étudié dans une série de motifs rectangulaires de longueur constante $50 \mu\text{m}$ et de différentes largeurs W ($W = 20, 30, 40$ et $50 \mu\text{m}$). Comme montré à la figure 3.29, ces rectangles contiennent deux trous de diamètre $2 \mu\text{m}$ et $5 \mu\text{m}$ situés à $W/2$ et $16 \mu\text{m}$ des deux bords se trouvant en haut et en bas du rectangle.

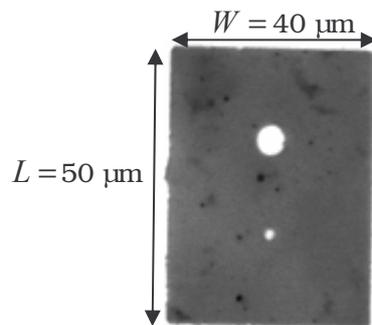


Figure 3.29 : Image optique du rectangle de dimension de $40 \mu\text{m} * 50 \mu\text{m}$ gravé dans la couche de LSMO d'épaisseur 100 nm . Le rectangle contient deux trous de $5 \mu\text{m}$ et $2 \mu\text{m}$ de diamètre situés à $16 \mu\text{m}$ des bords haut et bas et à $W/2$ en largeur.

Le choix de ce type de motif apparaît comme un moyen pertinent d'investigation du rôle de l'anisotropie de forme. La présence d'un défaut localisé sous forme de trou nous permet de comprendre son influence sur les propriétés magnétiques lors du retournement d'aimantation notamment lors de la nucléation, et au cours du piégeage de la paroi de domaine dans la phase de propagation.

Le champ magnétique est appliqué dans le plan de la couche et parallèlement au grand axe des structures rectangulaire gravées, c'est à dire dans la direction verticale de la figure 3.30. Les images prises par la technique Kerr MO montrent l'arrangement des domaines magnétiques pour un H donné. La figure 3.30 montre une sélection d'images Kerr pour différentes valeurs de champ magnétique appliqué sur une série de quatre motifs dont la largeur varie dans le cas d'un échantillon d'épaisseur 100 nm. La série d'images parcourt un demi cycle d'hystérésis, c'est à dire que nous montrons le retournement de domaines en partant d'un état de saturation vers son opposé. Les images Kerr MO sont contrastées par des couleurs gris clair et noire montrant ainsi la sensibilité du banc d'imagerie seulement aux deux directions d'aimantation de sens opposées (l'aimantation est orientée du bas vers le haut dans les figures ou bien inversement).

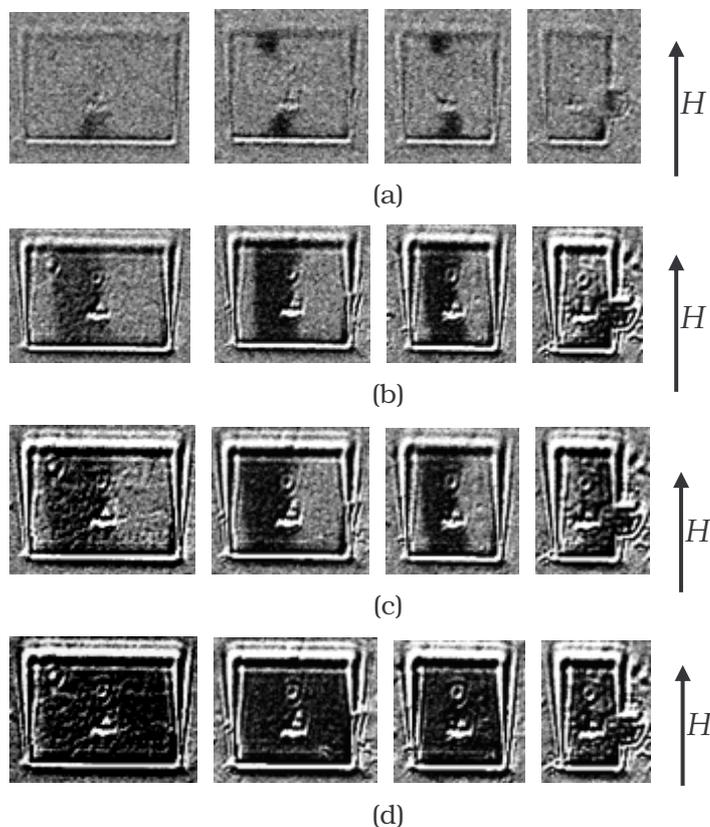


Figure 3.30 : Imagerie longitudinale Kerr de rectangles de dimension $W * 50 \mu\text{m}^2$ ($W = 50, 40, 30$ et $20 \mu\text{m}$) gravés dans un film LSMO d'épaisseur 100 nm montrant la configuration magnétique des domaines pour différentes valeurs de champs appliqués : (a) $H = 2,2$ Oe, (b) $H = 3,6$ Oe, (c) $H = 5,5$ Oe et (d) $H = 22$ Oe. Le cycle d'hystérésis est représenté dans la figure 3.31.

Le premier état de saturation n'est pas montré ici. La figure 3.30 (a) illustre le processus de retournement d'aimantation qui commence par la nucléation d'un domaine magnétique au niveau des trous. Par la suite, le déplacement latéral d'une paroi du domaine s'enclenche.

Nous prenons comme exemple le motif de $50\ \mu\text{m}$ de largeur. En augmentant le champ magnétique appliqué, la paroi de domaine nucléée, se propage vers la première extrémité du rectangle (l'extrémité gauche). La paroi magnétique de l'extrémité droite reste piégée au niveau du trou du centre de motif (Figure 3.30 (b) et (c)). En augmentant l'intensité du champ magnétique, progressivement la paroi droite du domaine magnétique réussit à se dégager du piège (trou) pour une valeur de champ magnétique appelé champ de dépiégeage. De la même manière que la paroi gauche du domaine magnétique, la paroi droite se propage à son tour jusqu'au bord du rectangle (Figure 3.30 (d)). Le processus de retournement d'aimantation est alors bouclé.

La figure 3.31 (a) montre les cycles d'hystérésis déduits de la série d'images Kerr MO dont certaines sont représentées dans la figure 3.30. Le cycle d'hystérésis magnétique a une forme carrée avec la présence d'une marche dans la phase de transition entre les deux états de saturation. Pour mieux distinguer la différence entre les quatre cycles d'hystérésis, nous procédons à un zoom dans la figure 3.31 (b) de la région mise en pointillé de la figure 3.31 (a). Nous observons à l'état de rémanence une légère variation de la valeur d'aimantation rémanente dans la courbe du rectangle $W = 50\ \mu\text{m}$ par rapport aux autres courbes, signifiant la nucléation de la première paroi de domaine. Une variation équivalente dans les trois cycles d'hystérésis restants ne se produit qu'après avoir appliqué des champs dans la direction opposée de différentes valeurs. La nucléation nécessite donc un champ magnétique plus élevé dans les rectangles de largeurs W moins grandes.

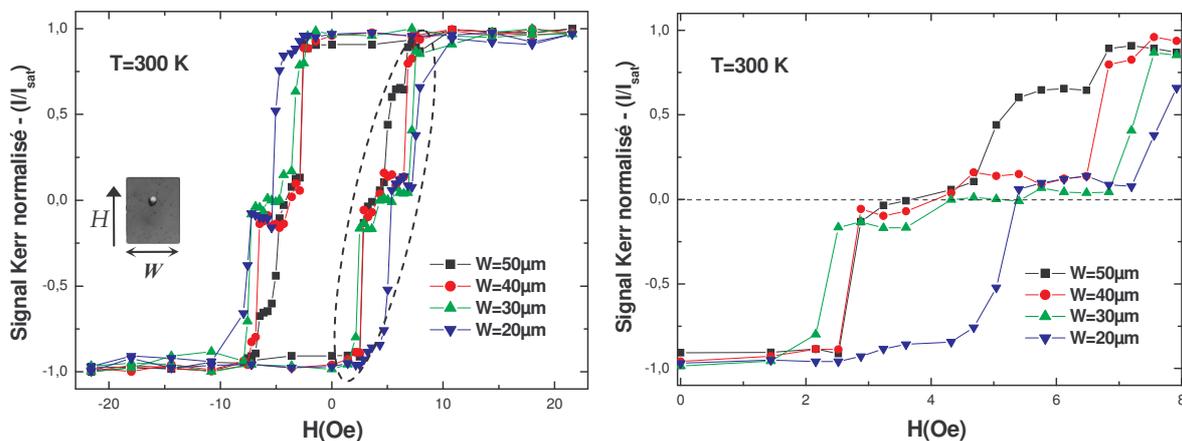


Figure 3.31 : Cycles d'hystérésis de la série des quatre rectangles de dimensions $W * 50\ \mu\text{m}^2$ ($W = 50, 40, 30$ et $20\ \mu\text{m}$) gravés dans un film LSMO d'épaisseur $100\ \text{nm}$ mesurés en configuration Kerr longitudinale : (a) Cycles d'hystérésis, (b) Un zoom sur la phase de transition positive contournée par une ellipse en trait discontinu sur les cycles d'hystérésis de (a). Le champ magnétique a été appliqué dans le plan du film et le long du grand axe. Le signal Kerr a été normalisé par la valeur d'aimantation à saturation.

Nous pouvons également constater sur la figure 3.31 (b) que la valeur du champ de dépiégeage se situant sur le plateau croît pour les rectangles de faible largeur, ce qui indique qualitativement que les parois de domaines magnétiques ont plus de difficultés pour s'affranchir d'un tel défaut (trou). Ce champ de dépiégeage peut être évalué avec précision sur le cycle d'hystérésis. Il est équivalent à la plus grande valeur de champ appartenant au plateau d'accrochage des parois de domaines. Cette tendance est reproductible autant de fois que des mesures ont été effectuées. Par contre, il est arrivé quelques fois où la nucléation est apparue sur un bord (dans des endroits localisés) du rectangle au lieu du trou, surtout dans le masque le plus étroit. Ceci signifie que les énergies de nucléation sont comparables partout dans la structure et que la qualité des bords intervient dans les conditions permettant la nucléation .

Le champ coercitif (H_c) nécessaire au retournement d'aimantation dans la couche LSMO d'épaisseur 100 nm a montré une dépendance nette par rapport à la largeur des rectangles étudiés en ($1/W$). Cette dépendance observée dans une série de rectangles de largeurs 20 nm, 30 nm, 40 nm et 50 nm est montrée dans la figure 3.32. La droite reliant les quatre valeurs de H_c mesurées est un FIT linéaire qui permet d'écrire :

$$H_c = a_1 + \frac{b_1}{W} \quad (3.4)$$

Avec a_1 et b_1 sont des constantes. La constante a_1 est obtenue de l'équation 3.4 en mettant W à l'infini, par conséquent la constante a_1 représente le champ coercitif dans une couche épaisse dans le même matériau. D'après Casey et *al.* [CAS04], la constante b_1 varie linéairement en fonction de M_s et donc peut s'écrire sous la forme :

$$b_1 = c_1 \cdot M_s \cdot d \quad (3.5)$$

où c_1 est une constante et d_1 représente l'épaisseur du film LSMO. La valeur de c_1 peut être obtenue en étendant la même étude à des échantillons de différentes épaisseurs.

La diminution de la largeur W , s'accompagne d'une augmentation nette du champ coercitif, montrant un effet prépondérant de la géométrie d'échantillon sur le processus d'inversion de l'aimantation. La variation linéaire de la valeur de champ coercitif en fonction de $1/W$ est un signe d'inhomogénéité du retournement d'aimantation dans cette structure. Trois mécanismes principaux de retournement d'aimantation sont susceptibles de donner une telle dépendance entre le champ coercitif et la largeur W . Le premier mécanisme a été rapporté par Casey et *al.* [CAS04] dans les éléments magnétiques de tailles submicroniques en NiFe (nanofile). Il a constaté une simple dépendance du champ coercitif en fonction de $1/W$ qu'il a attribué au retournement par nucléation et propagation. Le second mécanisme décrit par Gao et *al.* [GAO07], exprime une dépendance du champ coercitif en fonction de la

largeur en $(1/W^2)$. Cette corrélation a été observée dans des nanofils en Fe_3Pt est interprétée par le modèle de retournement de l'enroulement « Curling ». Quant au troisième mécanisme rapporté également par Gao et *al.* [GAO07], il donne une variation du champ coercitif en fonction $1/W^{2/3}$ et attribué au mode de retournement par flambage « buckling ». Parfois les résultats expérimentaux sont ajustés par les deux modèles de dépendance « buckling et curling » vu que l'écart entre les deux modèles est minime. Dans ce cas l'apport de l'imagerie magnétique ou les simulations micromagnétiques sont indispensables pour les dissocier.

Dans le cas de notre film mince LSMO d'épaisseur 100 nm, le modèle de variation du champ coercitif en fonction de la largeur des rectangles est en $(1/W)$. Par conséquent, la nucléation et la propagation sont à l'origine du retournement des domaines dans ces rectangles. Cette hypothèse est en parfaite concordance avec l'observation du mode de retournement par l'imagerie Kerr MO de la figure 3.30 puisque ni le retournement en configuration buckling, ni en configuration curling n'ont été observés.

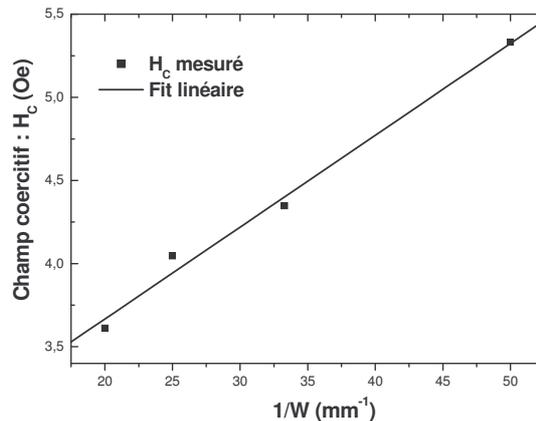


Figure 3.32 : Représentation de la dépendance du champ coercitif dans les microstructures du film LSMO d'épaisseur 100 nm en fonction de $1/W$ des rectangles. La droite représente l'évolution moyenne estimée à partir des mesures effectuées.

Nous n'avons pas étudié en détail l'influence de l'épaisseur de la couche sur le champ coercitif [NEG02]. Il serait par ailleurs intéressant d'étudier l'effet de la taille du trou sur la valeur de H_c et dans chacun des cas la dépendance de H_c en fonction de W .

4.3.3 Effet des défauts sur le mode de retournement de l'aimantation

Contrairement au film d'épaisseur 100 nm, l'échantillon d'épaisseur 200 nm présente des fissures diagonales alignés avec les axes (110) et (1-10) (Figure 3.33). Ces craquelures ressemblent à celles qui ont été rapportées par Zhang et *al.* [ZHA04]. Il a montré que des craquelures peuvent se former dans la couche LSMO le long des axes du substrat (110) et (1-10) dans les films ayant une rugosité inférieure à 0,4 nm (la rugosité de notre échantillon est de 0,368 nm) et une épaisseur supérieure à 150 nm. Ces fissures dans la structure du

film LSMO sont probablement causées par la relaxation des contraintes quand l'épaisseur de la couche mince dépasse une valeur critique.

L'influence de ces caractéristiques de surface de notre échantillon sur le processus de retournement d'aimantation dans LSMO a été étudié à 300 K dans la suite de ce paragraphe.

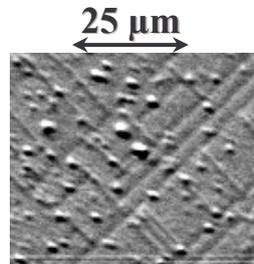


Figure 3.33 : Fissures diagonales apparaissant en surface du film LSMO d'épaisseur 200 nm.

La séquence d'images Kerr de la figure 3.34 montre les étapes progressives de retournement d'aimantation situées entre l'état de rémanence et la saturation.

Les fissures du film d'épaisseur 200 nm jouent le double rôle de centres de nucléation et vraisemblablement de piégeage de paroi. La résolution spatiale du système ne permet pas cependant pas de le certifier car il n'est pas possible d'étudier l'aimantation au sein des fissures. Par ailleurs, les fissures peuvent également altérer l'énergie d'anisotropie magnétique et par conséquent changer la direction d'aimantation due à l'anisotropie magnétoélastique induite [CHA88].

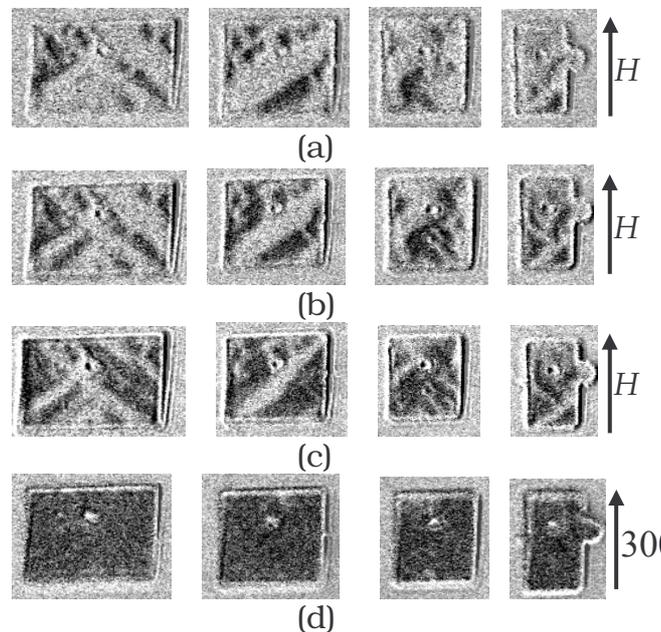


Figure 3.34 : Images Kerr longitudinales d'une série de motifs gravés sur une couche LSMO d'épaisseur 200 nm et de dimensions $W * 50 \mu\text{m}^2$ ($W = 50, 40, 30$ et $20 \mu\text{m}$) montrant la configuration pour différentes valeurs de champs magnétiques appliqués : (a) $H = 0$ Oe, (b) $H = 3,5$ Oe, (c) $H = 11$ Oe et (d) $H = 27$ Oe. Le cycle d'hystérésis est représenté dans la figure 3.36.

La figure 3.35 montre le processus de retournement d'aimantation détaillé dans un rectangle de dimension $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$. Dans l'état rémanent (Figure 3.35 (a)), quelques domaines magnétiques apparaissent. À mesure que le champ appliqué augmente, de nouvelles nucléations se produisent dans différents endroits de la surface et les domaines déjà existants demeurent piégés à l'intérieur des structures diagonales avec la possibilité de se propager à l'intérieur des structures sans pour autant pouvoir aller au delà des fissures (Figure 3.35 (b) et (c)).

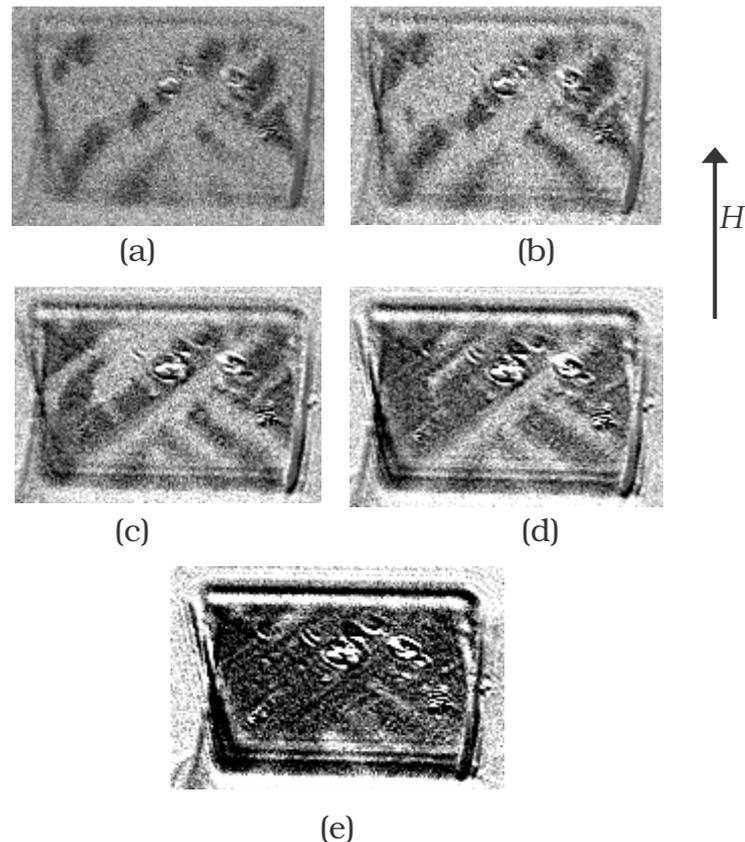


Figure 3.35 : Imagerie Kerr longitudinale de film LSMO d'épaisseur 200 nm et de dimension $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ montrant les configurations prises par les domaines magnétiques pour : (a) $H = 0$ Oe, (b) $H = 3,5$ Oe, (c) $H = 11$ Oe, (d) $H = 21$ Oe et (e) $H = 27$ Oe. Le cycle d'hystérésis est représenté dans la figure 3.36.

Pour des valeurs de champs magnétiques plus importantes, le processus de nucléation est accéléré et l'aimantation de l'échantillon sature (Figure 3.35 (d) et (e)). Contrairement au film d'épaisseur 100 nm le retournement d'aimantation se produit dans ce cas principalement par nucléation et le trou n'a aucun rôle significatif lors de l'inversion d'aimantation à cause du nombre élevé de pièges qui existent dans cette structure.

Finalement, la figure 3.36 présente les cycles d'hystérésis extraits des images Kerr MO moyennées sur la surface entière des rectangles. Ces courbes d'hystérésis ont une forme allongée indiquant que le retournement se fait par multi-nucléations suivies de propagations seulement locales qui épousent les motifs définis par les fissures en surface du film. Vu que

les domaines magnétiques sont entièrement découplés, la valeur des champs coercitifs ne représentent qu'une valeur moyenne (globale) sur toute la surface.

A l'exception de la variation apparente de la pente de la région linéaire de transition (entre les deux états de saturation de la courbe d'hystérésis) en fonction de la largeur W (rectangle le plus étroit donnant la courbe la plus raide) qui peut être attribuée au nombre de domaines magnétiques réduit pour des structures de petite géométrie, on n'observe aucune dépendance du champ coercitif (H_c) en fonction de la largeur de la microstructure.

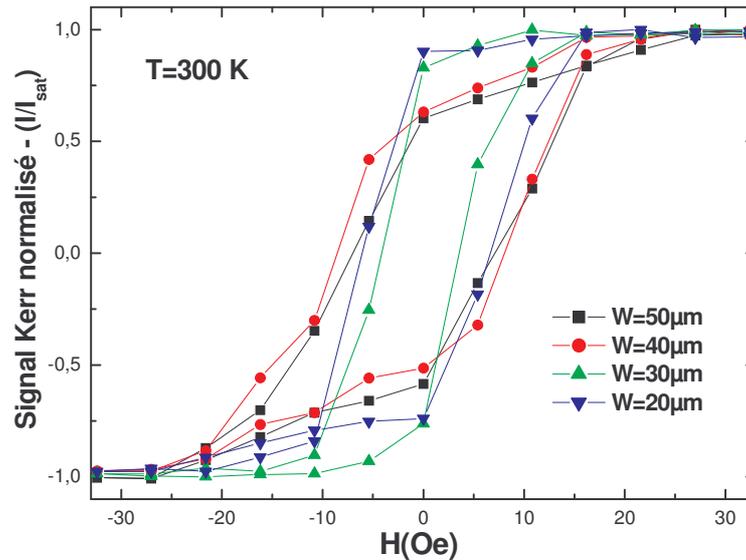


Figure 3.36 : Cycles d'hystérésis, calculés par moyennage sur toute la surface des images obtenues en configuration Kerr longitudinale, d'une série de motifs de dimension $W * 50 \mu\text{m}^2$ ($W = 50, 40, 30$ and $20 \mu\text{m}$). Le champ magnétique a été appliqué le long du grand axe. Le signal Kerr a été normalisé par la valeur à saturation.

Il est intéressant à noter que malgré la présence dans la structure de la couche mince de craquellements qui découplent les domaines magnétiques les uns des autres, l'aimantation dans le film LSMO d'épaisseur 200 nm s'oriente exclusivement suivant le grand axe des structures rectangulaires. Ceci est à l'opposé de ce qui a été observé dans les films minces LSMO polycristallin d'épaisseur 100 nm par Gupta et *al.* [GUP96]. La structure du LSMO polycristallin contient des grains contenant des domaines magnétiques dont l'orientation est entièrement découplée.

4.4 Effet des substrats vicinaux sur l'anisotropie magnétique dans LSMO

Après avoir étudié l'influence des contraintes et l'anisotropie de forme des structures ferromagnétiques sur le retournement de domaines magnétiques, nous abordons maintenant l'étude des effets du substrat vicinal sur les propriétés magnétiques du LSMO.

L'objectif de l'utilisation de ce genre de substrat est de rompre l'anisotropie magnétique biaxiale du film mince sur STO (001) et de la remplacer par une autre anisotropie.

Nous avons caractérisé l'aimantation des films LSMO pour plusieurs angles de vicinalité d'un substrat STO, et étudié le processus de retournement d'aimantation dans des microponts rectangulaires.

4.4.1 Propriétés structurales, magnétiques et de surface des films

La figure 3.37 donne les diffractogrammes de rayons X en configuration $\theta-2\theta$ de couches LSMO d'épaisseur 40 nm déposées sur des substrats vicinaux d'angle 10° , 6° , 2° et sur un substrat STO (001). Les mesures ont été réalisées en introduisant un offset sur θ correspondant à l'angle de vicinalité. La présence du pic (002) indique que pour chaque angle, les films LSMO sont orientés avec l'axe (001) coïncident avec l'axe (001) du substrat, i.e. qu'ils reproduisent l'angle de vicinalité du substrat à $\pm 0,05^\circ$. Le paramètre de maille hors du plan du LSMO est de l'ordre de 0,3850 nm, ce qui représente un désaccord de maille avec STO de 1,4 %. Les largeurs à mi-hauteur des pics (002) en configuration ω -scan sont comprises dans la gamme $0,23-0,31^\circ$. Nous n'avons pas remarqué de relation particulière entre l'angle de vicinalité et la largeur du pic. Ces valeurs sont proches de celles typiquement mesurées pour les films LSMO de même épaisseur sur STO (001).

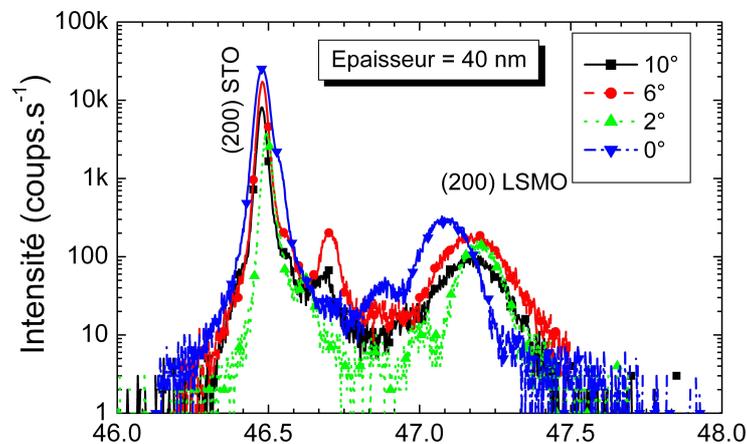


Figure 3.37 : Diffractogrammes de rayons X en configuration $\theta-2\theta$ de couches LSMO d'épaisseur 40 nm déposées sur des substrats vicinaux d'angle 10° , 6° , 2° et sur un substrat STO (001).

L'aimantation à saturation des couches LSMO d'épaisseur 40 nm déposées sur des substrats vicinaux d'angle 10° , 6° , 2° est reportée à la figure 3.38. Elle a été mesurée par magnétomètre à SQUID avec le champ magnétique appliqué dans le plan des couches, soit parallèlement aux marches ($H = 0,05$ T), soit perpendiculairement aux marches ($H = 0,5$ T). La température de Curie de tous les films est de l'ordre de 340-350 K et nous n'avons

pas trouvé de différence notable ni entre les différents échantillons, ni selon la direction d'application du champ magnétique.

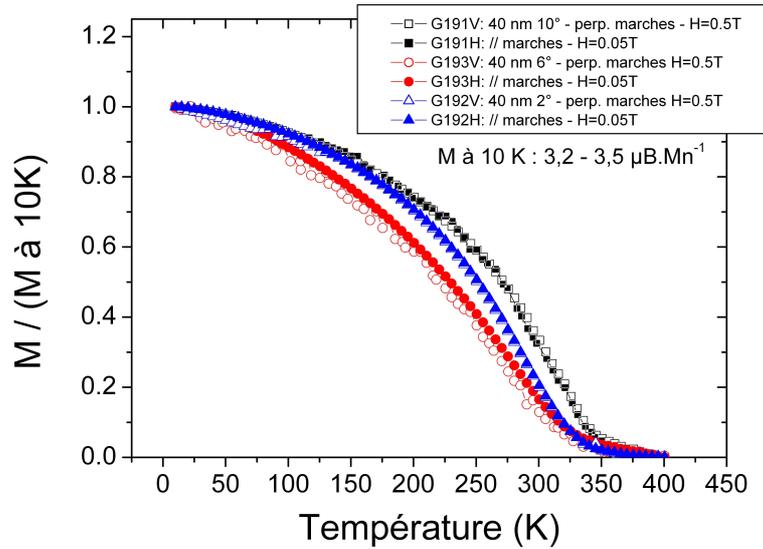


Figure 3.38 : Aimantation à saturation des couches LSMO d'épaisseur 40 nm déposées sur des substrats vicinaux d'angle 10°, 6°, 2°.

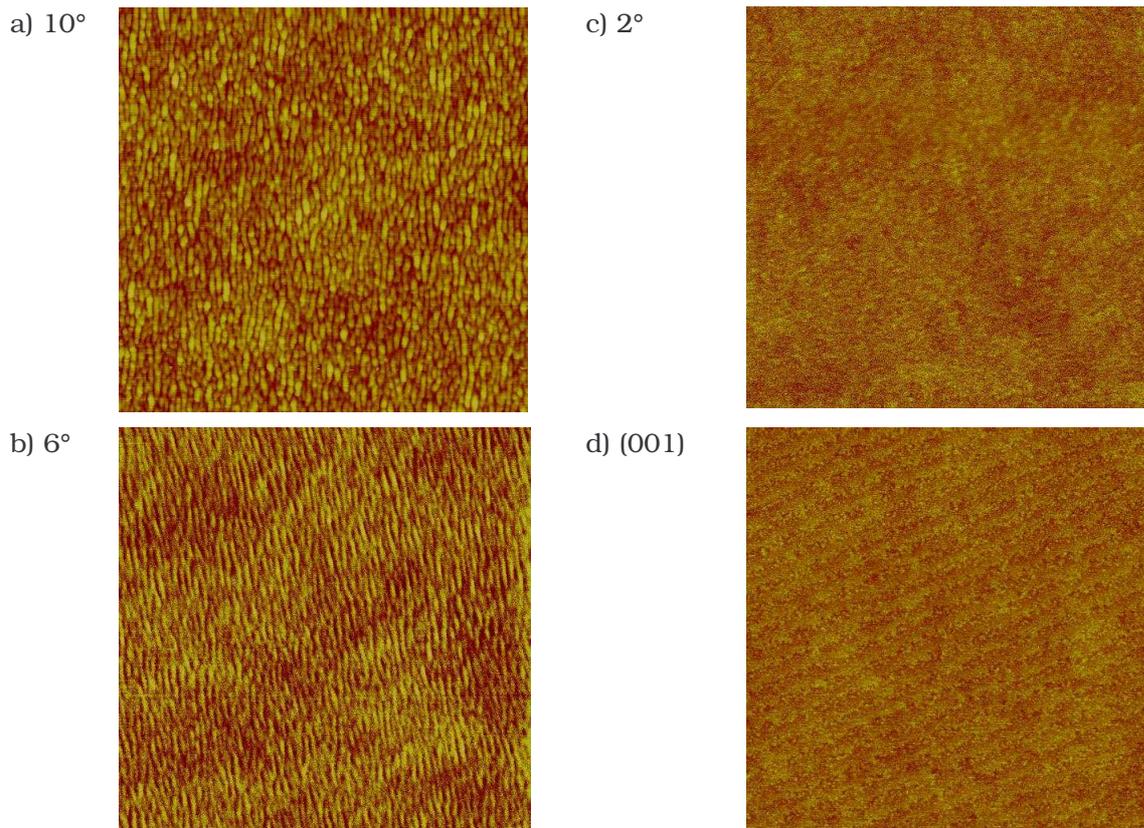


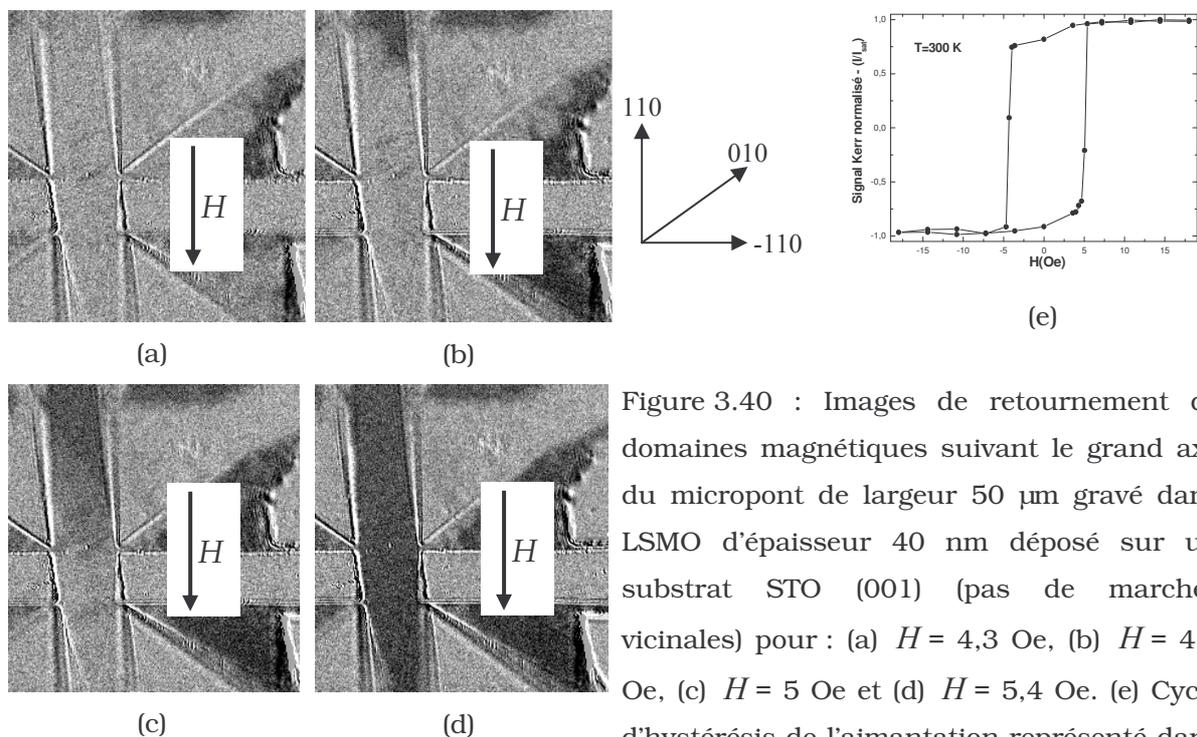
Figure 3.39 : Images AFM en mode tapping de taille $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$ de couches LSMO d'épaisseur 40 nm déposées sur des substrats vicinaux d'angle a) 10° ; b) 6° ; c) 2° ; et d) sur un substrat STO (001) (Pleine échelle Z = 3 nm).

Enfin, une étude AFM en mode tapping a été effectuée sur la série d'échantillons (figure 3.39). Les couches vicinales sont très peu rugueuses et présentent en surface une structure de marches très régulière. La rugosité moyenne (rms) mesurée sur des images de taille $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$ est de l'ordre de $0,130 - 0,580 \text{ nm}$ pour tous les films. Ces valeurs sont légèrement plus élevées que celles obtenues pour les couches LSMO non vicinales. La couche de la figure 3.39 (d) présente en effet une rugosité de $0,130 \text{ nm}$.

4.4.2 LSMO sur STO (001) (échantillon témoin)

Afin d'étudier l'effet de vicinalité sur les propriétés magnétiques dans les couches minces LSMO, nous commençons notre analyse par l'énumération des propriétés magnétiques dans le LSMO déposé sur un substrat STO (001) (échantillon témoin).

Le retournement des domaines magnétiques et les cycles d'hystérésis magnétiques ont été étudiés dans un micropont comme montré à la figure 3.40. Le champ magnétique est appliqué dans le plan de la couche du haut vers le bas. Cette figure montre une succession d'images magnétiques Kerr pour différentes valeurs de champs magnétiques dans la zone de transition. La série d'images parcourt un demi cycle d'hystérésis, c'est à dire que nous montrons le retournement de domaines d'un état de saturation vers l'autre seulement. Les domaines magnétiques ayant changé de direction sont de couleur noire.



Le processus de retournement d'aimantation suivant le grand axe du micropont commence par une nucléation de domaine magnétique au niveau du bord du micropont se trouvant en haut de l'image (Figure 3.40 (b)). Le retournement d'aimantation se poursuit par effet de propagation de la paroi de domaine vers l'autre l'extrémité. La paroi de domaine qui se propage dans la structure est parallèle avec les plans [100].

Le retournement progressif d'aimantation dans les mêmes microponts suivant le petit axe du micropont est montré dans la figure 3.41. La séquence d'images inclut toutes les étapes intermédiaires entre l'état de rémanence et la saturation.

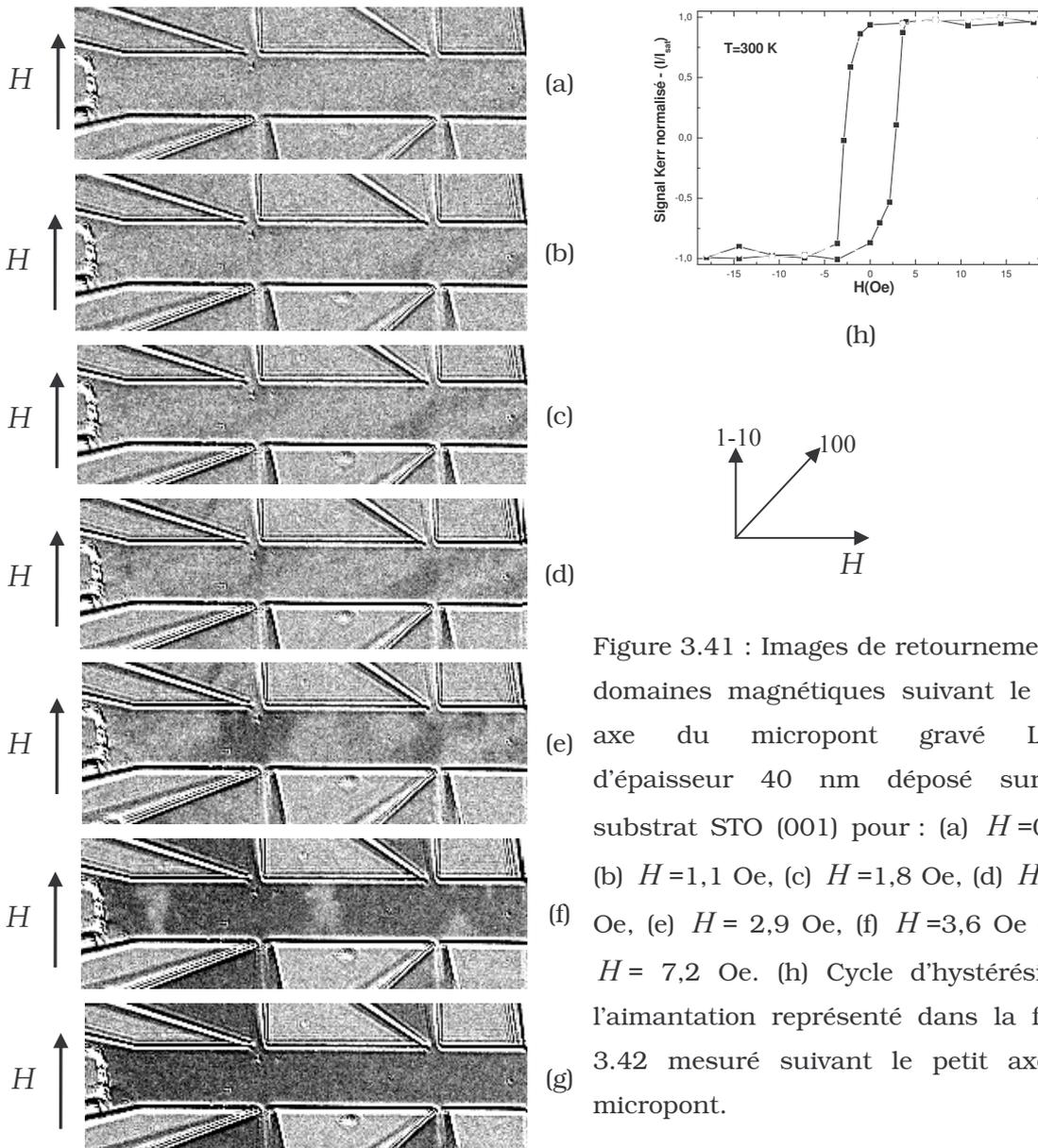


Figure 3.41 : Images de retournement de domaines magnétiques suivant le petit axe du micropont gravé LSMO d'épaisseur 40 nm déposé sur un substrat STO (001) pour : (a) $H=0$ Oe, (b) $H=1,1$ Oe, (c) $H=1,8$ Oe, (d) $H=2,5$ Oe, (e) $H=2,9$ Oe, (f) $H=3,6$ Oe et (g) $H=7,2$ Oe. (h) Cycle d'hystérésis de l'aimantation représenté dans la figure 3.42 mesuré suivant le petit axe du micropont.

A l'instar du mode de retournement observé dans la direction du grand axe, le retournement suivant le petit axe du micropont s'effectue par nucléation et propagation de domaines à partir des bords. On observe de nombreux petits domaines dont la propagation se fait

relativement difficilement à cause des défauts dans la structure qui jouent le rôle des points d'ancrages pour les parois. On peut cependant noter que cette propagation se fait de manière plutôt isotrope dans le plan dans les figures 3.41 (e) et (f). La saturation est atteinte dans la figure 3.41 (g). Nous constatons que le mode de retournement de domaines magnétiques dans les figures 3.40 et 3.41 se fait par propagation à partir d'un bord vers son opposé. La nucléation s'effectue essentiellement au niveau des bords du micropont ou probablement la qualité des de la couche est mauvaise. Etant donné que suivant le grand axe du micropont (Figure 3.40), la largeur du micropont LSMO est petite et sachant que la nucléation de domaines se produit préférentiellement sur un des deux bords (haut ou bas de l'image), le retournement de domaine nécessite seulement une nucléation sur une paroi, sa propagation le long du grand axe du rectangle LSMO gravé. Dans le cas de disposition du micropont suivant le petit axe (Figure 3.41), les bords susceptibles de permettre la nucléation sont beaucoup plus larges ce qui favorise une multi-nucléation. Les endroits se trouvant à proximité des contacts électriques font office de centres de nucléation. La propagation des parois se fait vers toutes les directions (isotrope).

Dans la figure 3.42, nous présentons les cycles d'hystérésis globaux calculés à partir des images de la figure 3.40 et 3.41. Ces courbes d'hystérésis ont une forme carrée montrant que les deux axes de mesures correspondent à des axes de facile aimantation. La valeur du champ coercitif (H_C) est de 2,55 Oe (resp. 4,8 Oe) dans la direction du grand axe (reps. Petit axe) du micropont. On explique l'écart entre les deux valeurs du champ coercitif par l'anisotropie de forme qui impose une variation linéaire de H_C en fonction $1/W$ dans les couches minces LSMO (démonstré dans la section 4.3.2, chapitre 3).

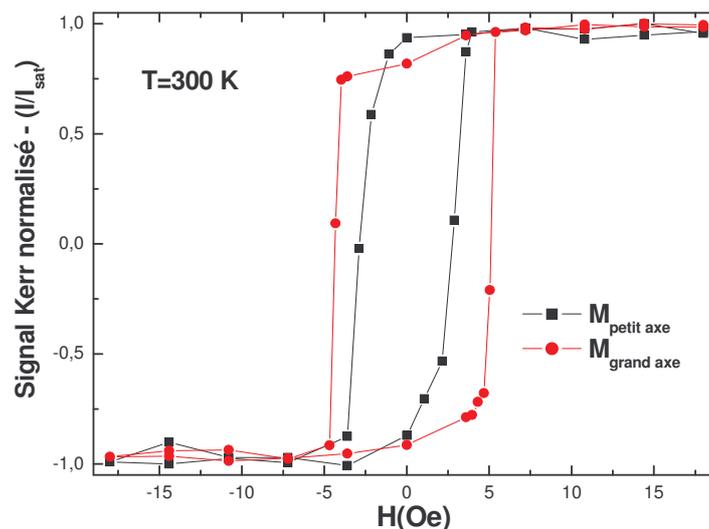


Figure 3.42 : Cycles d'hystérésis magnétique normalisés du micropont gravé dans une couche LSMO d'épaisseur 40 nm suivant le petit axe et grand axe du micropont.

4.4.3 LSMO sur STO vicinal (10°)

4.4.3.1 Champ magnétique appliqué parallèlement aux marches

Mode de retournement dans le film LSMO sur STO vicinal 10°, $W = 50 \mu\text{m}$

La figure 3.43 résume les principales étapes du retournement d'aimantation de la direction antiparallèle avec le champ à la direction parallèle. Le champ magnétique H appliqué dans le plan du film est orienté dans la direction transverse (petit axe) du micropont, parallèlement aux marches du vicinal 10°. Le micropont gravé à une longueur $W = 500 \mu\text{m}$ et une largeur $W = 50 \mu\text{m}$.

Dans la figure 3.43 (a), le premier domaine magnétique bascule à l'extrémité droite du pont. Cette rotation de domaine s'enclenche par la nucléation d'une paroi de domaine puis sa propagation latérale sur une petite surface. Pour des valeurs de H plus élevées, d'autres domaines basculent à différents endroits de la structure (Figure 3.43 (b)-(d)). Les parois de domaines semblent être piégées à des endroits bien précis de la surface. Près de la saturation, le retournement d'aimantation s'articule essentiellement sur le phénomène de propagation des parois de domaines (Figure 3.43 (e)-(h)).

La forme géométrique rectangulaire des domaines magnétiques dans cet échantillon avec une direction d'aimantation seulement parallèle ou antiparallèle avec l'axe des marches vicinales [110] indique clairement que le film mince LSMO sur le substrat STO vicinal a une anisotropie magnétique uniaxiale. La multiplication des points de nucléation de domaines magnétiques dans différents endroits du micropont est la conséquence de la multiplication des points d'ancrages dans la structure venant des inhomogénéités causées par les bords des marches vicinales. Le champ coercitif du substrat vicinal 10° est plus important que dans le cas du LSMO sur le substrat STO (001). Ceci est expliqué par la difficulté que rencontrent les parois de domaines magnétiques lors de leurs propagations latérales le long du micropont. La structure géométrique des domaines parfaitement parallèle avec les marches du substrat prouve que le substrat vicinal est à l'origine de la forme des domaines. Le fait que les marches du substrat STO vicinal 10° accrochent les parois des domaines magnétiques lors de leurs propagations n'est pas surprenant si l'on considère que la largeur des terrasses (32 nm) y est du même ordre que la largeur de paroi qui s'approche de 10 nm [ALL90].

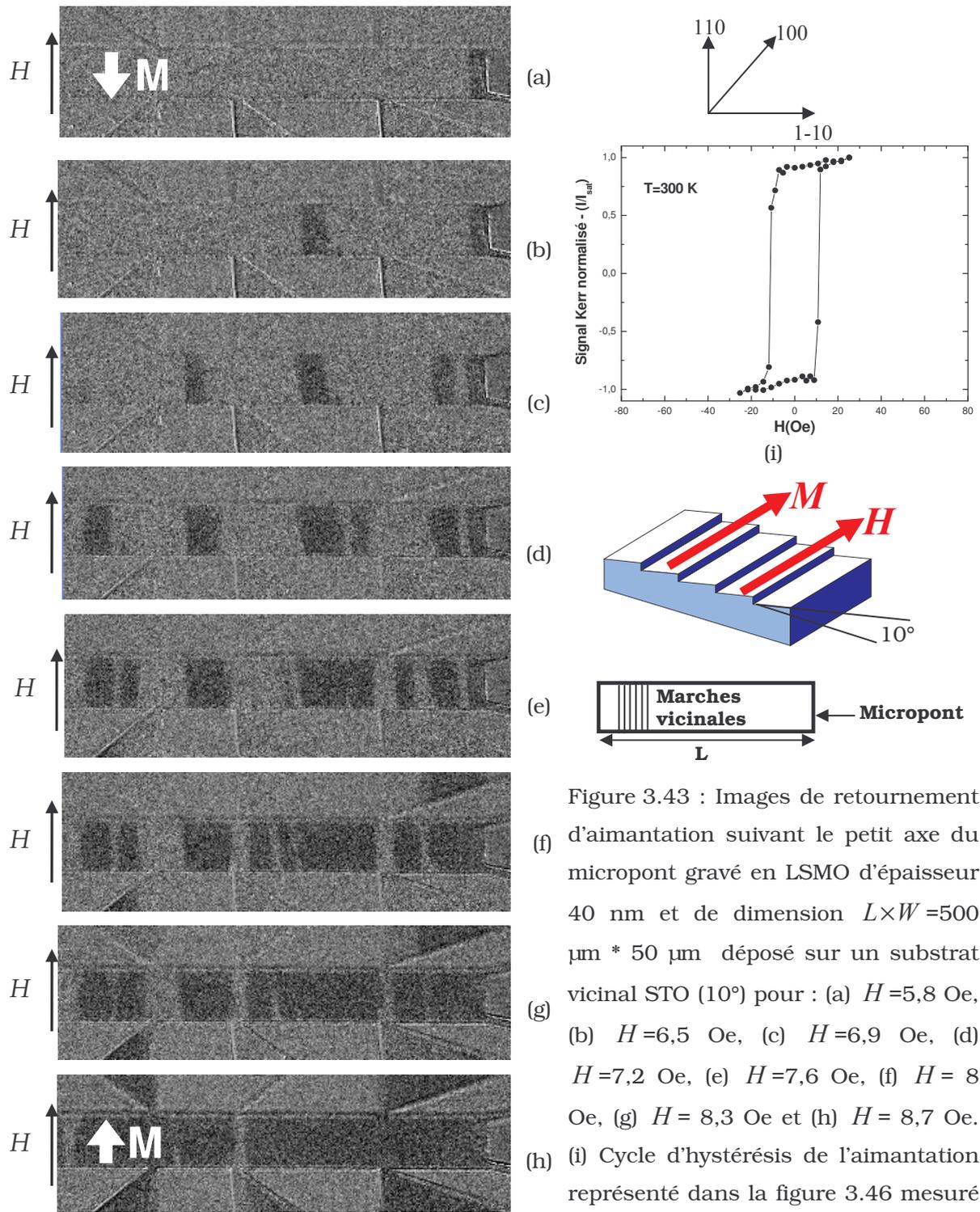


Figure 3.43 : Images de retournement d'aimantation suivant le petit axe du micropont gravé en LSMO d'épaisseur 40 nm et de dimension $L \times W = 500 \mu\text{m} * 50 \mu\text{m}$ déposé sur un substrat vicinal STO (10°) pour : (a) $H = 5,8$ Oe, (b) $H = 6,5$ Oe, (c) $H = 6,9$ Oe, (d) $H = 7,2$ Oe, (e) $H = 7,6$ Oe, (f) $H = 8$ Oe, (g) $H = 8,3$ Oe et (h) $H = 8,7$ Oe. (i) Cycle d'hystérésis de l'aimantation représenté dans la figure 3.46 mesuré suivant le petit axe du micropont.

L'anisotropie magnétique uniaxiale peut provenir de la rupture de symétrie dans le plan de la surface, puisque les directions [100] et [010] sont cristallographiquement équivalentes pour un film LSMO déposé sur un substrat STO (001). Le comportement anisotrope constaté dans le film LSMO sur substrat vicinal peut être induit par la structure de marche en surface du LSMO et à l'interface entre le film LSMO avec le substrat STO. Ces résultats suggèrent que l'anisotropie de forme domine l'anisotropie magnétique dans LSMO

puisqu'elle peut être cassée par le choix d'un substrat avec des marches atomiques périodiques. D'autres exemples d'anisotropie magnétique uniaxiale similaires ont été reportés dans des métaux de transitions 3d ou des films composites déposés en couches minces sur des substrats vicinaux [BER92, KAW96, HE91, WAN91, CHE92, OEP93, HE94, JIA94, WEB96, WUL96]. Dans les films LSMO, Wang *et al.* ont observé l'anisotropie magnétique uniaxiale dans un film LSMO déposé sur un substrat STO avec un grand angle de vicinalité (10°) [WAN03]. Ils ont clairement déduit que l'orientation des domaines magnétiques est liée à l'anisotropie uniaxiale provoquée par les marches du substrat, suggérant l'influence de la vicinalité dans la détermination des propriétés magnétiques du film LSMO.

Mode de retournement dans le vicinal 10° , $L \times W = 500 \mu\text{m} * 100 \mu\text{m}$

A l'instar du pont précédent, nous avons représenté des images de domaines magnétiques montrant le retournement d'aimantation dans le pont de dimension $L \times W = 100 \mu\text{m} * 500 \mu\text{m}$ suivant le petit axe. Le film LSMO est déposé sur un substrat vicinal de 10° . Le champ magnétique appliqué est parallèle aux marches du vicinal. Quelques images résumant les étapes du retournement de l'aimantation dans la phase de transition sont montrées en figure 3.44.

En partant du point de saturation, l'aimantation de la couche magnétique reste orientée dans la direction initiale jusqu'à $H = 3,96 \text{ Oe}$ (Figure 3.44 (a)) au delà de l'état de rémanence. Pour H un peu plus élevé, la nucléation du premier domaine magnétique se produit au niveau du bord supérieur du micropont (Figure 3.44 (b)). Cette paroi de domaine se propage par la suite jusqu'au bord inférieur dans un premier temps puis entame son déplacement latéral le long de la structure (Figure 3.44 (c) et (d)). Alors que les parois des deux extrémités semblent piégées dans la structure, une nouvelle nucléation de paroi se produit dans un autre endroit du pont (Figure 3.44 (e) et (f)). En augmentant le champ magnétique appliqué, on permet aux parois de domaines de s'affranchir des pièges et on leur permet à nouveau de se propager dans la structure (Figure 3.44 (g)).

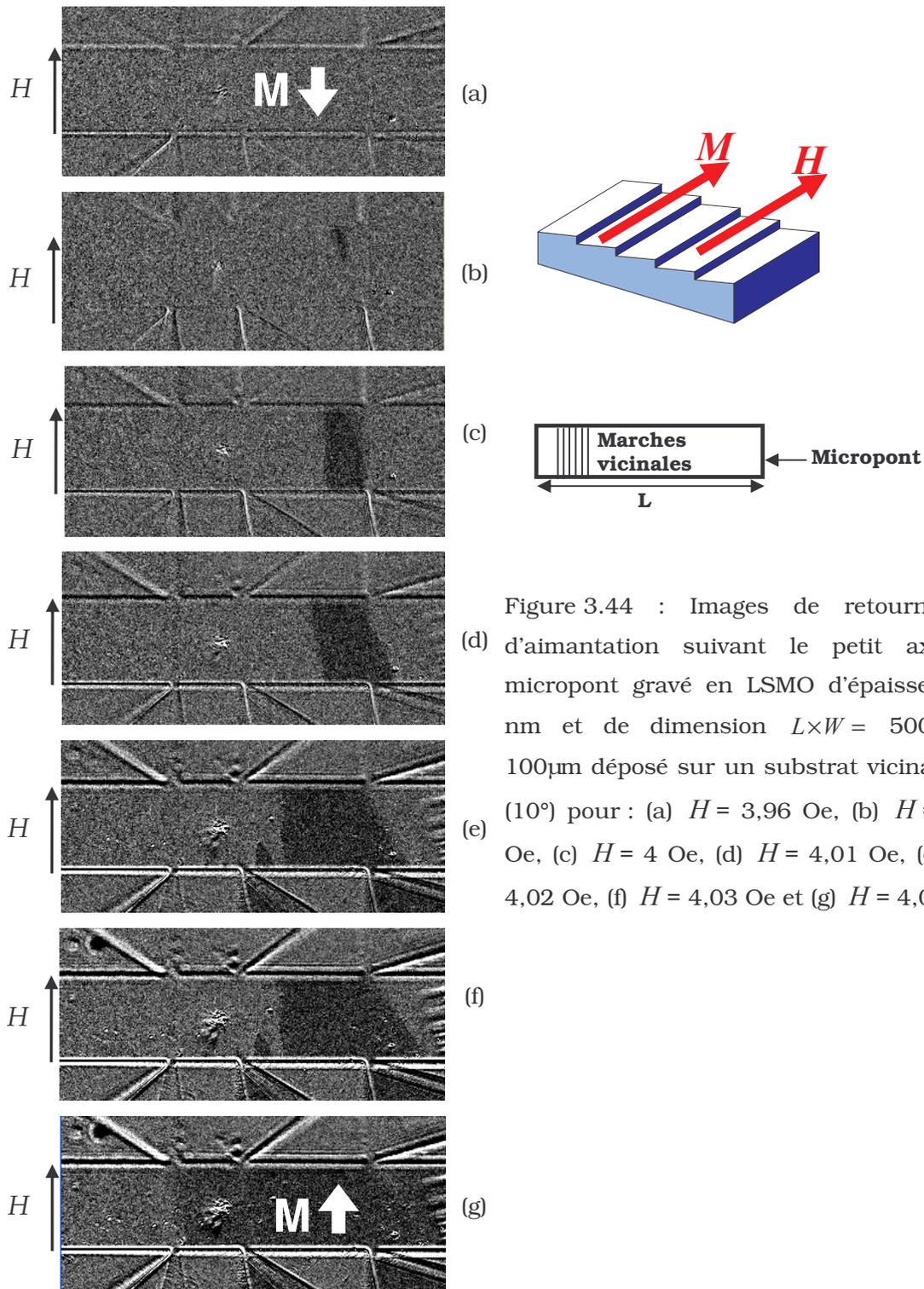


Figure 3.44 : Images de retournement d'aimantation suivant le petit axe du micropont gravé en LSMO d'épaisseur 40 nm et de dimension $L \times W = 500\mu\text{m} * 100\mu\text{m}$ déposé sur un substrat vicinal STO (10°) pour : (a) $H = 3,96 \text{ Oe}$, (b) $H = 3,98 \text{ Oe}$, (c) $H = 4 \text{ Oe}$, (d) $H = 4,01 \text{ Oe}$, (e) $H = 4,02 \text{ Oe}$, (f) $H = 4,03 \text{ Oe}$ et (g) $H = 4,07\text{Oe}$.

Il est intéressant de noter qu'à la différence du micropont de largeur $50 \mu\text{m}$, les parois de domaines existant dans ce micropont forment dans la plupart des cas un angle important ($> 30^\circ$) avec les marches du substrat vicinal. Ce résultat suggère que l'anisotropie du film est le résultat de la compétition entre l'anisotropie de forme du micropont avec l'anisotropie uniaxiale du film due à la vicinalité du substrat. La largeur de ce micropont équilibre le poids entre les deux anisotropies citées ci-dessus pour l'épaisseur de film de 40 nm puisque

ce phénomène n'a pas été observé dans le pont de plus petite largeur. Nous constatons également que le retournement d'aimantation nécessite un champ magnétique plus faible dans le pont de plus grande dimension grâce au facteur de forme.

4.4.3.2 Champ magnétique appliqué perpendiculairement aux marches

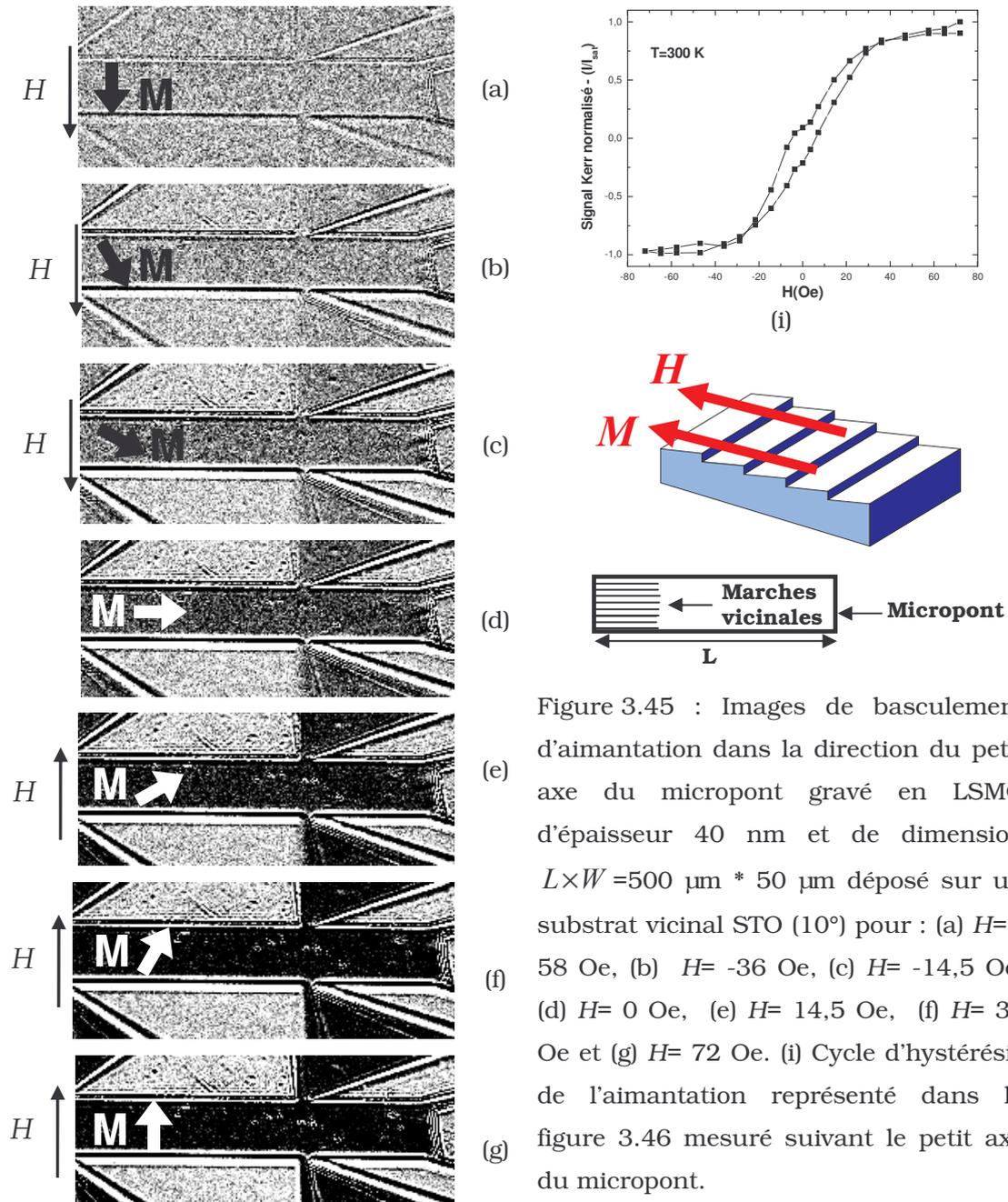


Figure 3.45 : Images de basculement d'aimantation dans la direction du petit axe du micropont gravé en LSMO d'épaisseur 40 nm et de dimension $L \times W = 500 \mu\text{m} * 50 \mu\text{m}$ déposé sur un substrat vicinal STO (10°) pour : (a) $H = -58$ Oe, (b) $H = -36$ Oe, (c) $H = -14,5$ Oe, (d) $H = 0$ Oe, (e) $H = 14,5$ Oe, (f) $H = 36$ Oe et (g) $H = 72$ Oe. (i) Cycle d'hystérésis de l'aimantation représenté dans la figure 3.46 mesuré suivant le petit axe du micropont.

Nous étudions dans ce paragraphe l'aimantation dans la direction perpendiculaire aux marches du vicinal 10° . La figure 3.45 résume les étapes de retournement d'aimantation sous l'effet d'un champ magnétique appliqué perpendiculairement aux marches et le long du

petit axe du micropont. Les figures 3.45 (a) et (g) représentent les deux états extrêmes du cycle d'hystérésis obtenus pour des champs magnétiques respectifs $H = -58$ Oe et $H = 72$ Oe. Dans ces deux cas, l'aimantation est parfaitement parallèle au champ magnétique H appliqué. En diminuant l'intensité de H appliqué au film, le pont change de teinte sur les figures 3.45 (b) et (c). Ce changement de la teinte dans les images Kerr MO traduit la diminution de l'intensité de l'aimantation projetée sur l'axe de mesure d'aimantation (l'axe parallèle à H). Ce phénomène se confirme dans les figures 3.45 (d), (e) et (f) et met en évidence le retournement uniforme de l'aimantation dans le cas où le champ magnétique est perpendiculaire aux marches du vicinal. Ces résultats sont en conformité avec la bibliographie décrite précédemment [WAN03, ZHA02].

Les cycles d'hystérésis de la figure 3.46 sont construits par moyennage des images Kerr suivant le petit axe du micropont dans le cas parallèle et perpendiculaire aux marches du substrat vicinal. Les cycles d'hystérésis extraits des images Kerr montrent une transition rapide dans le cas parallèle aux marches signifiant que cet axe correspond à l'axe facile. La forme carrée (resp. étirée) du cycle d'hystérésis indique que l'axe parallèle (resp. perpendiculaire) aux marches est de facile (resp. difficile) aimantation.

En considérant que le cycle d'hystérésis de la direction perpendiculaire aux marches du substrat vicinal parfaitement fermé (H_c tend vers 0), la constante d'anisotropie uniaxiale est estimée à 378 J/m^3 .

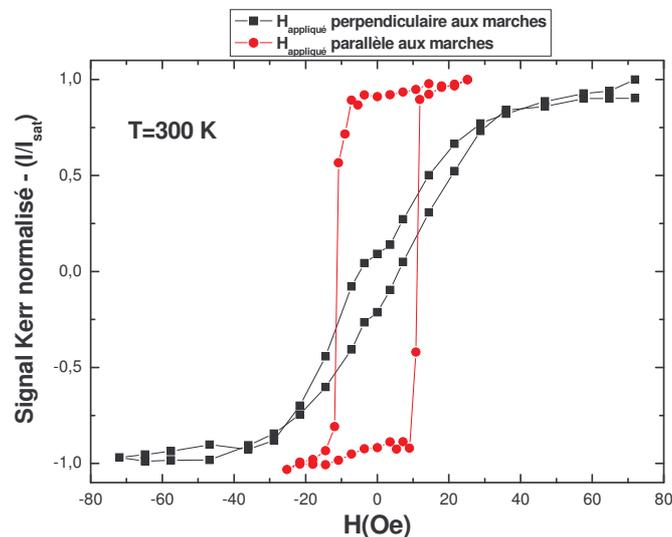


Figure 3.46 : Cycles d'hystérésis longitudinal et transversale mesuré sur un pont LSMO d'épaisseur 40 nm et de dimension $L \times W = 500 * 50 \mu\text{m}^2$ déposé sur un substrat vicinal STO de 10° .

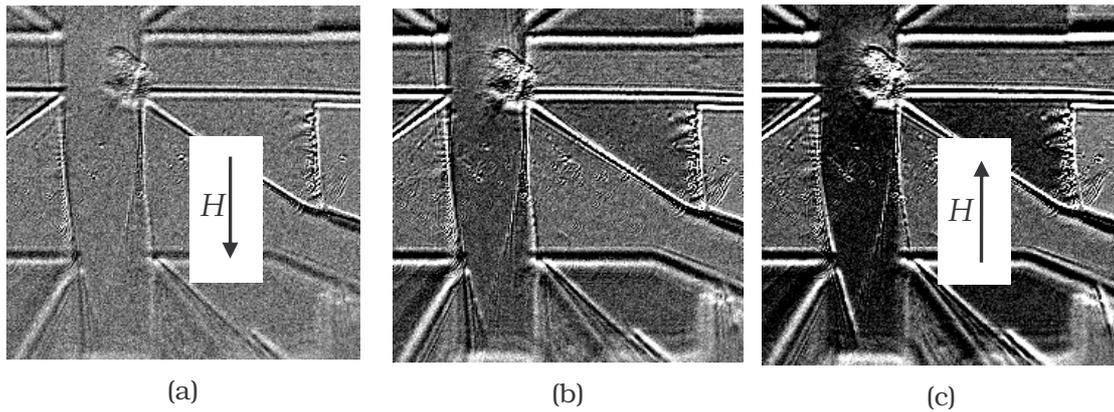
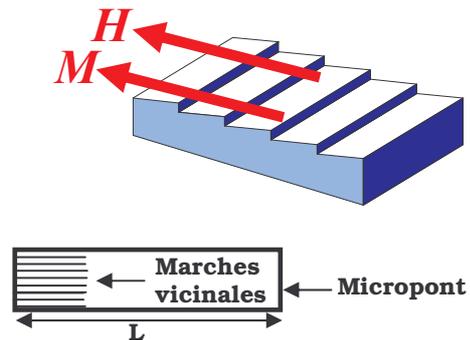


Figure 3.47 : Images de retournement d'aimantation suivant le grand axe du micropont gravé en LSMO d'épaisseur 40 nm et de dimensions $L \times W = 500 \mu\text{m} * 50 \mu\text{m}$ déposé sur un substrat vicinal STO (10°) pour : (a) $H = -47,5 \text{ Oe}$, (b) $H = 0 \text{ Oe}$, (c) $H = 72 \text{ Oe}$.



Dans le but de confirmer que les marches du substrat vicinal induisent une anisotropie magnétique plus forte que l'anisotropie de forme, nous réitérons le travail d'imagerie de domaines dans un micropont mais en position longitudinale au lieu de transversale. La séquence de retournement est montrée en figure 3.47. Nous observons une rotation d'aimantation uniforme même dans ce cas. Ce qui signifie que l'anisotropie magnétique induite par le substrat vicinal est plus forte que les autres anisotropies dans la structure. L'anisotropie est du type uniaxial parallèle aux marches.

4.4.4 LSMO sur STO vicinal (2°)

La figure 3.48 résume les étapes de retournement d'aimantation d'un état de saturation vers son opposé sous l'action d'un champ magnétique H dans le cas d'une couche LSMO déposée sur un substrat vicinal 2° . Le champ H est appliqué dans le plan du film et orienté du bas vers le haut (voir flèche sur la figure 3.48). Le micropont de largeur $W = 50 \mu\text{m}$ et de longueur $L = 500 \mu\text{m}$ est imagé suivant le petit axe. La séquence d'images (a) montre le cas où le champ magnétique H est parallèle avec les marches en surface du substrat STO tandis que la séquence (b) montre les cas où H est perpendiculaire aux mêmes marches.

Dans la figure 3.48 (a), la nucléation de la paroi de domaine se produit pour $H = 2,55 \text{ Oe}$ (Figure 3.48 (a.2)). Cette paroi de domaine forme un angle de 45° avec l'axe de H . La propagation de la paroi de domaine se poursuit même au delà du micropont (sur le LSMO non gravé se situant entre les contacts en Or). Le déplacement des parois latérales vers les

deux cotés apparaît en augmentant progressivement l'intensité de H (Figure 3.48 (a.3, a.4 et a.5)). Durant tout le processus de retournement d'aimantation, les parois de domaines restent inclinées de 45° par rapport à H . La saturation est atteinte dès que H dépasse 3.2 Oe (Figure 3.48 (a.6)).

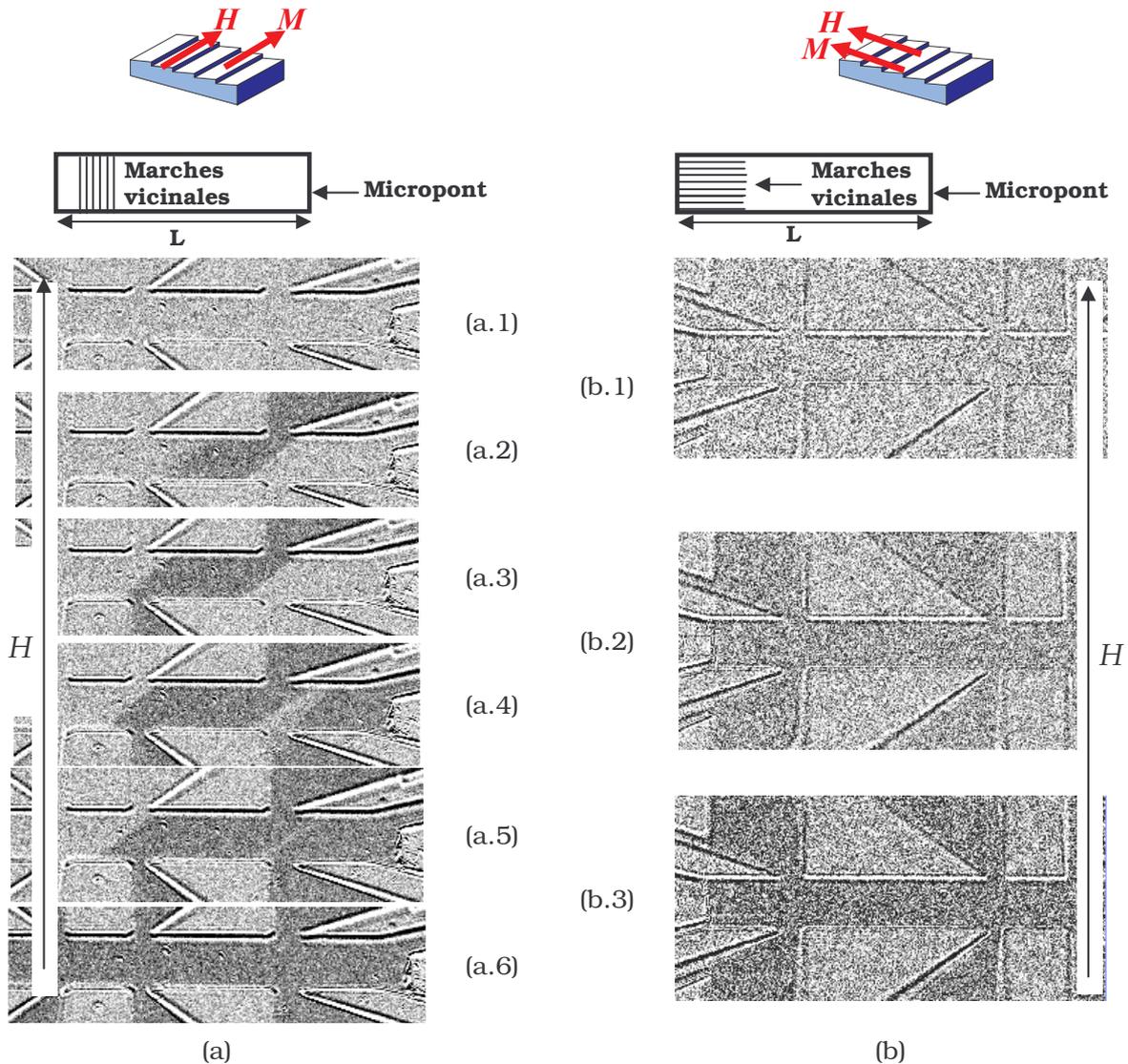


Figure 3.48 : Images de retournement d'aimantation suivant le petit axe du micropont gravé LSMO d'épaisseur 40 nm et de dimension $L \times W = 500 \mu\text{m} * 50 \mu\text{m}$ déposé sur un substrat vicinal STO (2°). Le champ magnétique est appliqué parallèlement aux marches en (a) et vaut : (a.1) $H = 2,34$ Oe. (a.2) $H = 2,55$ Oe. (a.3) $H = 2,6$ Oe. (a.4) $H = 2,67$ Oe. (a.5) $H = 2,81$ Oe et (a.6) $H = 3,2$ Oe. Le champ magnétique est appliqué perpendiculairement aux marches dans la série d'images montrée en (b) et vaut : (b.1) $H = 0,72$ Oe. (b.2) $H = 1,08$ Oe et (b.3) $H = 1,8$ Oe.

Le retournement des domaines de la figure 3.48 (b) correspond au cas où H est perpendiculaire aux marches du substrat vicinal 2° . Trois images prises dans la zone de

transition de l'hystérésis résumant les étapes de retournement. Dans la Figure 3.48 (b.1), l'absence de contraste sur le micropont en LSMO par rapport au reste de l'échantillon montre que le retournement d'aimantation n'est pas encore effectif. Ce retournement commence à apparaître dans la figure 3.48 (b.2) i.e $H = 1,08$ Oe. La saturation est obtenue pour $H = 1,8$ Oe (Figure 3.48 (b.3)). Notons que le processus de retournement dans ce film est très rapide (la zone de transition très réduite), et que le retournement se fait de manière uniforme suivant le model de Stoner-Wohlfarth [STO48].

Afin de peser le rôle de l'anisotropie de forme lors de la formation des parois de domaines à 45° par rapport à l'axe de H . Nous avons opté pour l'imagerie de retournement d'aimantation du micropont dans le cas où H est appliqué le long du grand axe du rectangle (Figure 3.49). L'observation à nouveau de parois formant 45° avec l'axe de H même dans ce cas nous permet de d'écarter l'origine liée uniquement aux effets de forme. Nous n'expliquons pas à l'heure actuelle l'origine de ce phénomène, mais nous pensons que d'autres études peuvent nous aider à le faire comme la représentation de l'astroïde de Stoner-Wohlfarth afin de déterminer l'axe facile d'aimantation.

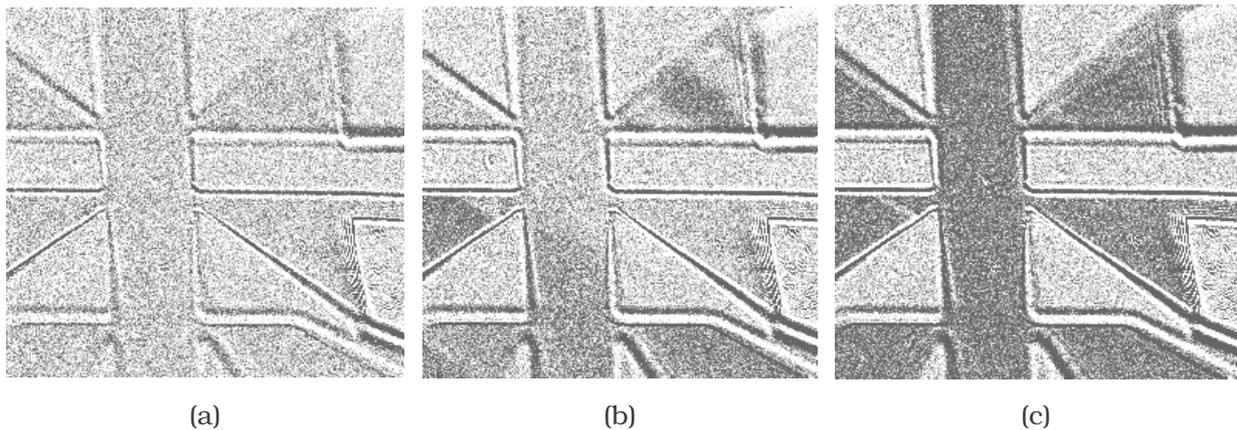


Figure 3.49 : Images de retournement d'aimantation le long du grand axe du micropont gravé LSMO d'épaisseur 40 nm et de dimensions $L \times W = 500 \mu\text{m} * 50 \mu\text{m}$ déposé sur un substrat vicinal STO (2°). Le champ magnétique est appliqué parallèlement aux marches : (a) $H = 0$ Oe. (b) $H = 4,3$ Oe et (c) $H = 5,4$ Oe.

4.4.5 LSMO sur STO vicinal (6°)

Dans la figure 3.50 nous résumons les étapes de retournement d'aimantation d'un état de saturation vers son opposé sous l'action d'un champ magnétique H . Le champ H est appliqué dans le plan du film du bas vers le haut (voir flèches dans la figure 3.50). Le micropont de largeur $H = 50 \mu\text{m}$ et de longueur $L = 500 \mu\text{m}$ est imagé le long du petit axe. La séquence d'images (b) montre le cas dans lequel le champ magnétique H est

perpendiculaire par rapport aux marches en surface du substrat STO tandis que la séquence (a) montre les cas où H est parallèle aux mêmes marches.

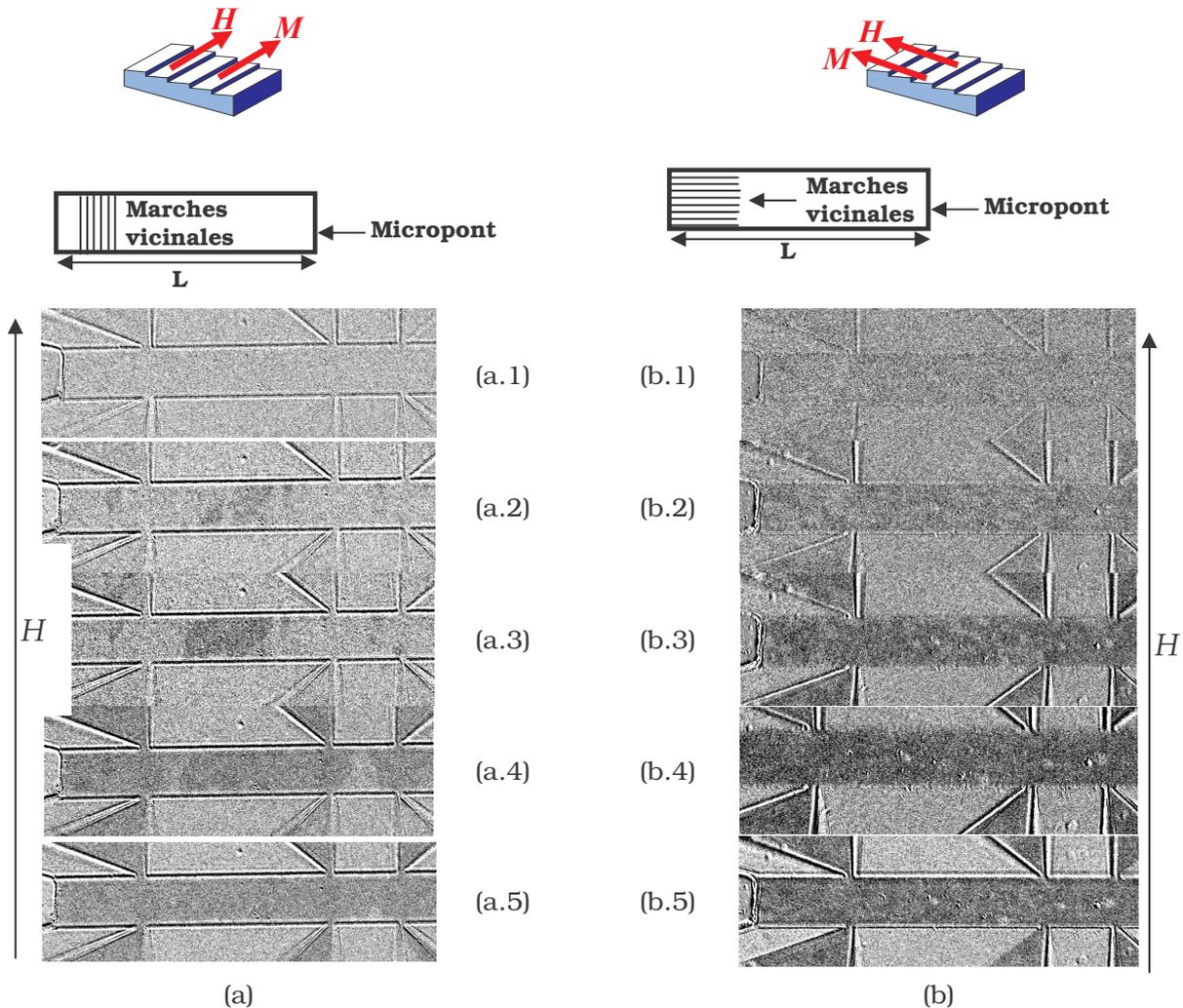


Figure 3.50 : Images de retournement d'aimantation le long du petit axe dans un micropont gravé LSMO d'épaisseur 40 nm et de dimensions $L \times W = 500 \mu\text{m} * 50 \mu\text{m}$ déposé sur un substrat vicinal STO (2°). Le champ magnétique est appliqué perpendiculairement aux marches en (b) et vaut : (b.1) $H = -3,6$ Oe. (b.2) $H = 0$ Oe. (b.3) $H = 3,6$ Oe. (b.4) $H = 7,2$ Oe et (b.5) $H = 29$ Oe. Le champ magnétique est appliqué parallèlement aux marches dans la série d'images montrée en (a) et vaut : (a.1) $H = 0$ Oe. (a.2) $H = 2,16$ Oe, (a.3) $H = 2,52$ Oe, (a.4) $H = 2,7$ Oe et (a.5) $H = 2,9$ Oe.

Le retournement de domaines imagé dans la figure 3.50 (a) est celui dans le cas où H est parallèle aux marches du substrat vicinal 6° . A l'état de rémanence (figure 3.50 (a.1)), aucune nucléation de domaine n'apparaît dans la structure. En augmentant H , la nucléation d'une paroi de domaine se produit (figure 3.50 (a.2)) et entame sa propagation latérale. Cette propagation se poursuit dans les figures 3.50 (a.3, 4 et 5). Dans la figure 3.50

(b.1), un faible contraste dans l'image montre que les domaines magnétiques commencent à changer de direction par rapport à leur direction initiale malgré que le champ magnétique appliqué soit toujours orienté dans la direction de l'état de saturation initiale du film mais avec une intensité plus faible. Ce retournement se poursuit en partant de l'état de rémanence (figure 3.50 (b.2)) jusqu'à la saturation (figure 3.50 (b.5)) d'une manière uniforme comme dans le reste des vicinaux étudiés dans ce travail.

Sur l'ensemble de la séquence de la figure 3.50 (b), nous constatons que le retournement est uniforme dans la direction perpendiculaire aux marches du substrat vicinal, ce qui confirme que cet axe est de difficile aimantation. Par contre, dans la figure 3.50 (a) peu des domaines magnétiques apparaissent avec des géométries rectilignes équivalentes au cas du vicinal 10° par ce que la largeur des terrasses est de l'ordre de celle des parois de domaines (10nm) et donc quelques parois sont accrochées par cette dernière. Les parois des domaines magnétiques ne sont plus exclusivement à 45° comme dans le cas du vicinal 2° . Certaines parois forment un angle de 45° avec H tandis la géométrie d'autres parois se rapproche de celle vue dans le vicinal 10° .

4.4.6 Discussion

Dans la figure 3.51, les cycles d'hystérésis mesurés le long du petit axe du micropont de l'échantillon témoin (substrat STO (001)) ainsi que les films vicinaux d'angles (10° , 2° et 6°) sont représentés. Lorsque le champ magnétique est appliqué le long des marches.

Les quatre cycles d'hystérésis ont une forme carrée indiquant que cet axe est de facile aimantation. L'augmentation de l'angle du vicinal du substrat à partir de STO (001) jusqu'à 2° et même 6° s'accompagne d'une augmentation légère de H_C (H_C varie entre 2,55 Oe et 4 Oe). Ce qui signifie que l'ancrage de parois magnétiques par les défauts des couches est presque équivalent à celui originaire de la vicinalité des substrats.

Alors que les champs coercitifs des trois échantillons : film témoin (STO (001)), vicinal 2° et vicinal 6° subissent une faible dispersion autour de 3 Oe, H_C augmente considérablement jusqu'à atteindre 11,3 Oe dans le vicinal 10° . On justifie cette forte augmentation par l'apparition dans le film mince d'un nombre élevé de pièges dans la structure qui sont la conséquence de la discontinuité au niveau de la surface du substrat STO qui se transmet à la couche LSMO. Cette discontinuité fait apparaître des pièges rectilignes réguliers qui tendent à ancrer les parois de domaines du film lors de la phase de propagation. Le champ coercitif du vicinal 10° est égale à la plus grande valeur de champ d'accrochage de parois qui existe dans le micropont.

Dans les films vicinaux d'angles 2° et 6° , la propagation de la paroi de domaine rencontre des pièges dans la structure issus des marches des vicinaux dont l'effet est moins important que celui observé dans le vicinal 10° .

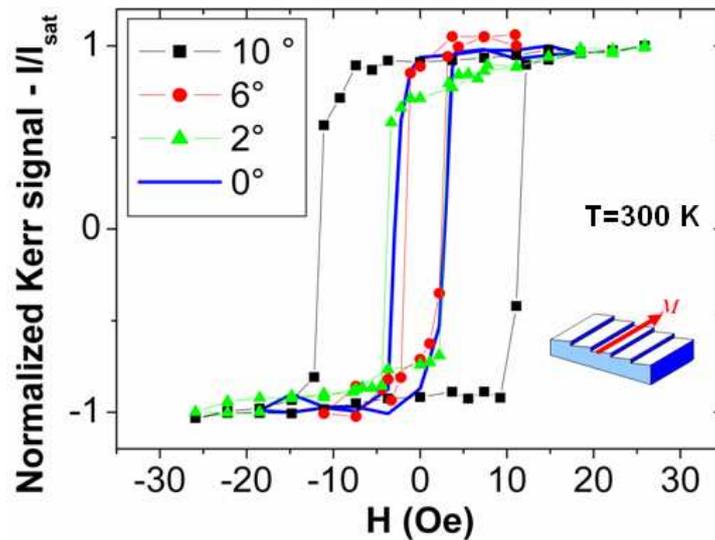


Figure 3.51 : Cycles d'hystérésis transversaux extraits des images Kerr de ponts LSMO gravé de dimension $L \times W = 500 \mu\text{m} * 50 \mu\text{m}$ et d'épaisseur 40 nm déposés sur un substrat plat (0°) et de trois substrats vicinaux (2° , 4° et 10°) avec le champ magnétique appliqué parallèlement aux marches dans les vicinaux.

Dans la figure 3.52, nous représentons les cycles d'hystérésis mesurés en le long du petit axe des quatre films LSMO : sur substrat STO (001), et substrats vicinaux de 2° , 6° et 10° , lorsque le champ magnétique est appliqué perpendiculairement aux marches. Malgré le fait que le cycle d'hystérésis du film vicinal 2° soit de forme carrée similaire à celui du film témoin (STO (001)) avec des valeurs de champ coercitif équivalentes (~ 2 Oe), le mode de retournement est fondamentalement différent puisque le retournement se fait par rotation uniforme. L'hystérésis du vicinal 6° montre l'apparition progressive d'un axe de difficile aimantation qui se confirme dans le vicinal 10° . La lecture globale des quatre cycles d'hystérésis permet d'identifier la relation qui lie le changement du comportement magnétique de la couche mince LSMO à la surface du substrat. Le renforcement du caractère anisotropique uniaxial a été déjà constaté sur le Fer déposé le substrat vicinal Ag par Kawakami et al. [KAW96].

Les quatre cycles d'hystérésis (mesurés sur LSMO déposé sur STO(001), vicinal 2° , vicinal 6° et , vicinal 10°) montrent que le caractère uniaxial de l'anisotropie magnétique dans le LSMO est directement lié à la densité de marches en surface du substrat. La longueur des terrasses est de 30 nm pour le vicinal 10° , 50 nm pour le vicinal 6° et 80 nm pour le substrat STO (001). En introduisant les marches, on brise la symétrie dans le substrat en créant une discontinuité des atomes au niveau des bords de marches vicinales [CHU94], et par conséquent on favorise une anisotropie uniaxiale dans la direction des marches.

En considérant les cycles d'hystérésis de la direction perpendiculaire aux marches du substrat vicinal parfaitement fermés, la constante d'anisotropie uniaxiale calculée du vicinal 10° ($K_u = 378 \text{ J/m}^3$) est 7 fois plus importante que celle du vicinal 6° ($K_u = 50,6 \text{ J/m}^3$).

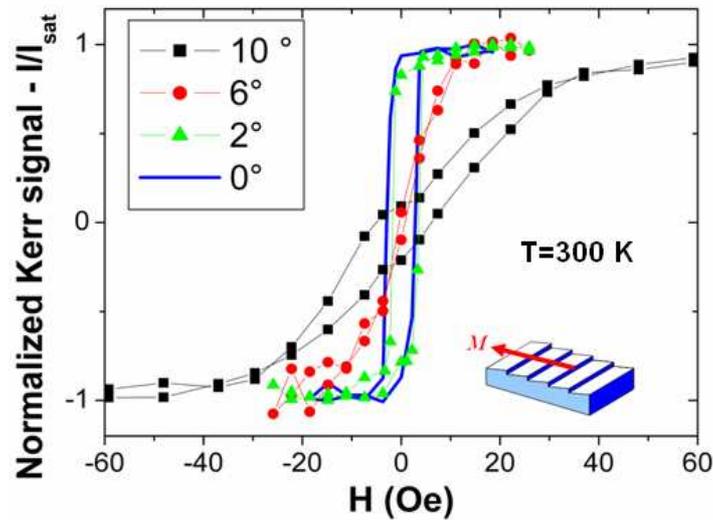


Figure 3.52 : Cycles d'hystérésis transversaux extraits des images Kerr de ponts LSMO gravés de dimensions $L \times W = 500 \mu\text{m} * 50 \mu\text{m}$ et d'épaisseur 40 nm déposés sur un substrat plat (0°) et deux autres vicinaux (2° et 10°) avec champ magnétique appliqué perpendiculairement aux marches dans les vicinaux.

Dans la figure 3.53, nous représentons la courbe du champ coercitif en fonction de l'angle de vicinalité du substrat. Les valeurs expérimentales de H_C présentent une dépendance quadratique en fonction de l'angle de vicinalité ($H_C = a_2 \cdot \theta_{vic}^2 + H_{C0}$, a_2 est une constante qui vaut 0,093 dans le cas de nos échantillons) comme prédit par le modèle de Néel [KAW96]. Le champ coercitif H_{C0} du modèle de Néel vaut 1,54 Oe au lieu de la valeur 2 Oe mesurée. L'écart entre 1,54 Oe et 2 Oe vient du fait que le substrat STO (001) n'a pas une surface parfaitement plate puisque nous avons mesuré des terrasses dans ce substrat de 80 nm.

Le même modèle a été appliqué sur un ensemble d'échantillons de Fe déposés sur les vicinaux W(100) par Hector et *al.* [HEC01]. Hector et *al.* [HEC01] ont noté qu'au-delà de l'angle de vicinalité de 12° , le modèle ne s'applique plus à cause de la chute de la valeur de H_C vers celle du film non vicinal.

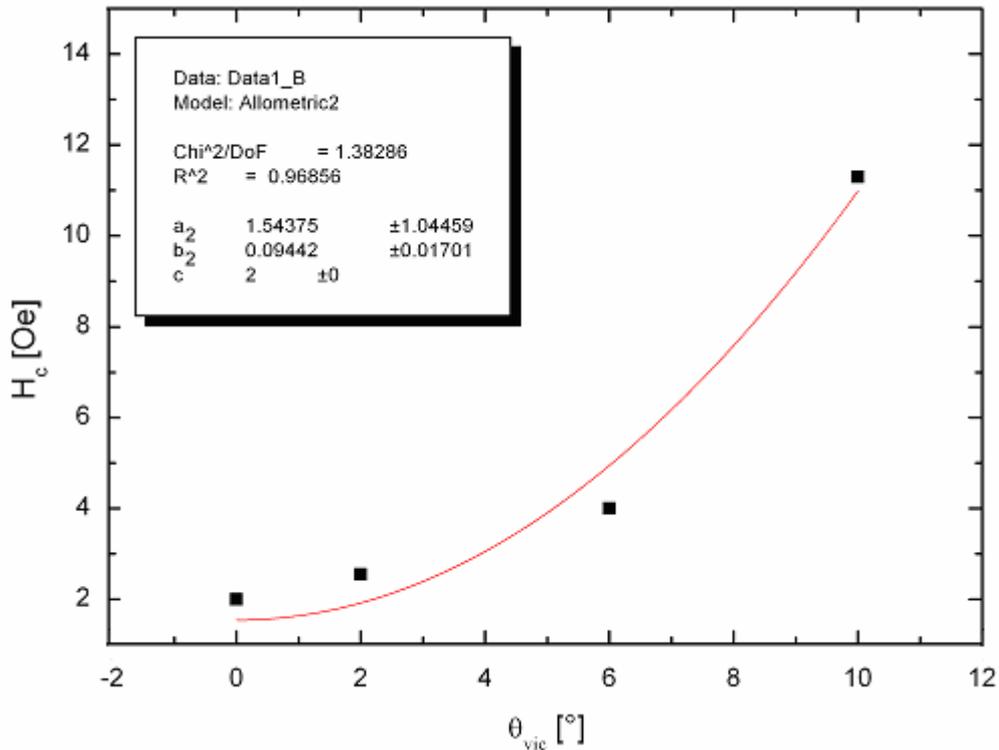


Figure 3.53 : Représentation de la courbe du champ coercitif (H_C) en fonction de l'angle θ_{vic} de vicinalité. Les mesures expérimentales montrent une dépendance en θ_{vic}^2 ($H_C = a_2 \cdot \theta_{vic}^2 + H_{C0}$, a_2 est une constante qui vaut 0,093 dans le cas de nos échantillons et $H_{C0}=1,54$ Oe) comme prédit par le modèle de Néel [KAW96]. La valeur de H_{C0} représente le champ coercitif du film non vicinal.

5 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié les propriétés magnétiques locales (retournement d'aimantation et cycles d'hystérésis) des couches minces LSMO à température ambiante. Différents comportements magnétiques ont été observés dans nos échantillons suivant le type de substrat.

Dans le cas du substrat LSAT, le retournement des domaines magnétiques dans le plan imagé par la technique Kerr MO se fait d'une manière uniforme. Les cycles d'hystérésis pour différentes directions dans le plan de surface ont révélé que ce dernier a un plan de facile aimantation. Une composante magnétique polaire a été détectée par l'imagerie MFM probablement liée à l'état de contrainte de la structure du film mince qui est en compression dans le plan.

Le LSMO déposé sur les substrats STO (001) a exhibé plusieurs comportements magnétiques suivant la taille des motifs ou le nombre de défauts. Nous avons constaté que le retournement se fait principalement par nucléation puis propagation dans les motifs rectangulaires d'une couche d'épaisseur 100 nm. L'anisotropie de forme a été mise en

évidence lors de la représentation de la variation du champ coercitif en fonction $1/W$ des rectangles gravés. Dans l'échantillon d'épaisseur 200 nm, les craquellements observés à 45° par rapport aux axes cristallins sont obtenus par microscope optique en lumière polarisée. Chaque fissure joue le rôle d'un obstacle qui empêche la propagation de la paroi de domaine. Dans ce film, le retournement s'est effectué à chaque fois par nucléation suivie d'une propagation mais seulement locale (dans chacun des domaines définis par les craquellements).

Dans le cas des substrats STO vicinaux, les propriétés magnétiques locales se trouvent complètement bouleversées. En effet, l'anisotropie biaxiale typique de cette famille d'échantillons est rompue et remplacée par une anisotropie uniaxiale parallèle aux marches du substrat. Le retournement reste régi par la nucléation et la propagation des domaines, mais une sensible augmentation de la valeur de champ coercitif est enregistrée pour un angle de vicinalité de 10° . Les mesures expérimentales ont montrés une dépendance quadratique entre la valeur du champ coercitif et l'angle de vicinalité du substrat. L'uniformisation des géométries des parois dans ce type de film et leurs orientations parallèles aux marches du substrat vicinal sont le résultat des pièges venant des discontinuités en surface du substrat vicinal. Les substrats vicinaux créent alors une anisotropie magnétique uniaxiale. Ce caractère d'anisotropie uniaxiale est moins présent dans les hystérésis des vicinaux 2° et 6° . Toutefois, le retournement d'aimantation est toujours produit d'une manière uniforme dans l'axe perpendiculaire aux marches.

Conclusion générale

Mon travail de thèse s'est inscrit dans le cadre du développement de capteurs magnétiques à base de couches minces d'oxydes ferromagnétiques de type manganite $\text{La}_{2/3}\text{Sr}_{1/3}\text{MnO}_3$ (LSMO). Ce matériau est caractérisé par une transition métal-isolant, une transition ferromagnétique au-dessus de la température ambiante, une forte polarisation en spin et une anisotropie magnétique. L'une des pistes suivies pour la réalisation de capteurs magnétiques repose sur la possibilité de contrôler l'anisotropie magnétique au sein de motifs gravés dans des couches minces de LSMO.

C'est pourquoi nous nous sommes attachés à mieux comprendre les phénomènes magnétiques de retournement de l'aimantation au sein de ces couches minces en fonction de la géométrie des motifs gravés et en fonction du substrat utilisé. Celui-ci induit des contraintes dans le film qui influent sur l'anisotropie magnétique.

Pour mener à bien cette étude, nous avons conçu un dispositif d'imagerie magnéto-optique (MO) Kerr original, adapté à l'analyse vectorielle de l'aimantation locale d'échantillons ferromagnétiques à température ambiante. Une analyse approfondie, à l'aide du formalisme de Jones, de l'information magnétique apportée par ce banc de mesure optique a été conduite. Le banc d'imagerie réalisé est simple d'utilisation et d'un coût de réalisation mesuré.

Ce banc de mesure a été utilisé pour l'étude des propriétés magnétiques de plusieurs films minces LSMO déposés sur différents substrats :

- le substrat $(\text{LaAlO}_3)_{0.3}(\text{Sr}_2\text{AlTaO}_6)_{0.7}$, qui impose une compression uniaxiale sur la couche mince $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$. Ceci conduit à la création d'une composante polaire (hors du plan du film) de l'aimantation malgré l'existence d'un plan de facile d'aimantation. Le retournement des domaines magnétiques suit le modèle cohérent de Stoner-Wohlfarth.
- le substrat SrTiO_3 (STO). Dans ce cas, le retournement procède par nucléation puis propagation de parois de domaines magnétiques. Des défauts de type « cracks », qui apparaissent dans les films épais, constituent des lieux privilégiés de nucléation de domaines magnétiques. De même, des trous, gravés dans certains motifs, peuvent également agir comme lieu privilégié de nucléation puis de piégeage de paroi de domaines. Cela se traduit par un processus de retournement fixé le trou. Dans ce

dernier cas, nous avons également montré que le facteur de forme (rapport largeur sur longueur) modifie la valeur du champ coercitif.

- des substrats vicinaux (STO) avec différents angles de vicinalité. Pour un angle vicinal de 10° , l'anisotropie biaxiale typique des LSMO à la température ambiante est rompue et substituée par une anisotropie uniaxiale parallèle aux marches vicinales. Le retournement de domaines magnétiques est de type cohérent (monodomaine), dans le cas où le champ magnétique est appliqué perpendiculairement aux marches, ou de type nucléation puis propagation de parois quand le champ magnétique est appliqué parallèlement aux marches. Dans cette dernière configuration, les domaines magnétiques adoptent une forme géométrique rectangulaire. Cette géométrie rectiligne est imposée par les discontinuités des bords des marches du substrat via les pièges qu'elles génèrent dans la structure du LSMO. L'anisotropie magnétique uniaxiale se manifeste également dans les cycles d'hystérésis. Suivant l'angle de vicinalité, plusieurs comportements ont été observés. Dans la direction perpendiculaire aux marches vicinales, les cycles d'hystérésis des films d'angle 6° et 10° montrent un renforcement de l'axe difficile. Le champ coercitif relevé sur les cycles d'hystérésis de la direction parallèle aux marches croît comme le carré de l'angle vicinal. Pour un substrat d'angle vicinal 2° , bien que les cycles d'hystérésis dans les deux directions (parallèle et perpendiculaire aux marches) soient identiques, le retournement d'aimantation est de type monodomaine si H est perpendiculaire et plutôt de type nucléation suivi d'une propagation quand H est parallèle aux marches du substrat vicinal.

Perspectives

Au niveau expérimental, la configuration actuelle du banc d'imagerie permet l'insertion d'un cryostat. Ceci permettra des études en température du processus de retournement.

Il serait intéressant de poursuivre l'étude des couches minces déposées sur substrats vicinaux et étudier le processus de retournement pour des directions du champ magnétique appliqué qui ne se limitent pas simplement à une direction parallèle ou normale aux marches du substrat mais aussi analyser l'influence du facteur de forme sur le retournement magnétique, différentes orientations d'application du champ magnétique.

L'étude présentée dans ce manuscrit thèse devrait en outre être étendue au substrat Silicium. Celui-ci offre des possibilités très intéressantes en terme de gravure

tridimensionnelle, à même de créer des contraintes locales différentes de celles induites par le substrat.

Enfin, il sera nécessaire de mesurer le bruit électronique des futurs dispositifs et capteurs réalisés, en particulier dans les phases de retournement magnétique, afin de vérifier que ce processus ne génère pas de bruit excédentaire incompatible avec des perspectives d'application dans le domaine des capteurs.

Bibliographie

- [ABE05] L. Abelman, <http://lab-neel.grenoble.cnrs.fr/euronanomag/2005-constant/abs/abelmann-abs.pdf>.
- [AHA58] A. Aharoni and Shtrikman, *Phys. Rev.*, 109, 1522 (1958).
- [AHA66] A. Aharoni, *Phys. Stat. Sol.*, 16, 3 (1966).
- [AHA95] A. Aharoni, 'Introduction to the theory of ferromagnetism', Oxford University press (1995).
- [AND55] P.W. Anderson, H. Hasegawa, *Phys. Rev.* 100, 675 (1955).
- [ALL90] R. Allenspach, M. Stampanoni, and A. Bischof, *Phys. Rev. Lett.* 65, 3344 (1990).
- [ALL03] D. A. Allwood, G. Xiong, M. D. Cooke and R. P. Cowburn, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 36, 2175 (2003).
- [ARG90] Argyle, B. E., 1990, A magneto-optic microscope system for magnetic domain studies, in *Proc. Electr. Chem. Soc. Symposium on Magnetic Materials and Devices*, Vol 90-8 (L.T. Romankiw and D. A. Herman Eds.), pp 85-95
- [BAR03] F. L. Barkov, L. Y. Vinnikov, N. A. Tulina, S. A. Zver'kov, A. Arsenov, Y. M. Mukovskii and D. A. Shulyatev, *Europhys. Lett.*, 61 (2), 242(2003).
- [BEL04] M. Belmeguenai, These de doctorat de l'université PARIS XI (ORSAY) (2004).
- [BEN99] S.J. Bending. *Advances in Physics*, 48, 449, 1999.
- [BER00] L. M. Berndt, V. Balbarin, and Y. Suzuki, *Appl. Phys. Lett.* 77, 2903 (2000).
- [BER92] A. Berger, U. Linke, and H. P. Oepen, *Phys. Rev. Lett.* 68, 839 (1992).
- [BET92] Betzig, E., Trautman, J. K., Wolfe, R., Gyorgy, E. M., Finn, P. L., Kryder, M. H., and Chang, C. H., 1992, Near-field magneto-optics and high density data storage, *Appl. Phys. Lett.* 61(2), 142-144
- [BON01] M. BONFIM, Thèse doctorat de l'université Joseph Fourier (2001).
- [BOV00] U. Bovensiepen, H. J. Choi, and Z. Q. Qiu, *Phys. Rev. B* 61, 3235 (2000).
- [BOW02] M. Bowen, M. Bibes, A. Barthelemy, J. P. Contour, A. Anane, Y. Lemaitre et A. Fert, *Appl. Phys. Lett.*, 82, 233 (2002).
- [BOW03] M. Bowen, M. Bibes, M. Barthélémy, J.P. Contour, A. Anane, Y. Lemaitre, A. Fert, *Appl. Phys. Lett.* 82, 233 (2003).
- [BLO96] D. Bloyet, C. Gunther, *Techniques de l'Ingénieur*, R928 parution 07/1996.
- [BRO57] W. F. Brown, *Phys. Rev.*, 105, 1479 (1957).
- [BRO62] W.F. Brown, North-Holland, 1962.
- [BRO63] W. F. Brown, *Phys. Rev.* 130(5), 1677(1963).
- J. Bekaert, D. Buntinx, C. Van Haesendonck, V. V. Moshchalkov, J. De

- [BEK02] Boeck, G. Borghs and V. Metlushko, *Appl. Phys. Lett.*, 81, 3413 (2002).
- [BRO03] A. J. Brook, S. J. Bending, J. Pinto, A. Oral, D. Ritchie, H. Beere, M. Henini and A. Springthorpe, *Appl. Phys. Lett.*, 82, 3538 (2003).
- [CAS04] W. Casey and J. Shi, *Appl. Phys. Lett.* 84, 759 (2004).
- [CEL99] R. J. Celotta, J. Unguris, M. H. Kelley, and D. T. Pierce, *Methods in Materials Research: A Current Protocols Publication* (1999).
- [CHA92 a] A. M. Chang, H. D. Hallen, L. Harriott, H. F. Hess, H. L. Kao, J. Kwo, R. E. Miller, R. Wolfe, J. van des Ziel and T. Y. Chang, *Appl. Phys. Lett.* 61 (16), 1974 (1992).
- [CHA92 b] A. M. Chang, H. D. Hallen, H. F. Hess, H. L. Kao, J. Kwo, A. Sudbo and T. Y. Chang, *Europhys. Lett.* 20 (7), 645 (1992).
- [CHA84] J. N. Chapman, 1984, The investigation of magnetic domain structures in thin film foils by electron microscopy, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 17:623-47.
- [CHA03] J. Chapman, *Conférence Magnétisme à Cargèse* (2003).
- [CHA88] C. Chappert and P. Bruno, *J. Appl. Phys.* 64, 5736 (1988).
- [CHU94] D. S. Chuang, C. A. Ballentine, and R. C. O'Handley, *Phys. Rev. B* 49, 15084 (1994).
- [CHE92] J. Chen and J. L. Erskine, *Phys. Rev. Lett.*, 68, 1212 (1992).
- [COE99] J. M. D. Coey, M. Viret, S. von Molnar, *adv. Ph.* 48 (1999).
- [COF67] H. T. Coffey, *Cryogenics* 7, 73 (1967).
- [CUL72] B. D. Cullity, *Introduction to Magnetic Materials* ~Addison-Wesley, Reading, MA, (1972).
- [DAG01] E. Dagotto, T. Hotta, A. Moreo, *Phys. Rep.* 344, 1 (2001).
- [DAN03] L. DANIEL, Thèse de doctorat de l'école normale supérieure de CACHAN (2003).
- [DAV92] J. D. Davis and M. A. Waring, *appl. Optics*, 31 (29), 6183 (1992).
- [DES01] R. Desfeux, S. Baileul, A. Da Costa, W. Prellier, and A. M. Haghiri- Gosnet, *Appl. Phys. Lett.* 78, 3681 (2001).
- [DHO03] J. Dho, Y. N. Kim, Y. S. Hwang, J. C. Kim, and N. H. Hur, *Appl. Phys. Lett.* 82, 1434 (2003).
- [DIN00] H.F. Ding, S. Pütter, H.P. Oepen, J. Kirschner, *J. Mag. Mag. Mat.*, 212, L5 (2000).
- [DIN01] H.F. Ding, S. Pütter, H.P. Oepen, J. Kirschner, *Phys. Rev. B*, 63, 134425 (2001).
- [EPG] « <http://physics.nist.gov/Divisions/Div841/Gp3/Pubs/pdf/epg698.pdf> »
- [ERS73] J. L. Erskine, and E. A. Stern. *Phys. Rev. Lett.*, 30 (26), 1329 (1973).
- [ERS75] J.L.Erskine, E.A.Stern, *Phys. Rev.B.* 12, 5016 (1975).

- [FAD92] McFadyen, I. R. and Chapman, J. N. 1992, Electron microscopy of magnetic materials, *Electron Microscopy Society of America Bulletin* 22:64-75.
- [FAV03] E. FAVRE-NICOLIN, Thèse de doctorat de l'université de Grenoble 1-JOSEPH FOURIER (2003).
- [FAV04] E. Favre-Nicolin, L. Ranno, J. M. M. M. 272, 1814 (2004).
- [FLA01] S. Flament, Warsito, C. Cordier, L. Méchin, D. Bloyet, IEEE Trans. on Appl. Superconductivity, 11 (1), 3174 (2001).
- [FLA03] S. Flament, Habilitation à diriger les recherches à l'université de Caen (2003).
- [FRE57] E.H. Frei, S. Shtrikman and D. Treves, Phys. Rev., 106, 446 (1957).
- [FEL] C. Félix, « <http://sph.epfl.ch/cours/solideII.html> ».
- [FUM95] P. Fumagalli, C. Spaeth, G. Güntherodt, R. Von Helmolt et J. Wecker, IEEE Trans. Magn. 31 (6), 3277 (1995).
- [GAO07] J.-H. Gao, D.-L. Sun, Q.-F. Zhan, W. He and Z.-H. Cheng, Phys. Rev. B 75 064421 (2007).
- [GAM00] P. Gambardella, M. Blanc, L. Bürgi, K. Kuhnke, and K. Kern, Surf. Sci. 449, 93 (2000).
- [GAM03] P. Gambardella, S. Rusponi, M. Veronese, S. S. Dhesi, C. Grazioli, A. Dallmeyer, I. Cabria, R. Zeller, P. H. Dederichs, K. Kern, C. Carbone, et H. Brune. Giant magnetic anisotropy of single cobalt atoms and nanoparticles. Science, 300 :1130, 2003.
- [GAO03] K.-Z. Gao, E. D. Boerner, H. N. Bertram, J. appl. phys. 93 (10), 6549 (2003).
- [GEN60] P. G. Gennest, Phys. Rev. 118 (1), 141 (1960).
- [GOA03] P. E. Goa, H. Hauglin, A.F.Olsen, M. Baziljevich and T. H. Johansen, Rev. Sci. Instr. 74, 141 (2003).
- [GOL58] V. Goldschmidt, Geochemistry (Oxford University Press) (1958).
- [GOO55] J. B. Goodenough, Phys. Rev. 100 (2), 564 (1955).
- [GOT77] Goto, K. and Sakurai, T., 1977, A colloid-SEM method for the study of fine magnetic domain structures, Appl. Phys. Lett. 30 (7), 355(1977).
- [GRI92a] I. V. Grigorieva, K. E. Bagnall, P. A. Midgley, K. Sasaki and J. W. Steeds, Physica C, 199, 73 (1992).
- [GRI92b] I. V. Grigorieva, L. A. Gurevich and Ya Vinnikov, Physica C 195, 327 (1992).
- [GRI94] V. Grigorieva, Supercond. Sci. Technol. 7, 161(1994).
- [GUR92] L. A. Gurevich, I. V. Grigorieva, N. N. Kolesnikov, M. P. Kulakov, V. A. Larkin and L. Ya Vinnokov, Physica C 195 (1992), 323-326.
- [GUP96] A. Gupta, G. Q. Gong, G. Xiao, P. R. Duncombe, P. Lecoeur, P. Trouilloud, Y. Y. Wang and V. P. Dravid and J. Z. Sun, Phys. Rev. B, 54 (22), R15 629 (1996).
- [GRE02] J.F. Gregg, J. Phys. D : Appl. Phys. 18, R121 (2002).

- [HAS89] S. Hasegawa, T. Kawasaki, J. Endo, A. Tonomura, Y. Honda, M. Futamoto, K. Yoshida, F. Kugiya and M. Koizumi, *J. Appl. Phys.* 65(5), 2000(1989).
- [HAG03] A-M Haghiri-Gosnet and J-P Renard, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 36, 127 (2003).
- [HEL93] R. Von Helmholt, J. Wecker, B. Holzapfel, L. Schultz, et K. Samwer. *Phys. Rev. Lett.* 71, 2331 (1993).
- [HE91] P. He, W. A. MCGahan, S. Nafis, J. A. Woollan, Z. S. Shan, S. H. Liou, F. Sequeda, T. McDaniel, H. Do, *J. Appl. Phys.* 70, 6044 (1991).
- [HE94] Y. L. He, and G. C. Wang, *J. Appl. Phys.*, 76, 6446 (1994).
- [HEY95] Heyderman, L. J., Chapman, J. N., Gibbs, M. R. J. and Shearwood, C. 1995, Amorphous melt spun ribbons and sputtered thin films - investigation of the magnetic domain structures by TEM, *J. Mag. Mag. Matrls.* 148:433-445.
- [HER76] C. P. Herring, *J. Phys. F : Metal Phys.* 6 (1), 99 (1976).
- [HIP98] HiPic (High Performance Image Control System) User Manual, Version 5.02, Hamamatsu (1998).
- [HMM96] Hamamatsu CCD camera, C4880-8x, Instruction manual (1996).
- [HUA93] S. Huard , *Polarisation de la lumière*, Editions Masson(1993)
- [HUB99] A. Hubert, *Magnetic Domains*, R. Schäfer Ed. Springer.
- [HUN67] R. P. Hunt, *J. Appl. Phys.*, 38(4), 1652 (1967).
- [HWA95] H. Y. Hwang, S. W. Cheong, P. G. Radaelli, M. Marezio, and B. Batlogg, *Phys. Rev. Lett.*, 75 (5), 914 (1995).
- [JAH37] A.H. Jahn et E. Teller, *Proc. R. Soc. London Ser. A* 161, 220 (1937).
- [JIA94] Q. Jiang, H. N. Yang, and G. C. Wang, *Phys. Rev. B*52, 14911 (1995).
- [JON50] G. Jonker, J. Van Santen, *J. Physica*, 16, 337 (1950).
- [JOR97] M. Jorgensen, K. Bechgaard, K. N. Clausen, R. Feidenhans'l and I. Johansen, Annual progress report of thr department of solid state physics, RISO National laboratory, Demmark, January, 40 (1997).
- [KAHO5] S. Kahl and A. M. Grishin, *J. Appl. Phys.* 98, 033501 (2005)
- [KAN00] S. J. Kang, J. Lee, Y. D. Chung, K. Y. Lim, Y. S. Lee, S. Y. Kwon, G. S. Chang and C. N. Whang, *J. Kor. Phys. Soc.*, 37(4), (2000).
- [KAW96] R. K. Kawakami, E. J. Escorcia-Aparicio, and Z. Q. Qiu, *Phys. Rev. Lett.* 77, 2570 (1996).
- [KIM05] J.-H. Kim, Thèse de doctorat de la Royal Institute of Technology (KTH, Kungliga Tekniska Högskolan) Kista-Stockholm SWEDEN (2005).
- [KIR95] J. R. Kirtley, M. B. Ketchen, K. G. Stawiasz, J. Z. Sun, W. J. Gallagher, S. H. Blanton and S. J. Wind, *appl. Phys. Lett.* 66 (9), 1138 (1995).
- J.R. Kirtley, C.C.Tsuei, M. Rupp, J.S. Sun, L.S. Yu-Jahnes, A. Gupta, M.B. Ketchen, K.A. Moler, and M. Bhushan. *Phys. Rev. Lett.*, 76:1336, 1996.
- [KIR96] Kirtley, K.A. Moler, and M. Bhushan. *Phys. Rev. Lett.*, 76:1336, 1996.
- [KIT49] C. Kittel, *Rev. Modern Phys.* 21, 4 (1949).

- [KIT96] Kitakami, O., Sakurai T., and Shimada, Y., 1996, High density recorded patterns observed by high-resolution Bitter scanning electron microscope method, *J. Appl. Phys.* 79 (8), 6074-6076
- [KOB95] M. R. Koblischka and R. J. Wijngaarden, *supercond. Sci. Technol.* 8, 199 (1995).
- [KON04] M. Konoto, T. Kohashi, K. Koike, T. Arima, Y. Kaneko, Y. Tomioka et Y. Tokura, *Appl. Phys. Lett.*, 84 (13), 2361 (2004).
- [KOU04] M. Koubaa, A.M. Haghiri-Gosnet, J.P. Renard, M. Veis, V. Kolinsky, S. Visnovsky, Ph. Lecoeur, W. Prellier, B. Mercey, *J. M. M. M.* 272, 1812 (2004).
- [KOU05] M. Koubaa, Thèse de doctorat de l'université de PARIS XI (2005).
- [KWO97] C. Kwon, M.C. Robson, K.C. Kim, J.Y. Gu, S.E. Lo and, S.M. Barghat, Z. Trajanovic, M. Rajeswari, T. Venkatesan, A.R. Kratz, R.D. Gomez, et R. Ramesh, *J. M. M. M.* 172, 229 (1997).
- [KLI90] Kliger, Lewis, Randall, *Polarized Light in Optics and Spectroscopy*, Academic Press, 1990
- [LAA86] G. Van der Laan et coll, *Phys. Rev. Lett.*B 34, 6529 (1986).
- [LAC99] E. du Trémolet de lacheisserie et coll "Magnétisme " TOM 1, Presses Universitaires de Grenoble, 1999.
- [LAE72] P. Laeng and L. Rinderer. *Cryogenics*, 315 (1972).
- [LEC97] P. Lecoeur, P. L. Trouilloud, G. Xiao, A. Gupta, G. Q. Gong, and X. W. Li, *J. Appl. Phys.* 82, 3934 (1997).
- [LEE04] Y. P. Lee, S. Y. Park, V. G. Prokhorov, V. A. Komashko and V. I. Svetchnikov, *Appl. Phys. Lett.*, 84, 777 (2004).
- [LEE01] J.- W. Lee, S.- K. Kim, J.- R. Jeong, J. Kim, and S. C. Shin, *IEEE Trans. Magn.*, 37, 4 (2001).
- [LEE02] J.- W. Lee, J. Kim, S.- K. Kim, J.- R. Jeong, , and S. C. Shin, *Phys. Rev. B*, 65, 144437 (2002).
- [LEE00] J.-W. Lee, J.-R. Jeong, D.-H. Kim, J. S. Ahn, J. Kim, and S.-C. Shin, *Rev. Sci. Instrum.*, 71 (10), 3801(2000).
- [LEC97] P. Lecoeur, P.L. Trouilloud, G. Xiao, A. Gupta, G.Q. Gong, X.W. Li, *J. Appl. Phys.* 82 (8), 3934 (1997)
- [LIN91] C.-J. Lin, G. L. Gorman, C. H. Lee, R. F. C. Farrow, E. E. Marinero, H. V. Do, H. Notarys, and C. J. Chien, *J. Magn. Mater.* 93, 194(1991)
- [LU97] Q. Lu, C.-C. Chen, and A. de Lozanne, *Science* 276, 2006 (1997).
- [Ma06] C. Ma, Z. Yang and S. Picozzi, *J. Phys.: Condens. Matter* 18, 7717 (2006).

- [MAN96] Mankos, M., Cowley, J. M., and Scheinfein, M. 1996, Quantitative micromagnetics at high spatial resolution using far-out-of-focus STEM electron holography, *Phys. Stat. Sol. (a)* 154:469-504.
- [MAR87] Y. Martin, C. C. Williams and H. K. Wickramasinghe, *J. Appl. Phys.* 61(10), 4723(1987).
- [MAR88] Y. Martin, D. Rugar et H. K. Wickramasinghe, *Appl. Phys. Lett.* 52 (3), 244(1988).
- [MAS89] T. Matsuda, S. Hasegawa, M. Igarashi, T. Kobayashi, N. Naito, H. Kajiyama, J. Endo, N. Osakabe, A. Tonomura and R. Aoki, *Phys. Rev. Lett.* 62 (21), 2514 (1989).
- [MAT05] M. Mathews, F. M. Postma, J. Cock Lodder, R. Jansen, *Appl. Phys. Lett.* 87, 242507 (2005).
- [MAU02] J.-L. Maurice, F. Pailloux, A. Barthélémy, A. Rocher, O. Durant, R. Lyonnet, J.-P. Contour, *Appl. Surf. Sci.* 188, 176 (2002).
- [MEC05] L. Méchin, S. Flament, A. Perry, D. Almond, R. Chakalov, *Modulated Optical Reflectance measurements on $La_{1/3}Sr_{2/3}MnO_3$ thin films*, *J. Appl. Phys.* 98, 103902 (2005)
- [MEC07] L. Méchin, Ch. Simon, R. A. Chakalov, à paraître dans *Int. J. Nanotechnol.* 2007
- [MIO06] A. Miouat, Mémoire de Magistère à l'université de batna (2006).
- [MOO89] E. R. Moog, C. Liu, S. D. Bader, and J. Zak, *Phys. Rev. B*, 39(10), (1989)
- [NEE44] L. Néel, *Cah. Phys.* 25, 1 (1944).
- [NEE54] L. Néel, *J. Phys. Rad.* 15, 225 (1954).
- [NEG02] B. Negulescu, L. Thomas, Y. Dumont, M. Tessier, N. Keller, M. Guyot, J. M. M. M. 242, 529 (2002).
- [OEP91] H. P. Oepen and J. Kirschner, *Scanning Microsc.* 5, 1-16 (1991).
- [OEP93] H. P. Oepen, C. M. Schneider, D. S. Chuang, C. A. Ballentine, and R. C. O'Handley, *J. Appl. Phys.* 73, 6186 (1993).
- [OEP99] H. P. Oepen, J. Kirschner, *Current Opinion in Solid State Science*, 4, 217(1999).
- [OKU98] T. Okuda, A. Asamitsu, Y. Tomioka, T. Kimura, Y. Taguchi, et Y. Tokura, *Phys. Rev. Lett.* 81(15), 3203(1998).
- [ORA02] A. Oral, M. Kaval, M. Dede, H. Masuda, A. Okamoto, I. Shibasaki and A. Sandhu, *IEEE Trans. Magn.* 38 (5), 2438 (2002).
- [ORA96] A. Oral, S. J. Bending and M. Henini, *Appl. Phys. Lett.* 69 (9), 1324 (1996).
- [ORL91] T. P. Orlando, K. A. Delin, Addison Wesley, 1991.
- [PAR98] J.H. Park, E. Vescovo, H.J. Kim, C. Kwon, R. Ramesh, T. Venkatesan, *Nature* 392, 794 (1998).

- [PER84] J. P. Perez, *Optique* 5ème edition, Masson, Paris, 1984.
- [PET90] Petek, B., Trouilloud, P. L., and Argyle, B., 1990, Time-resolved domain dynamics in thin-film heads, *IEEE Trans. Magn.* 26(5) 1328-1330
- [PET97] A. V. Petukhov, I. L. Lyubchanskii, Th. Rasing, *Phys. Rev. B*, 56, 5(1997).
- [PEN02] C. Penfold, R. T. Collins, A. P. B. Tufaile, and Y. Souche, *J. M. M. M.*, 242, 964 (2002).
- [PIC96] W. E. Pickett, and D. J. Singh, *Phys. Rev. B.*, 53 (3), 1146 (1996).
- [PRE01] W. Prellier, Ph. Lecoeur, and B. Mercey, *J. Phys.: Condens. Matter*, 13, R915 (2001).
- [PRI98] G.A. Prinz, *Science* 282, 1660 (1998).
- [PRO05] A. Pross, A. I. Crisan, S. J. Bending, V. Mosser and M. Konczykowski, *J. Appl. Phys.* 97, 096105(2005).
- [RAM97] A. P. Ramirez, *J. Phys. C9*, 8171 (1997).
- [RAN02] L. Ranno, A. Liobet, R. Tiron, E. Favre-Nicolin, *Appl. Surf. Sci.* 188, 170 (2002).
- [RIC99] H. J. Richter, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 32, 147 (1999).
- [RIC02] M Rickart, S O Demokritov and B Hillebrands, *J. Phys.: Condens. Matter* 14 (2002) 8947–8953
- [ROS69] A. C. Rose-Innes and E. H. Rhoderick, Pergamon press, Oxford, 1969.
- [SAN01a] A. Sandhu, H. Masuda, A. Oral, S. J. Bending, A. Yamada and M. Konagai, *Ultramicroscopy*, 91, 97(2001).
- [SAN01b] Sandhu, H. Masuda, K. Kurosawa K, A. Oral and S.J. Bending, *Elec. Lett.*, 37 (22), 1335 (2001).
- [SAN04a] A. Sandhu, A. Okamoto, I. Shibasaki and A. Oral, *Microelectron. Eng.*, 73, 524(2004).
- [SAN04b] A. Sandhu, H. Masuda, H. Senoguchi and K. Togawa, *Nanotechnology*, 15, S410 (2004).
- [SAN04c] A. Sandhu, K. Kurosawa, M. Dede and A. Oral, *Japan. J. Appl. Phys.* 1 43, 777(2004).
- [SAR91] Sarid, D. 1991. *Scanning Force Microscopy*. Oxford University Press, New York, NY.
- [SCH85] Schmidt, F., Rave, W., and Hubert, A., 1985, Enhancement of magneto-optical domain observation by digital image processing, *IEEE Trans. Magn.* 21(5), 1596-1598
- [SCH90] M. R. Scheinfein, J. Unguris, M. H. Kelley, D. T. Pierce, and R. J. Celotta, *Rev.Sci.Instrum.* 61, 2501–2526 (1990).
- T. Schuster, M.R. Kobliskha, B. Ludescher, N. Moser and H. Kronmuller.

- [SCH91] Cryogenics, 31, 811 (1991).
- [SHT59] S. Shtrikman and D. Treves, J. Phys. Radium, 20, 286 (1959).
- [SHI02] S.C. Shin, J.W. Lee, S.K. Kim, and J. Kim, Appl. Phys. Lett., 81(1), 91 (2002).
- [SIL96] Silva, T.J. and Schultz, S., 1996, A scanning near-field optical microscope for the imaging of magnetic domains in reflection, *Rev. Sci. Instrum.* 67(3), 715-725
- [SOK67] C. Sokolov, optical properties metals, Elsevier 1967
- [SOU01] Y. Souche, A. P. B. Tufaile, C. E. Santi, V. Novosad and A. D. Santos, *Figure of merit for transverse magneto-optical Kerr effect*, J. Magn. Magn. Mater. 226-230, 1686 (2001)
- [SOU06] L.-M. Alvarez-Prado, J. Schoenmaker, A. D. Santos, T. Fournier, Y. Souche, Magneto-optical scanning near-field microscope, Volume 203, Issue 6, Pages 1425 – 1430, (2006)
- [SPE95] M. Speckmann, H. P. Oepen, and H. Ibach, Phys. Rev. Lett. 75, 2035 (1995).
- [STE99] K. Steenbeck and R. Hiergeist, Appl. Phys. Lett. 75, 1778 (1999).
- [STE02] K. Steenbeck, T. Habisreuther, C. Dubourdieu, and J. P. Sénateur, Appl. Phys. Lett. 80, 3361 (2002).
- [STO48] E. C. Stoner et E. P. Wohlfarth, Phil. Trans. Roy. Soc. A, 240, (1948) : Reprinted by IEEE Trans. Magn. 27 (4), 3475 (1991).
- [STR66] G. W. Stroke, D. Brumm, A. Funkhouser, A. Labeyrie and R. C. Restrick, Brit. J. Appl. Phys., 17 (1966).
- [SUN00] S. Sun, C. B. Murray, D. Weller, L. Folks, A. Moser, Science, 287, 17, 1989(2000).
- [SUG99] S. Sugano and N. Kojima, magneto optics, Springer, 137 (1999).
- [SUN99] J. Z. Sun, D.W. Abraham, R. A. Rao, and C. B. Eom, Appl. Phys. Lett. 74, 3017 (1999).
- [SUZ97] Y. Suzuki, H. Y. Hwang, S.-W. Cheong, and R. B. van Dover, Appl. Phys. Lett. 71, 140 (1997).
- [SUZ98] Y. Suzuki, H. Y. Hwang, S.-W. Cheong, T. Siegrist, R. B. van Dover, A. Asamitsu, Y. Tokura, J. Appl. Phys., 83, 7064 (1998).
- [TAB69] W. J. Tabor, F. S. Chen, J. Appl. Phys. 40, 2760 (1969).
- [TIN96] M. Tinkham, Mac Graw-Hill, 2nd edition, 1996.
- [TIW94] U. Tiwari, R. Ghosh, and P. Sen, Phys. Rev. B, 49 (3), 2159 (1994).
- [TOK96] Y. Tokura, Y. Tomioka, H. Kuwahara, A. Asamitsu, Y. Morimoto, M. Kasai, *J. Appl. Phys.* 79 (8), 5288 (1996).
- [TOK99] Y. Tokura, Y. Tomioka, J. Magn. Magn. Mater. 200, 1 (1999).
- [TON94] A. Tonomura, 1994, Electron Holography, Springer-Verlag, Berlin.
- [TON92] A. Tonomura, Adv.Phys. 41, 59–103 (1992).

- [TRO94] Trouilloud, P. L., Petek, B. Argyle, B. E., 1994, Methods for wide-field Kerr imaging of small magnetic devices, *IEEE Trans. Magn.* 30(6), 4494-4496
- [TSU00] F. Tsui, M. C. Smoak, K. T. Nath and C. B. Eom, *Appl. Phys. Lett.*, 76, 2421 (2000).
- [TUL98] D. A. Tulchinsky, M. H. Kelley, J. J. McClelland, R. Gupta, and R. J. Celotta, *J.Vac.Sci.Technol. A* 16, 1817-1819 (1998)
- [UNG85] J. Unguris, G. G. Hembree, R. J. Celotta, and D. T. Pierce, *J.Microsc.* 139, RP1-RP2 (1985).
- [VAV00] P. Vavassori, *Appl. Phys. Lett.*, 77 (11), 1605 (2000).
- [VEA02] C. Veauvy, Thèse de doctorat de l'université JOSEPH FOURIER (2002).
- [VEA04] C. Veauvy, K. Hasselbach et D. Mailly, *Phys. Rev. B* 70, 214513 (2004).
- [VER02] M. Verite, Thèse de doctorat de l'université de LIMOGES (2002).
- [VOL04] V.V. Volkov, Y. Zhu, *Ultramicroscopy* 98, 271(2004).
- [VIL06] A. VILLAUME, Thèse de doctorat de l'université Joseph Fourier-Grenoble 1 (2006).
- [WAN03] Z.-H. Wang, G. Cristiani, and H.-U. Habermeier, *Appl. Phys. Lett.*, 82, 3731 (2003).
- [WAN91] H. Wan and G. C. Hadjipanayis, *J. Appl. Phys.* 70, 6059 (1991).
- [WAR02] Warsito, Thèse de doctorat de l'université de Caen (2002).
- [WEB96] W. Weber, C. H. Back, A. Bishof, D. Pescia, and R. Allenspach, *Phys. Rev. Lett.* 76, 1940 (1996).
- [WEI04] N. Weiss, Thèse de doctorat de l'école polytechnique de Lausanne (2004).
- [WOL01] S.A. Wolf, D.D. Awschalom, R.A. Buhrman, J.M. Daughton, S.von Molnár, M.L. Roukes, A.Y. Chtchelkanova, D.M. Treger, *Science* 294, 1488 (2001).
- [WOL55] E. O. Wollan, W. C. Koehler, *Phys. Rev.* 100 (2), 545 (1955).
- [WU97] Y. Wu, Y. Matsushita, and Y. Suzuki, *Phys. Rev. B* 64, 220404 (2001).
- [WU99] Y. Wu, Y. Suzuki, U. Rüdiger, J. Yu, A. D. Kent, T. K. Nath, and C. B. Eom, *Appl. Phys. Lett.* 75, 2295 (1999).
- [WUL96] W. Wulfhekel, S. Knappmann, and H. P. Oepen, *J. Appl. Phys.* 79, 988 (1996).
- [YAN00] Yanina Fasano, M. Menghini, F. de la Cruz and G. Nieva, *Phys. Rev. B.* 62 (22) 1 december 2000, 15183-15189
- [YAN93] Z. J. Yang and M. R. Scheinfein. *J. Appl. Phys.* 74, 11 (1993).
- [YAM98] S. Yamaguchi, Y. Okimoto, K. Ishibashi, Y. Tokura, *Phys. Rev. B* 58, 6862 (1998).
- [YOU96] C. Y. You and S. C. Shin, *Appl. Phys. Lett.*, 69(9), (1996).
- [YOU98] C. Y. You and S. C. Shin, *J. Appl. Phys.*, 84(1), 541 (1998).
- [YOU04] C. Y. You, S. C. Shin, *Phys. Stat. Sol.* 241, 7 (2004).

- [ZAK90] J. Zak, E. R. Moog, C. Liu, and S. D. Bader, *J. Appl. Phys.* 68 (8), 4203 (1990).
- [ZEN51] C. Zener, *Phys. Rev.* 81, 440 (1951).
- [ZIE02] M. Ziese, H.C. Semmelhack and P. Busch, *J. M. M. M.*, 246, 327 (2002).
- [ZHA04] F.C. Zhang, W.Z. Gong, C. Cai, B. Xu, X.G. Qiu, R. Vanfleet, L. Chow, B.R. Zhao, *Solid State Commun.* 131, 271 (2004).
- [ZHA02] D. Zhao, F. Liu, D. L. Huber, and M. G. Lagally, *J. Appl. Phys.* 91, 5 (2002).

Résumé : Cette thèse concerne l'étude et la visualisation par imagerie magnéto-optique Kerr à la température ambiante du mode de retournement de l'aimantation au sein de couches minces ferromagnétiques de manganites de composition $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ (LSMO). Au cours du travail de thèse, un banc d'imagerie a été réalisé et une méthode d'imagerie vectorielle de l'aimantation a été proposée. Ce système d'imagerie a été utilisé pour étudier d'une part l'influence du substrat et des contraintes qu'il induit dans la couche mince et d'autre part l'influence de la forme des échantillons, sur le piégeage et le mode de retournement des domaines magnétiques présents dans la couche mince. Dans le cas du substrat LSAT ($(\text{LaAlO}_3)_{0.3}(\text{Sr}_2\text{AlTaO}_6)_{0.7}$), la compression induite dans la couche mince fait apparaître une composante d'aimantation hors du plan et un plan de facile aimantation sans direction privilégiée dans ce plan. Le retournement des domaines planaires est alors de type cohérent. Dans le cas du substrat STO (SrTiO_3), d'orientation (001), l'anisotropie magnétique est biaxiale et le retournement d'aimantation s'opère par nucléation puis propagation de domaines. Dans le cas de substrats vicinaux de STO, l'anisotropie magnétique devient uniaxiale et l'axe de facile aimantation est parallèle aux marches en surface de la couche. Le retournement de domaines se produit par nucléation et propagation dans le cas où le champ magnétique est appliqué parallèlement aux marches du substrat vicinal. Quand le champ magnétique est appliqué perpendiculairement aux marches du substrat vicinal, on assiste à un retournement cohérent des domaines magnétiques. Ces travaux constituent une première étape dans la compréhension et la maîtrise du comportement magnétique de dispositifs spintroniques.

Title : Magneto-optical imaging of the magnetization process in La (0.7)Sr(0.3)Mno(3) thin films

Abstract : This PhD thesis deals with the study and the visualization at room temperature of the magnetization reversal process within ferromagnetic manganites thin films of composition $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ (LSMO). In this work, a Magneto Optical Kerr Effect (MOKE) imaging setup was realized and a method enabling vectorial magnetization imaging was proposed. This imaging system was used to study first, the influence of the substrate, which induces strain in the film and second, the influence of the shape of the samples, on the pinning and the magnetic domain reversal process in LSMO thin films. In the case of LSAT ($(\text{LaAlO}_3)_{0.3}(\text{Sr}_2\text{AlTaO}_6)_{0.7}$) substrate, the compressive stress in the LSMO film induces an out-of-plane magnetization component. The easy axis of magnetisation is in the plane of the film and does not depend on the direction in the plane. The in-plane magnetization switch is found to follow the coherent reversal model. In the case of STO (SrTiO_3) substrate, with (001) orientation, the magnetic anisotropy is biaxial in the plane and the magnetization reversal occurs by nucleation and propagation of domain walls. In the case of vicinal STO substrates, the magnetic anisotropy becomes uniaxial and parallel to the steps on the surface of the substrate. Magnetic domain switch occurs by nucleation and propagation if the magnetic field is applied parallel to the atomic steps vicinal. When the magnetic field is applied perpendicular to the steps of the vicinal substrate, the magnetic domain switch follows the coherent reversal model. This work constitutes a first step in the understanding and the control of the magnetic behaviour of spintronic devices.

Discipline : Electronique et Microélectronique

Mots clés : Manganites, Domaines magnétiques, Cycle d'hystérésis, Effet KERR, Ferromagnétisme, magnétométrie.

Laboratoire : GREYC-ENSICAEN (CNRS UMR 6072).