



Corrélation entre structure – morphologie – anisotropies magnétique et magnéto-optique de couches minces de Fer épitaxiées sur Silicium.

Dominique Berling

► To cite this version:

Dominique Berling. Corrélation entre structure – morphologie – anisotropies magnétique et magnéto-optique de couches minces de Fer épitaxiées sur Silicium.. Matière Condensée [cond-mat]. Université de Haute Alsace - Mulhouse, 2006. tel-00194016

HAL Id: tel-00194016

<https://theses.hal.science/tel-00194016>

Submitted on 5 Dec 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.

HABILITATION
À
DIRIGER DES RECHERCHES

Présentée par
Dominique BERLING
Spécialité : *Physique*

Corrélation entre structure – morphologie – anisotropies magnétique
et magnéto-optique
de couches minces de Fer épitaxiées sur Silicium

Soutenue publiquement à l'UHA, le Jeudi 16 Novembre 2006
devant la commission d'examen composée de

M. Patrick ALNOT (Prof. d'Université)
Laboratoire de Physique des Milieux Ionisés et Applications

M. Xavier ALLONAS (Prof. d'Université)
Département de Photochimie Générale

M. Aziz DINIA (Prof. d'Université)
Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg

M. Jacques FERRÉ (Directeur de Recherche)
Laboratoire de Physique du Solide

M. Olivier FRUCHART (Chargé de Recherche)
Institut Néel

M. Carmelo PIRRI (Prof. d'Université)
Laboratoire de Physique et Spectroscopie Électronique

M. Gilberto LEGGIERI (Prof. d'Université)
Dipartimento di Fisica

Président
Université Henri Poincaré - Nancy-I

Rapporteur interne UHA
Université de Haute Alsace - Mulhouse

Rapporteur
Université Louis Pasteur - Strasbourg-I

Rapporteur
Université de Paris Sud - Orsay

Examineur
Université Joseph Fourier - Grenoble-I

Directeur HDR
Université de Haute Alsace - Mulhouse

Rapporteur – Non Présent
Università di Lecce (Italie)

À
Caroline,
Pierandrea,
et
Cristina



*Mesure ce qui est mesurable
et
rend mesurable ce qui ne peut être mesuré*

Galilée

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier les membres du jury qui, malgré leur emploi du temps très chargé, ont accepté de se déplacer au LPSE à Mulhouse et ont été très arrangeants pour fixer une date de soutenance : Mr Patrick Alnot qui a présidé le jury, Mrs Jacques Ferré et Dinia Aziz qui ont promptement accepté la charge de rapporteur externe, Mr Xavier Allonas le rapporteur interne de l'université qui sans hésiter s'est replongé dans un manuscrit de physique, et Mr Olivier Fruchart qui a immédiatement répondu favorablement à mon invitation. Je tiens également à remercier Mr Gilberto Leggieri de l'université de Lecce (Italie) qui a fait l'effort de lire et de juger le manuscrit en français, et qui, malheureusement, n'a pas pu faire le déplacement à Mulhouse. Je les remercie tous pour leurs remarques qui m'ont permis d'améliorer le manuscrit final. Je n'oublie pas Carmelo Pirri, mon directeur d'HDR, qui m'a initié à la croissance de siliciure à mon début au laboratoire et qui m'a toujours vivement encouragé et soutenu dans ma recherche.

J'ai eu la chance d'être toujours encadré par des «*patrons*» qui ont su tirer de moi ce dont j'étais capable et qui m'ont toujours poussé à faire plus et mieux à chaque fois. Je pense à mon directeur de thèse Bernard Loegel, et à Gérard Gewinner, tous deux aujourd'hui à la retraite. Ils m'ont donné toute liberté pour mener mes recherches, me lancer dans de nouveau défi (montage du banc magnéto-optique Kerr) et entamer des collaborations. Ils ont toujours été très enthousiastes et ont très largement contribué à ma formation scientifique.

Je remercie l'ensemble des membres du laboratoire et tous les collaborateurs extérieurs, sans les citer pour n'oublier personnes (ils se reconnaîtront), avec qui j'ai eu beaucoup de plaisir à travailler et qui ont permis aux travaux présentés ici d'aboutir.

Une pensée particulière pour Ahmed Mehdaoui avec qui j'ai partagé mon parcours scientifique depuis mes débuts.

Je remercie tout spécialement les étudiants que j'ai encadré lors de leur stage en laboratoire et les thésards avec qui j'ai travaillé directement et qui ont largement

contribué à l'aboutissement des travaux présentés : Patricia Bertoncini (1997-2001) sur le système Fe/Si(001), Régis Stéphan (2003-2006) pour la croissance des couches Fe/Si(111), et Stéphan Zabrocki (2003-2007), qui plus qu'un étudiant est un collègue à part entière.

Enfin je voudrais remercier, ceux qu'on oublie souvent, tous les «*non chercheurs*» qui, au jour le jour, font que la recherche puisse avancer : les techniciens mécanique (Emanuel Denys), électronique et informatique (Alban Florentin et Alan Le Floch), et notre secrétaire Annie Przybylak qui gère dans l'ombre toute les tracasseries administratives.

Ringraziamenti

Vorrei innanzitutto ringraziare i membri della commissione per la disponibilità dimostratami nello stabilire la data della tesi e nell'accettare di venire all'LPSE di Mulhouse : il Prof. Patrick Alnot che ha presieduto la commissione, il Dott. Jacques Ferré e il Prof. Dinia Aziz che prontamente hanno accettato l'incarico di relatori esterni, il Prof. Xavier Allonas relatore interno dell'Università di Haute Alsace che senza esitare si è rituffato in un manoscritto di fisica, e il Dott. Olivier Fruchart che ha accettato immediatamente il mio invito. Voglio inoltre ringraziare il Prof. Gilberto Leggieri dell'Università di Lecce (Italia) che ha letto e giudicato il manoscritto nonostante fosse in francese, e che purtroppo non è potuto venire a Mulhouse. Sono loro grado per le osservazioni apportate che mi hanno permesso di migliorare il manoscritto finale. E ringrazio anche il Prof. Carmelo Pirri, il mio direttore di HDR (Abilitazione per dirigere la Ricerca), che mi ha avviato alla crescita di silicio ai miei inizi in laboratorio e che mi ha sempre vivamente incoraggiato e sostenuto nella ricerca.

Ho avuto la fortuna di essere stato sempre seguito da eccellenti professori che hanno saputo spronarmi e farmi dare il meglio di me. Penso al mio direttore di tesi il Prof. Bernard Loegel, e al Prof. Gérard Gewinner, oggi entrambi in pensione. Mi hanno dato tutta la libertà per condurre le ricerche, lanciarmi in nuove sfide (magneto-ottico Kerr) e avviare delle collaborazioni. Sono sempre stati entusiasti e hanno sempre contribuito largamente alla mia formazione scientifica.

Ringrazio tutti i membri del laboratorio nonché i collaboratori esterni, con chi ho avuto il piacere di lavorare e che hanno consentito di portare a termine i lavori presentati in questa sede.

Un pensiero particolare va al Dott. Ahmed Mehdaoui con chi ho condiviso il percorso scientifico dall'inizio.

Ringrazio in modo particolare gli studenti che ho inquadrato durante il loro stage in laboratorio e i dottorandi con chi ho lavorato direttamente che hanno ampiamente contribuito alla conclusione dei lavori presentati : Patricia Bertoncini (1997-2001)

sul sistema Fe/Si(001), Régis Stéphan (2003-2006) per la crescita dei film sottili di Fe/Si(111) e Stéphan Zabrocki (2003-2007) che più che uno studente è un collega.

Infine vorrei ringraziare quelli che spesso si dimenticano, tutti i «*non ricercatori*» che, giorno dopo per giorno, fanno sì che la ricerca possa avanzare : il tecnico meccanico (Emanuel Denys), il tecnico elettronico e il tecnico informatico (Alban Florentin e Alan Le Floch), nonché la segretaria Annie Przybylak che gestisce nell'ombra tutte la parte amministrativa.

Table des matières

Partie A : Curriculum vitae - Activités enseignant-chercheur	1
Curriculum vitæ	3
I État civil	4
II Titres et diplômes universitaires français	4
III Expériences professionnelles et stages	5
IV Autres.	5
Mes activités liées au métier d'Enseignant–Chercheur	7
I Encadrement d'étudiants et de doctorants	8
I.1 Encadrement d'étudiants	8
I.2 Co-Encadrement de thèses	9
I.3 Tutorat de stages industriels	10
II Activités administratives - Responsabilités	10
II.1 Responsable d'une équipe de recherche	10
II.2 Conseils et commissions	11
II.3 Organisation de congrès	11
II.4 Responsabilité administrative d'une formation universitaire .	12
II.5 Responsable des travaux pratiques	12
II.6 Tuteur pédagogique de moniteurs de l'enseignement supérieur	13
III Charge d'enseignement	13
Partie B : Activités de Recherche	15
Avant Propos	17
I Des siliciures aux couches minces magnétiques	19
I.1 Les siliciures de métaux	20
I.2 Siliciures ternaires : un système complexe	24

I.3	Siliciures de métaux ferromagnétiques	28
I.3.1	Croissance des siliciures sur Si(111)	28
I.3.2	Propriétés magnétiques	30
II	Systèmes magnétiques sur Si(001)	37
II.1	Introduction - Contexte	38
II.2	Couches minces de Fe sur Si(001)	41
II.3	Couches ultra minces d'alliages de Fe-Co épitaxiées sur Si(001) . . .	48
II.4	Propriétés et anisotropies magnétiques	53
II.4.1	Magnétométrie SQUID	53
II.4.2	Mesures magnéto-optique Kerr de l'anisotropie cubique	54
II.4.3	La contrainte biaxiale, un rôle primordial	61
II.4.4	Conclusion	64
II.5	Diagramme de phase d'anisotropie magnétique des alliages de Fe-Co	65
II.6	Conclusion	68
III	Couches minces de Fe épitaxiées sur Si(111)	71
III.1	Introduction-contexte	73
III.2	Croissance des couches minces de Fe/Si(111)	76
III.3	Couches Fe/Si(111) évaporées en incidence normale	78
III.3.1	Croissance et Morphologie	78
III.3.2	Anisotropies magnétique et magnéto-optique	80
III.3.3	Conclusion	87
III.4	Les films Fe/Si(111) épitaxiés en incidence du flux oblique	87
III.4.1	Morphologie des couches	87
III.4.2	Anisotropie magnétique d'origine dipolaire	91
III.4.3	Un signal magnéto-optique d'interface	94
III.5	Couche de couverture - Les contributions au signal d'interface élucidées	99
III.5.1	Système Si/40 MC Fe/Si(111)	99
III.5.2	Système Au/40 MC Fe/Si(111)	103
III.5.3	Signal d'interface du système Au/Fe/Si	104
III.6	Conclusion	105
	Conclusion générale – Perspectives	107
	ANNEXES	115

A	Anisotropie magnétique et magnéto-optique	115
A.1	Anisotropie magnétique	116
A.1.1	Introduction - définition	116
A.1.2	Cas d'un film de symétrie cubique	117
A.2	Réponse magnéto-optique d'une couche	121
A.2.1	Effet Kerr magnéto-optique	121
A.2.2	Montage magnéto-optique expérimental	121
A.2.3	Rotation Kerr complexe	123
A.2.4	Cas d'un système ferromagnétique de symétrie cubique.	124
A.2.5	Expression générale du signal Kerr	128
A.3	Détermination expérimentale de l'anisotropie magnéto-optique et ma- gnétique	129
A.3.1	La méthode du champ tournant	129
A.3.2	La méthode « <i>TBIIST</i> »	130
B	Production Scientifique	137
B.1	Publications	138
B.1.1	Liste des Publications	138
B.2	Communications	141
B.2.1	Communications Orales Invitées	141
B.2.2	Communications Orales – Ecoles	141
B.2.3	Communications Orales	141
B.2.4	Communications «Poster»	142
B.3	Participation à GDR et des Journées d'étude	148
B.4	Participation à des Ecoles	149
	Références	151

Table des figures

I.1	Structure cristalline et paramètre de maille de quelques siliciures . . .	21
I.2	Mesures de diffraction de rayons X des couches minces de composition nominale $Co_{1-x}Fe_xSi_2$ déposés sur Si(111)	25
I.3	Image HRTEM en section transverse d'une couche $Co_{0.3}Fe_{0.7}Si_2$ épitaxiée sur substrat vicinal de Si(111)	26
I.4	Image HRTEM en section transverse d'une couche $Co_{0.7}Fe_{0.3}Si_2$ et les simulations correspondantes aux différentes phases possibles . . .	26
I.5	Diagrammes de diffraction cohérente d'électrons de basses énergies (LEED) d'un substrat Si(111) et d'une couche tampon $FeSi_2/Si(111)$	29
I.6	Diagrammes incohérente d'électrons (IMEED) du substrat Si(111) et de la couche de siliciure ternaire Fe_3Si	29
I.7	Cellule unitaire de la structure DO3-type Fe_3Si ordonnée	30
I.8	Cycles d'hystérésis magnéto-optique Kerr obtenus sur des couches minces de siliciures ferromagnétiques $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ de 20 nm d'épaisseur pour différentes concentrations x de Fe	31
I.9	Moment magnétique moyen μ_{Fe} porté par un atome de Fe en fonction de la concentration x des films de 20 nm $Fe(Si_{1-x}Fe)$	32
I.10	Énergie à saturation E_{sat} dans le plan d'un film de Fe_2CoSi	34
I.11	Moment magnétique moyen μ porté par les atomes de Fe et Co en fonction du taux de substitution x pour les films M_3Si ($M = Fe_{1-x}Co_x$) de 10 nm d'épaisseur	35
II.1	Diagrammes de diffraction LEED relevés à différents stades de la croissance de 10 MC Fe/ $CoSi_2$ /Si(001)	41
II.2	Diagramme IMEED relevé sur un film de 10 MC Fe/ $CoSi_2$ /Si(001) .	42
II.3	Exemple de spectres ISS mesurés sur la couches tampon $CoSi_2$, sur un dépôt de 3 MC et 30 MC de Fe sur $CoSi_2$	43

II.4 Mesures de diffraction de photoélectrons (XPD) du niveau de coeur $Fe2p_{3/2}$ pour des couches de Fe déposés sur une matrice $CoSi_2$ épitaxiée sur Si(001)	44
II.5 Image de microscopie en haute résolution d'une section transverse d'un film de 10 MC de $Fe/CoSi_2/Si(001)$	45
II.6 Cliché de diffraction électronique en aire sélectionnée d'un film de 40 MC de $Fe/FeSi_2/Si(001)$ obtenu en vu plane	46
II.7 Évolution de la déformation dans le plan $e_{//}$ et hors du plan $e_{\perp}$ en fonction de l'épaisseur des couches de fer déposé sur Si(001)	47
II.8 Image de microscopie en haute résolution d'une section transverse d'un film de 40 MC de $Fe/CoSi_2/Si(001)$	48
II.9 Diagramme IMEED d'une couche mince $Fe_{0.2}Co_{0.8}/FeSi_2/Si(001)$ de 40 MC d'épaisseur	49
II.10 XPD des niveaux de coeur Fe $2p_{3/2}$ et Co $2p_{3/2}$: (a) pour des films de 40 MC d'alliages $Fe_{1-x}Co_x$ déposés sur $FeSi_2/Si(001)$ (b) pour un film pur de 10MC de Co et de Fe	50
II.11 Images HRTEM d'une section transverse d'un film de 10 MC Fe et de 10 MC Co épitaxiés sur Si(001)	52
II.12 Diagramme de phase définissant l'existence d'une couche mince d'alliage Co_xFe_{1-x} de structure cubique centré (bcc) en fonction de l'épaisseur des films et de la concentration de Co (x)	53
II.13 Magnétométrie SQUID effectuées à 5 K et 295 K sur des couches ultra-minces de Fe épitaxiées sur $CoSi_2/Si(001)$	54
II.14 Cycles d'hystérésis $M(H)$ mesurés par MOKE sur des couches minces de Fe épitaxiées su Si(001)	55
II.15 Tracés polaires de M_R/M_S pour un film de 10 MC (a) et de 80 MC (b) de fer bcc épitaxiés sur Si(001)	56
II.16 Énergie à saturation E_{Sat} en fonction de l'angle polaire θ pour 40 MC $Fe/FeSi_2/Si(001)$	57
II.17 Cycles Kerr mesurés sur un film de 10 MC $Fe/FeSi_2/Si(001)$ avec un champ statique transverse appliqué perpendiculaire au champ de balayage longitudinal	58
II.18 Tracé en fonction de l'inverse de l'épaisseur en monocouches $1/N$ de la variation de la constante d'anisotropie cubique K_1 pour les films de Fe déposés sur $MSi_2/Si(001)$ (M=Co ou Fe)	61

II.19 Représentation schématique des films de N monocouches de Fe épitaxiées sur Si(001)	62
II.20 Déformations ($e_{//}$) dans le plan en fonction de l'épaisseur des couches de Fe mesurées par XRD	64
II.21 Représentation polaire de l'aimantation rémanente normalisé à saturation M_r/M_S pour 10 MC de Co/ $FeSi_2$ /Si(001)	65
II.22 Cycles d'hystérésis MOKE pour film de 10 MC de Co de structure cubique centré épitaxiées sur Si(001) et pour un film de 40 MC de Co non épitaxiées sur Si(001)	66
II.23 Constantes d'anisotropies magnétiques K_1/M_S en fonction de l'épaisseur et de la concentration x de cobalt des alliages $Fe_{1-x}Co_x$	68
III.1 Image STM d'une surface de Si(111) 7×7	76
III.2 Schéma définissant l'angle d'évaporation θ_{Fe} et l'orientation du substrat par rapport au plan d'incidence du flux d'atomes de Fe	76
III.3 Diagramme LEED pour différentes épaisseurs de Fe épitaxiées sur Si(111)	77
III.4 Évolution de la morphologie en surface en fonction de l'épaisseur de Fe déposées sur Si(111) (Mesures STM)	78
III.5 Exemple d'utilisation de la fonction d'autocorrélation de la topographie $z(x, y)$ mesurée par STM d'un film de 40 MC de Fer évaporé en incidence normale	79
III.6 Diamètre moyen D et hauteur moyenne (RMS) des îlots de Fe en fonction du recouvrement de Fe pour des couches évaporées en incidence normale	80
III.7 Image de topographie d'une surface de 300 MC bcc de Fe(111) et histogramme de la distribution de gradients local de $z(x, y)$	81
III.8 Mesures $TBIIST$ pour 15 MC $Fe/Si(111)$ et 40 MC $Fe/Si(111)$	81
III.9 Constante d'anisotropie magnéto-cristalline cubique K_2/M_S et K_1/M_S en fonction de l'épaisseur d_{Fe} (MC) des couches de Fe épitaxiées sur Si	82
III.10 Signal magnéto-optique Kerr de type polaire pour un film de 300 MC de Fe épitaxié sur Si(111)	83
III.11 Signaux MO Kerr linéaire et quadratique en aimantation mesurés sur une couches minces de 300 MC épitaxiées sur Si(111)	85
III.12 Images de topographie STM et les fonctions d'autocorrélation de 40 MC Fe/Si(111) déposées en incidence oblique ($\theta_{Fe} = 55^\circ$ et 70°)	88

III.13	Évolution de la longueur de corrélation dans la direction parallèle ($L_{//}$) et perpendiculaire ($L_{\perp}$) au flux d'évaporation en fonction de l'angle d'incidence θ_{Fe} du flux d'atomes de Fer pour des couches de 40 MC d'épaisseur	89
III.14	Image de topologie d'une surface de 40 MC de Fe(111) bcc évaporées à $\theta_{Fe} = 70^\circ$ et histogramme de la distribution du gradient local . . .	90
III.15	Image de la fonction d'autocorrélation des composantes du gradient pour un film de 40 MC d'épaisseur de Fe évaporé sous une incidence de 70°	90
III.16	Constantes d'anisotropie magnétique uniaxiale K_U mesurées par la méthode TBIIST et calculées à partir des images de topographie STM	91
III.17	Évolution de la constante d'anisotropie uniaxiale K_U mesurée par TBIIST et de l'anisotropie de rugosité quantifiée par RMS^2/d_{Fe} pour les films de 40 MC de Fe/Si(111) en fonction de l'angle d'évaporation θ_{Fe} du fer	92
III.18	Représentation schématique d'une couche mince idéale et un film dont la surface présente une modulation spatiale $z(x, y)$	92
III.19	Contribution de surface au signal magnéto-optique Kerr de périodicité 2π induit par la rugosité anisotrope pour un film de 60 MC de Fer évaporé sous un angle d'incidence de $\theta_{Fe} = 80^\circ$	95
III.20	Modèle de profil de la surface des films Fe/Si(111) évaporés en incidence oblique	95
III.21	Cliché HRTEM de 60 MC de Fe/Si(111) évaporées à $\theta_{Fe} = 80^\circ$. . .	96
III.22	Oscillation hors du plan (111) du vecteur aimantation en fonction de l'angle polaire θ dans le cas d'un film évaporé en incidence oblique .	97
III.23	Orientation hors plan de l'aimantation pour la série de films de 40 MC de Fe évaporés à $0^\circ \leq \theta_{Fe} \leq 80^\circ$ déterminé à partir des calcul tenseur démagnétisant et le signal MO Kerr d'interface mesuré	99
III.24	Orientation des substrats de Si(111) par rapport au plan d'incidence du flux d'évaporation	100
III.25	Mesures TBIIST pour des films de 40 MC de Fe(111) recouverts de 13 MC de Si déposées à incidence oblique (60°) pour trois orientations du substrat de silicium par rapport au plan d'incidence du flux d'évaporation	101
III.26	Réaction anisotrope du Si avec le Fe en fonction de la direction d'évaporation du Si	103

A.1	Structure Fe (001)	118
A.2	Les axes de référence du Fe(111)	120
A.3	Réponse MO Kerr	122
A.4	Schéma du montage magnéto-optique utilisé en configuration longitu- dinale	122
A.5	Schéma de la propagation des ondes et les conventions de signe et d'angle adoptées pour les calculs de la réponse MO Kerr complexe .	123
A.6	Méthode du champ tournant	129
A.7	Synoptique de la méthode de mesure TBIIST	132
A.8	Variation linéaire de $H_L(m_L)$ autour de $m_L = 0$	133
A.9	Exemple de données TBIIST mesurées sur une couche mince de 20 MC de Fe épitaxiée sur Si(001)	134
A.10	Simulations des différentes contributions à la densité d'énergie d'ani- sotropie magnétique $E_a(\theta)/M_S$, réalisées à partir des constantes d'ani- sotropie K_n et des phases θ_n déterminées par TBIIST, pour un film mince de 20 MC de Fe épitaxiées sur Si(001)	135

Liste des tableaux

II.1	Valeurs numériques des différentes contributions de la 1 ^{ère} et 2 ^{ème} couche de coordination à la constante d'anisotropie K_1 calculée pour un film de fer bcc relaxé et pseudomorphe ($e_{//} = -0.056$)	63
II.2	Signe de la constante d'anisotropie K_1 d'ordre 4 en fonction de la concentration x en Co des films d'alliages ($Fe_{1-x}Co_x$)	67
III.1	Résultats des mesures de la constante d'anisotropie uniaxiale K_u/M_S et du signal polaire du 1 ^{er} ordre en fonction de l'orientation du substrat Si(111) par rapport au flux du la couche de couverture : 13 MC de Si évaporées à 60°/40 MC Fe ($\psi_{Fe} = 40^\circ$)/FeSi ₂ /Si(111)	102
III.2	Résultats des mesures de la constante d'anisotropie uniaxiale pour des films de 40 MC de Fe(111) déposées en incidence normale, recouvert de 4 et 30 MC Au déposées en incidence rasante (70°) et pour 3 orientations différentes du substrat de Si(111) parallèle au plan d'incidence du flux d'or	104

Première partie

Curriculum vitæ

et

Activités

liées au métier d'

Enseignant – Chercheur

Curriculum vitæ

I État civil

Nom patronymique : BERLING
Prénom : Dominique
Date de naissance : 02 juillet 1966
Lieu de naissance : Bischwiller (Bas Rhin - 67)
Nationalité : Française
Situation militaire : Service national effectué du 01/10/90 au 26/09/91
Situation de famille : Marié, deux enfants
Adresse personnelle : 61 rue de la Gare, 67300 SCHILTIGHEIM
Téléphone domicile : 03.88.81.61.38

Fonction : Maître de Conférences
Employeur : Université de **H**aute **A**lsace (UHA - Mulhouse)
Laboratoire : **L**aboratoire de **P**hysique et de **S**pectroscopie **E**lectronique (LPSE) – UMR 7014
Faculté des **S**ciences et **T**echniques (FST)
4 rue des frères Lumière
F-68093 MULHOUSE Cedex

Téléphone laboratoire : 03.89.33.60.06
Fax laboratoire : 03.89.33.60.83
Adresse électronique : dominique.berling@uha.fr

II Titres et diplômes universitaires français

12/01/1996 : Obtention du diplôme de Docteur de l'Université de Haute Alsace (UHA – Mulhouse), label "*Doctorat Européen*".
Titre : *Influence des techniques de fabrication sur quelques propriétés des oxydes supraconducteurs en couches minces et à l'état massif : caractérisations structurales, études comparatives des propriétés magnétiques, diagrammes de phases $[h_{ac}, T]$*
Directeur de Thèse : Prof. Bernard Loegel

Juin 1992 : Diplôme d'Études Approfondies (DEA) *Physique et Chimie de la Matière Condensée et des Matériaux* obtenu à l'Université Louis **P**asteur (ULP – Strasbourg I).

Juin 1990 : Maîtrise de Physique obtenue à l'ULP-Strasbourg.

Juin 1989 : Licence de Physique obtenue à l'ULP-Strasbourg.

III Expériences professionnelles et stages

- 09/2000 : Promu Maître de conférences 1^{ère} Classe.
Depuis 09/1997 : Maître de conférences titulaire à la FST – UHA.
09/1996 - 09/1997 : Maître de conférences stagiaire à la FST – UHA.
09/1995 - 08/1996 : Attaché temporaire d'enseignement et de recherche à la FST - UHA.
09/1994 - 03/1995 : Séjour au *Dipartimento di Fisica à l'Università di Lecce* (Lecce - Italie) dans le cadre de ma thèse.
But du séjour : Dépôt par ablation laser réactive de couches minces supraconductrices haute température critique (SHTC) $Re_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ ($Re = Y$ ou Er) sur substrat de $SrTiO_3$, YSZ et Si .
09/1992 - 08/1995 : Moniteur de l'enseignement supérieur à la FST - UHA.
09/1992 - 01/1996 : Boursier MRT – Préparation de la thèse au LPSE.
07/1992 - 09/1992 : Séjour au *Center for Material Science and Engineering* du *Massachusetts Institute of Technology* (Boston - USA).
Sujet : Étude expérimentale des transitions de phases de volume dans des gels de copolymères acide acrylique (AAc) et de styrène (St).
11/1991 - 06/1992 : Stage de DEA au *Laboratoire de Dynamique des Fluides Complexes* (ULP – Strasbourg I).
Sujet : Structure fractale d'amas polyélectrolytes : premières expériences par diffusion du rayonnement.

IV Autres.

Langues étrangères

- Anglais : lu, écrit et parlé professionnel.
- Italien : lu et parlé très bonnes connaissances.
- Allemand : lu et parlé bonnes connaissances.

Langages de programmation

- Basic, Visual Basic, Mathematica, Latex.

Mes activités
liées
au métier
d'Enseignant–Chercheur

Parallèlement à mon travail d'enseignement (UHA – FST) et de recherche au laboratoire de physique et de spectroscopie électronique, je participe régulièrement à l'encadrement d'étudiants stagiaires et de doctorants. De plus, je suis impliqué dans la vie au sein de l'université, d'une part par les diverses fonctions et responsabilités qui m'ont été confiées et, d'autre part, par les tâches administratives que j'(ai) assurées) et, au travers de ma participation à différentes commissions et conseils.

I Encadrement d'étudiants et de doctorants

I.1 Encadrement d'étudiants

J'accueille des étudiants issus de diverses formations dans le cadre de leurs stages de laboratoire. Je participe à leur initiation à la croissance de couches minces par épitaxie par jet moléculaire et la caractérisation in situ de leurs propriétés structurales. Je m'occupe plus spécifiquement des étudiants et particulièrement des doctorants au niveau des caractérisations par effet Kerr magnéto-optique de couches minces épitaxiées et de l'étude des relations existants entre les propriétés structurales – morphologiques des ces couches et leurs propriétés magnétiques.

DEA de physique de la matière condensée et des matériaux (Cohabilitation ULP Strasbourg I - UHA Mulhouse) :

- M. Régis STEPHAN (Fév. - Juin 2003) : *Étude des propriétés structurales et magnétiques de couches minces de fer épitaxiées sur Si(111)*.
- M.^{lle} KAHIDJA (Fév. - Juin 2001) : *Propriétés structurales et magnétiques de couches minces de fer épitaxiées sur Si(001)*.

DESS TECMAT Techniques d'Élaboration et de Caractérisation de MATériaux de surface et de Couches Minces (Cohabilitation UHA Mulhouse - ULP Strasbourg I - INSA Strasbourg) :

- M. Drajko JANKOVIC (Fév. - Mars 2002) : *Étude morphologique et mesures magnétiques de couches minces Fe/Si(111) élaborées par épitaxie par jets moléculaires*.
- M. Asis KABAB (Fév. - Mars 2001) : *Dépôt de couches minces de Fe sur substrat de Si (001) par MBE : structure et propriétés magnétiques*.
- M. Cafer ILHAN (Janv. - Avril 2000) : *Élaboration de couches minces de fer épitaxiées - Propriétés structurales et magnétiques*.

Licence - Maîtrise de physique (UHA Mulhouse) :

- M. Oussama MAHBOUB (Licence : Avril - Juin 2005) : *Caractérisation par effet Kerr magnéto-optique de couches minces de fer épitaxiées sur substrat de Si (111)*.
- M. Stéphane TESSON (Maîtrise : Avril - Juin 2004) : *Calcul de la réponse Kerr complexe - Signal magnéto-optique d'une couche mince de Fe*.
- M. Marco MONTEFORTE (Licence : Avril - Juin 2003) : *Effet magnéto-optique d'un milieu semi-infini - Détermination des coefficients de Fresnel par une méthode matricielle (2×2)*.
- M.^{lle} Aurore RUDOLF (Licence : Avril - Juin 2002) : *Élaboration de couches minces de fer épitaxiées sur silicium (001) par MBE. Propriétés structurales et magnétiques de l'échantillon $FeCo_2Si/Si$ (111)*.
- M. Yassin CHEBBOUR (Maîtrise : Avril - Juin 2001) : *Effet Kerr magnéto-optique de couches minces de Fe sur Si (001)*.

Licence Mention Science et Technologie – Spécialité : Physique-chimie (UHA Mulhouse) :

- M. Jalal MOUDAKINE (Licence : Avril - Juin 2006) : *Propriétés magnéto-optique de couches minces d'alliages $FeNiCuSiCo$ déposées sur Si(001)*.

I.2 Co-Encadrement de thèses

- M.^{lle} Patricia BERTONCINI (Oct. 1997 – Déc. 2000) :
Titre : *Structure et propriétés magnétiques de couches minces de fer et d'alliage de fer - cobalt épitaxiées sur Si(001)*.
 Soutenue en décembre 2000
Directeurs de thèse : Prof. G. Gewinner et V. Pierron-Bohnès (DR)
- M.^{lle} Moni KAK (Sept. 2001 – Nov. 2003) :
Sujet : *Croissance, structure et propriétés magnétiques de films minces de Fe épitaxiés sur Si(111)*.
 Démission en novembre 2003
Directeur de thèse : Prof. P. Wetzel
- M. Régis STEPHAN (depuis Sept. 2003) :
Sujet : *Anisotropies magnétiques de films de fer sur silicium (111) : Effet de la couche de couverture*.
 Soutenue en septembre 2006
Directeur de thèse : Prof. P. Wetzel
- M. Stéphan ZABROCKI – PRAG (depuis Sept. 2003) :

Sujet : *Anisotropie magnéto-optique Kerr de films de Fe épitaxiés sur silicium* : *Corrélation entre structure, morphologie et anisotropie magnétique.*

Soutenance 1^{er} semestre 2007

Directeur de thèse : Prof. D. Bolmont

- M. Rached Jaafar – (depuis Sept. 2006) :

Sujet : *Croissance et propriétés magnétiques du couches minces FeGe₂ épitaxié sur Si(111)*

Soutenance 1^{er} semestre 2007

Directeur de thèse : Prof. C. Pirri

I.3 Tutorat de stages industriels

Depuis 2003, je m'occupe régulièrement d'étudiants du DESS *TECMAT* qui effectuent leur stage industriel de six mois dans le cadre de leur formation. J'ai été tuteur universitaire des étudiants suivants :

- M.^{lle} Léonor COTEAUX (Avril - Sept. 2005) en stage au Laboratoire des Matériaux et de Technologie des Surfaces à l'École d'ingénieurs Arc - Le Locle (Suisse) : *Réalisation d'une couche de titane sur du laiton et de l'inox par sputtering puis d'une anodisation pour obtenir une couche de TiO₂ et une couche interférentielle bleue.*
- M.^{lle} Florence MOITRIER (Avril - Sept. 2005) en stage au LERMPS - UTBM - Sévenans-Belfort (90) : *Étude de la fixation de jauges de contraintes sur aubes de turbines.*
- M. Younes MAKOUDI (Avril - Sept. 2004) en stage au CETIM CERMAT à Mulhouse (68) : *Étude de la passivité des aciers inoxydables par impédancemétrie électrochimique.*
- M. Alexandre MALET (Avril - Sep. 2003) en stage chez ST Microélectronique à Rousset (13) : *Application aux nouvelles chimies C₄F₆, CH₃F, CH₂F₂ utilisées sur les équipements de gravure oxyde et polysilicium.*
- M.^{lle} Mirela GRAMA (Avril - Sept. 2003) en stage chez Peugeot MTC - Danemarie (68) : *Analyse des risques dans l'atelier du traitement de surfaces.*

II Activités administratives - Responsabilités

II.1 Responsable d'une équipe de recherche

En septembre 2005, suite à la restructuration des équipes de recherche au LPSE, liée à l'émergence et la redéfinition des thèmes de recherche du laboratoire, j'ai pris la

responsabilité d'un nouveau groupe intitulé «*Mesures optiques et magnétiques*». C'est une petite équipe constituée de 3 permanents : D. Berling, G. Gewinner (Départ à la retraite en octobre 2006), A. Mehdaoui, 1 ATER : R. Khill et 1 PRAG–Doctorant : S. Zabrocki, qui auparavant faisait partie intégrante du groupe «*Couches minces magnétiques sur Si*». Au sein de mon ancien groupe de rattachement, je m'étais plus particulièrement investi, avec G. Gewinner et A. Medhaoui, au développement d'un banc magnéto-optique à effet Kerr et d'une méthode de mesure de la fonction d'énergie d'anisotropie planaire de couches minces. Le groupe «*Mesures optiques et magnétiques*» travaille au sein du LPSE avec les groupes «*Couches minces magnétiques sur Si*» (Responsable P. Wetzel) et «*Microscopie STM-AFM / Spectroscopie*» (Responsable C. Pirri). J'ai initié une collaboration avec le Dipartimento di Fisica, un laboratoire italien (Universita di Lecce) sur les caractérisation magnétique de couches minces de $Fe_{100-x}Ni_x$ et de nanocristallites $FeNiCuSiCo$ déposées par ablation laser sur substrat de Si(001). J'ai aussi entrepris des discussions en vue d'une collaboration avec des chercheurs du Département de Photochimie Générale (DPG) de l'UHA concernant l'étude des propriétés de nanoparticules magnétiques dispersées dans une matrice de polymères.

II.2 Conseils et commissions

- * *Conseil du laboratoire LPSE* :
 - Membre élu depuis novembre 2005.
- * *Conseil Scientifique* de L'UHA :
 - Membre du collège C de mars 1999 à mars 2003.
- * *Commission Électorale Consultative* de L'UHA – FST d'octobre 1997 à octobre 1999 :
 - Membre de la commission électorale consultative de l'UHA.
 - Président de la commission électorale consultative de la F.S.T.
- * *Commission de Spécialiste 28^{ème}* section de L'UHA :
 - Membre élu depuis 1998.

II.3 Organisation de congrès

J'ai été membre du comité local d'organisation du congrès national 18^{ème} Journées Surface et Interface (*JSI 2004*) qui se sont déroulées à Mulhouse du 28 au 30 janvier 2004.

II.4 Responsabilité administrative d'une formation universitaire

En septembre 2003, j'ai pris en charge la responsabilité administrative, au sein de l'UHA, du DESS TECMAT (Technique d'Elaboration et de Caractérisation de MATériaux) : formation de 3^{ème} cycle co-habilité ULP Strasbourg - UHA Mulhouse - INSA Strasbourg.

Avec la mise en place du système LMD (2005), le DESS TECMAT a évolué en master professionnel spécialité «*Ingénierie des matériaux en couches minces et des surfaces*», partie intégrante du master régional mention «*Matériaux*». La formation est co-habillée par les Universités de Haute-Alsace (Mulhouse) et Louis Pasteur (Strasbourg-I) et dispensée en partenariat avec l'Institut National des Sciences Appliquées (INSA) de Strasbourg.

Je suis actuellement le correspondant local mulhousien de cette formation master professionnel.

II.5 Responsable des travaux pratiques

J'ai été responsable des services de travaux pratiques (TP) de physique en DEUG 1^{ère} année et en Licence Pluridisciplinaire durant huit années (sept. 1996 à oct. 2004).

En septembre 1996, lors de ma nomination en qualité de maître de conférences, j'ai pris la responsabilité du service de TP de DEUG 1^{ère} année. J'ai alors entièrement revu, renouvelé et réactualisé l'ensemble des douze expériences de travaux pratiques qui étaient dispensées au second semestre. Cette jouvence des TP a pu être réalisée grâce aux crédits obtenus de la part des collectivités locales (1996-1999).

En parallèle, j'ai mis en place les travaux pratiques de physique de la licence pluridisciplinaire.

A la rentrée universitaire de septembre 2000, suite à la réforme instituant des TP au premier semestre en DEUG, j'ai mis en place, une nouvelle série de 10 TP. Ayant noté que la très grande majorité des étudiants entrant à l'université n'ont pratiquement jamais effectué de TP, j'ai introduit un nouveau mode de fonctionnement, pour ces TP du première semestre. Dans le cadre de la première approche expérimentale de la physique pour les étudiants, il m'a semblé opportun de réaliser des «*travaux pratiques dirigés*». Les séances se déroulent en trois temps : 1) une réflexion, avec l'ensemble des étudiants, sur la mise en évidence expérimentale d'un phénomène ou d'une loi simple à vérifier et la méthodologie expérimentale à mettre en oeuvre, 2) l'ensemble des étudiants réalise le montage et l'expérience, et enfin, 3) l'exploitation des données expérimentales conduisant à une critique et une discussion globale sur la méthode utilisée, les erreurs commises, Ce mode de fonctionnement a été re-

pris par l'enseignant qui m'a succédé comme responsable du service de TP de DEUG 1^{ère} année en octobre 2004.

II.6 Tuteur pédagogique de moniteurs de l'enseignement supérieur

Durant leurs trois années de moniteur de l'enseignement supérieur, j'ai été le tuteur pédagogique de :

- M. Kamel Ait-Mansour (Sept. 2001 – Sept.2004) et
- M. Philippe Sonnet (Sept.1996 – Sept.1999)

Ils ont effectué leur service d'enseignement de T.P. en DEUG 1^{ère} avec moi.

III Charge d'enseignement

Depuis ma nomination en tant que maître de conférences j'assure ma charge d'enseignement à la Faculté des Sciences et Techniques (FST) de Mulhouse. Par le passé, je suis intervenu à tous les niveaux (1^{ère}, 2^{ème} et 3^{ème} cycle) en assurant des cours, des travaux dirigés et des travaux pratiques.

Actuellement, j'effectue mon service d'enseignement en licence mention «*Sciences et Technologies*», et en master «*Matériaux*» :

Année universitaire 2006-2007 (175 h équivalent TD)	
Licence «<i>Sciences et Technologies</i>» Spécialité «<i>Physique et Chimie</i>» Parcours «<i>Sciences Physiques</i>»	
2 ^{ème} année (L2)	Cours de Thermodynamique Physique (30H) T.D. de Thermodynamique Physique (30H) FST Mulhouse et annexe de Colmar
3 ^{ème} année (L3)	Cours Physique Statistique (3 modules de 15H =45H)
Master recherche «<i>Matériaux</i>» Spécialité «<i>Nanostructures</i>» et Spécialité «<i>Ingénierie des matériaux en couches minces</i>»	
1 ^{ère} année (M1)	Cours (18H) et TD(6H) de Propriétés de la matière : le magnétisme

Deuxième partie

Activités
de
Recherche

Avant—Propos

Dans ce manuscrit je présente l’essentiel de mes travaux de recherche au sein du Laboratoire de Physique et de Spectroscopie Électronique (LPSE - UMR7014) couvrant la période post-doctoral, et plus particulièrement, l’étude des propriétés magnétiques de couches minces de fer épitaxiées sur substrat de silicium et leur corrélations avec leurs propriétés structurales et morphologiques.

Les études et résultats présentés dans ce mémoire sont l’aboutissement de l’utilisation d’un ensemble de compétences variées telles que la croissance de couches minces sur silicium, la caractérisation par des méthodes dites globales des propriétés structurales et cristallographiques des systèmes élaborés, une approche à l’échelle nanométrique de la topologie et morphologie des surfaces par des techniques de champ proche, et bien sur, les mesures des propriétés magnétiques des films ferromagnétique par effet Kerr magnéto-optique. De plus, les observations et interprétations expérimentales ont fait l’objet de modélisations, de calculs et de simulations.

Je n’ai pas la prétention d’être un spécialiste de toutes les techniques expérimentales et des simulations mises en oeuvre. Les résultats obtenus sont le fruit d’un travail concerté et d’une réflexion suivie et approfondie entre les différents chercheurs impliqués dans la thématique. Cette synergie entre l’ensemble des chercheurs a permis d’apporter quelques réponses ou éclaircissements à des questionnements d’ordre plutôt fondamentales et qui sont d’un intérêt assez général pour trouver un écho positif, je l’espère, auprès de l’ensemble de la communauté scientifique travaillant dans le domaine des couches minces ferromagnétiques épitaxiées sur substrat non nécessairement semi-conducteur.

Afin de refléter et d’intégrer au mieux la contribution de chaque chercheur au projet, j’utiliserai, tout naturellement, la première personne du pluriel dans ce manuscrit.

Je présenterai très rapidement, dans le premier chapitre, les systèmes sur lesquels j'ai travaillé à mon arrivée au laboratoire : les siliciures binaires de fer et ternaires de fer-cobalt. Ce sont effectivement, ces siliciures de métaux de transition qui nous ont permis d'aborder les couches minces de fer et d'alliages de fer-cobalt épitaxiées sur Si(001) qui seront l'objet du second chapitre. L'étude de ces systèmes ferromagnétiques m'a conduit à m'intéresser plus particulièrement à leurs propriétés d'anisotropie magnétique.

Cette étude sur les couches minces de Fe et d'alliages de Fe-Co épitaxiées sur Si(001), nous a conduit à la croissance de films de fer sur la face (111) du silicium et au développement d'une méthode de mesure précise de l'énergie d'anisotropie magnétique planaire des couches minces à l'aide d'un magnétomètre à effet Kerr magnéto-optique. Les résultats scientifiques concernant les propriétés magnétiques du système Fe/Si(111) en corrélation avec les propriétés morphologiques et structurales des films sont directement liés au développement de cette nouvelle méthode de mesure de l'anisotropie magnétique et aux efforts faits concernant la compréhension des signaux magnéto-optique. Ces deux axes, qui ont été menés en parallèle, seront abordés dans le dernier chapitre. Dans l'annexe de ce mémoire, j'ai souhaité regrouper les notions plus fondamentales concernant les propriétés d'anisotropie magnétique, de mesure magnéto-optique Kerr qui peuvent être utiles au non spécialiste.

Chapitre I

Des siliciures aux couches minces magnétiques

Sommaire

I.1	Les siliciures de métaux	20
I.2	Siliciures ternaires : un système complexe	24
I.3	Siliciures de métaux ferromagnétiques	28
I.3.1	Croissance des siliciures sur Si(111)	28
I.3.2	Propriétés magnétiques	30
I.3.2.a	Les siliciures binaires Fe-Si	31
I.3.2.b	Les siliciures d'alliages de fer-cobalt	33

En septembre 1996, suite à ma nomination en tant que maître de conférence, à l'Université de Haute Alsace, j'ai rejoint l'équipe de recherche «*Siliciures et Couches Minces Magnétiques*», au sein du Laboratoire de Physique et de Spectroscopie Électronique, dirigé à l'époque par le professeur D. Bolmont. Dans cette équipe, sous la direction du professeur G. Gewinner, travaillaient deux permanents C. Pirri et P. Wetzel. Cette équipe étudiait, depuis plus d'une décennie, la croissance, les propriétés structurales, cristallographiques, électroniques de couches minces et ultra-minces de siliciures de métaux de transitions et de terres rares épitaxiées sur silicium.

J'ai donc été amené à aborder un nouveau thème de recherche : *la croissance épitaxiale de siliciures de métaux de transitions sur silicium (111) par co-évaporation par jet moléculaire et leur caractérisation structurale et électronique*. Ce fut aussi pour moi l'occasion de m'initier à de nouvelles techniques d'analyse de surface telles que la spectroscopie de photoélectrons X et UV (XPS et UPS), la diffraction de photoélectrons X (XPD), la diffusion d'ions à faible énergie (ISS) et la diffraction cohérente et incohérente d'électrons de basses énergies (LEED et IMED).

I.1 Les siliciures de métaux

Les siliciures sont des alliages de silicium avec des métaux qui ont été l'objet de nombreuses recherches par le passé [1–4]. Ils sont réalisés, en faisant réagir un film mince de métal déposé sous ultra vide sur un substrat de silicium, par un recuit à quelques centaines de degrés Celsius. Les siliciures ainsi formés sont, pour la plupart, métalliques avec une faible résistivité électrique et possèdent généralement une interface avec le silicium très plane et stable d'un point chimique, comme d'un point de vue électrique. De part leurs propriétés, les siliciures ont été largement utilisés dans la technologie des circuits intégrés comme contact électrique (PtSi, TiSi, WSi, ...).

L'utilisation des techniques de croissance par épitaxie par jet moléculaire (MBE) permet de contrôler les interfaces siliciure-silicium à l'échelle atomique, préalable indispensable à la fabrication d'hétérostructures silicium-métal-silicium, en vue d'une intégration tridimensionnelle des composants électroniques, dont un exemple, est le siliciure de cobalt $CoSi_2$ de structure cubique faces centrées du fluore de calcium (CaF_2) [5–9](Fig. I.1(a)).

D'autre part, la croissance épitaxiale offre la possibilité d'élaborer des structures cristallographiques métastables susceptibles de présenter des propriétés physiques nouvelles et donc potentiellement intéressantes [10–15]. Le groupe de von Känel, à Zurich [10], a ainsi obtenu un film de mono-siliciure de fer $FeSi$ métastable de

structure cubique simple comme celle du chlorure de césium ($CsCl$) (fig. I.1(b)). Ce mono-siliciure est métallique, contrairement à la phase stable $\epsilon\text{-FeSi}$ de structure tétragonale, dans laquelle il est semi-conducteur à faible gap ($\approx 0,85$ eV). D'autres groupes ont réussi à stabiliser des films épitaxiés cubique centré $\alpha\text{-FeSi}$ à basse température [14, 16–19] n'existant qu'à haute température dans le diagramme de phase du système Fe-Si à l'état massif [20, 21].

L'utilisation du fer offre de plus, la possibilité d'élaborer des couches minces épitaxiées de siliciure ferromagnétique sur silicium, tel que par exemple le siliciure Fe_3Si dont la structure cristalline est de type DO_3 (Fe_3Al)(fig. I.1(c)).

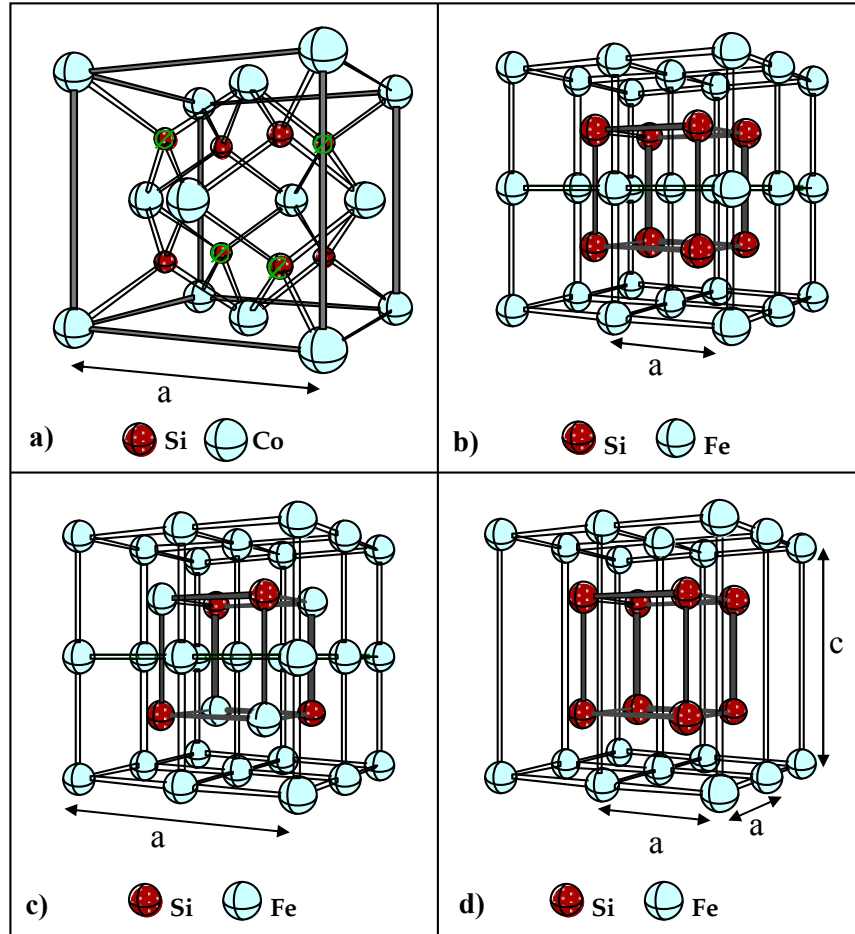


FIG. I.1 – Structure cristalline des siliciures : a) CoSi_2 -type CaF_2 ($a = 0.536$ nm), b) FeSi -type CsCl ($2 \times a = 0.554$ nm) qui correspond à celle du fer cubique centré $\alpha\text{-Fe}$ ($2 \times a = 0.572$ nm) par simple substitution des atomes de Si par du Fe, c) Fe_3Si -type DO_3 ($2 \times a = 0.566$ nm) et d) $\alpha\text{-FeSi}_2$ ($2 \times a = 0.539$ nm, $c = 0.513$ nm). La structure Diamant du Si ($a = 0.543$ nm) s'obtient en éliminant les atomes de Si marqués en couleur verte $\odot$ dans la structure (a) du CoSi_2 -type CaF_2

Mon arrivée dans le groupe «*Siliciures*» a coïncidé avec la fin de la thèse de S. Hong¹ qui amena aussi de nouvelles questions.

Il a montré avec C. Pirri qu'il était possible d'épitaxier sur la face (111) du silicium, dans une large gamme de concentration, des phases métastables de siliciure de fer $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ et d'alliages de fer-cobalt MSi_2 et M_3Si ($M=Co_{1-x}Fe_x$) de structure cubique. Ce travail a, d'une part, donné lieu à la croissance des premiers systèmes ferromagnétiques (M_3Si , $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$) sur silicium en couches minces au laboratoire, et d'autre part, montré qu'il était possible d'épitaxier, à température ambiante, des di-siliciures $Co_{1-x}Fe_xSi_2$ métalliques de structure lacunaire similaire au composé de type $CsCl-FeSi_2$, allant de la composition $FeSi_2$ à $CoSi_2$ [12, 22]. Ces siliciures sont stables pour des recuits inférieurs à 400°C. Par contre, pour les films de siliciure recuit à 650°C, les mesures XPD des signatures des atomes de Fe et Co suggèrent que les films riches en Fe ($0,5 < x \leq 0,85$) n'ont pas un arrangement périodique parfait mais une partie des atomes de Fe adopte un environnement local proche de celui d'une structure cubique $FeSi_2$ lacunaire de type $CsCl$ et/ou de type $\alpha-FeSi_2$ tétragonal, tandis que pour des concentrations riches en Co ($x \leq 0,5$) l'environnement local du Co est essentiellement de type CaF_2 . A la vue des ces résultats expérimentaux, deux hypothèses sont envisageables : il existe une séparation de phase à l'échelle macroscopique, ou bien ces siliciures ternaires possèdent une structure cristallographique unique dans laquelle les atomes de Fe et Co ont un environnement local différent.

C'est donc, sur cette problématique que j'ai rejoint C. Pirri en 1996. Pour aboutir dans cette étude, nous avons fait appel à des méthodes de caractérisations spécifiques, en particulier d'analyse de structure et d'ordre local par rayonnement synchrotrons (XRD, EXAFS, DAFS)

Certains siliciures de fer et d'alliages de fer-cobalt (M_3Si , $M=Fe_{1-x}Co_x$) étant ferromagnétiques, il m'a semblé opportun de développer au laboratoire une technique adaptée à la caractérisation magnétique de ces couches minces. J'ai donc mis en place un premier montage de mesure par effet KERR magnéto-optique (1997-98) au LPSE. Ce choix a aussi été guidé, par le fait que nous allions utiliser la connaissance et les compétences acquises par le groupe dans le domaine de la croissance de couches ultra minces de siliciures non magnétiques comme couche tampon pour faire croître des couches minces de fer épitaxiées sur la face (001) du silicium.

L'étude des propriétés structurales et des propriétés magnétiques des couches de

¹ *Croissance épitaxiale de siliciures binaires et ternaires métastables de fer et de cobalt sur Si(111) par coévaporation à température ambiante*, thèse soutenue le 16 juillet 1996 à l'UHA-Mulhouse

Fe/Si(001) constitua le sujet thèse de P. Bertoncini (1997-2001)¹, thèse effectuée en partenariat avec l'Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg (Co-direction : G. Gewinner et V. Pierron-Bohnes). J'ai travaillé sur ce thème avec P. Wetzel, qui se dédia plus particulièrement à la croissance et la caractérisation des propriétés structurales au laboratoire, alors que, pour ma part je me suis impliqué, de façon plus significative, dans la caractérisation des propriétés d'anisotropie magnétique par effet Kerr magnéto-optique (MOKE) de système Fe/Si, travail dans lequel j'ai été secondé par A. Mehdaoui.

Par la suite (2002-2004), avec G. Gewinner, nous avons développé une méthode de mesure Kerr permettant de déterminer de façon précise la fonction d'énergie d'anisotropie magnétique dans le plan de couches. De plus, grâce au développement expérimental du banc magnéto-optique et aux efforts consacrés à l'analyse du signal Kerr, des études très détaillées des différentes contributions (non linéaires, polaires magnéto-cristallin et dipolaire, opto-structurel, ...), même faibles ($\cong 1\%$), au signal magnéto-optique Kerr, peuvent être réalisées, sur les couches minces. Ces contributions traduisent la symétrie cristallographique du système étudié ainsi que les brisures de symétrie liées à la morphologie des surfaces – des interfaces (croissance d'îlots asymétriques) induites par les conditions d'élaboration des couches épitaxiées.

Ce montage expérimental s'avère être un outil performant dans le cadre de nos études portant sur les corrélations entre les propriétés magnétiques, structurales et la morphologie de films minces ferromagnétiques. Le montage MOKE a apporté une contribution importante à la nouvelle thématique «*des couches minces magnétiques épitaxiées sur silicium*» abordée, à l'aide de méthodes d'analyse de surface complémentaires (analyse global et en champ proche), par deux groupes du LPSE groupes :

- le groupe «*Siliciure*» qui, aujourd'hui est placé sous la direction du Prof. P. Wetzel, et s'intitule «*couches minces magnétiques*» (3 permanents : F. Dulot et M.C. Hanf; C. Krembel / doctorants : M. Kak (2001-03) et S. Régis (depuis sept. 2003))
- le groupe «*Champ proche AFM-STM – Spectroscopie*» dirigé par le Prof. C. Pirri. C'est en 1997 qu'il a initié le montage d'un bâti ultra-vide équipé d'un microscope à effet tunnel et à force atomique sous vide (STM-AFM) dotant ainsi le laboratoire d'un outil puissant d'analyse à l'échelle atomique et nanométrique des surfaces (2 permanents : J.L. Bubendorff et G. Garreau / doctorants : S. Hajjar (2000-2004) et R. Jaafar (depuis sept. 2006)).

¹ Structures et propriétés magnétiques de couches minces de fer et d'alliages de fer-cobalt épitaxiées sur Si(001), thèse UHA-Mulhouse - 2001

Par ce bref historique, j'ai souhaité donner au lecteur les clefs qui lui permettront par la suite de juger au mieux mon rôle au sein du laboratoire, mon apport dans l'étude des systèmes Fe/Si et d'apprécier la contribution de l'ensemble des chercheurs du LPSE associés à ce travail.

Mais avant d'aborder ce thème je voudrai mentionner brièvement les résultats obtenus dans le cadre de l'étude structurale des siliciures ternaires non magnétiques $(Co_{1-x}Fe_x)_2Si$, à laquelle j'ai participé à mon arrivée au LPSE, et des propriétés magnétiques des siliciures binaires de fer $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ et ternaires d'alliages de fer-cobalt $(Co_{1-x}Fe_x)_3Si$, systèmes sur lesquels j'ai effectué les premières expériences magnéto-optique par effet Kerr.

I.2 Siliciures ternaires : un système complexe

Les mesures de diffraction de rayon X (XRD)¹, de photoélectrons X (XPD) et d'électrons de basse énergie (LEED) des films minces de siliciure $(Co_{1-x}Fe_x)_2Si$ recuits à 650°C, suggèrent la formation d'une (de) phase(s) bien ordonnée(s). Néanmoins, il n'est pas possible d'exclure la coexistence de phases de type CaF_2 , $CsCl$ et/ou $\alpha-FeSi_2$ de fait que leurs différentes structures se déduisent toutes à partir de celle de $FeSi(CoSi)$ -type $CsCl$ (voir Fig. I.1 page 21). Afin d'obtenir des informations plus précises sur l'environnement local nous avons mesuré l'absorption de rayons X (EXAFS) à basse température, au seuil K du Fe et du Co, au LURE². Ce travail s'est fait en collaboration avec M.H. Tuilier³. Les résultats indiquent que le Co conserve un environnement similaire à celui qu'il a dans $CoSi_2$ -type CaF_2 même pour des stoechiométries riches en Fe, alors que ce dernier garde un environnement voisin de celui qu'il possède dans la structure $\alpha-FeSi_2$. Ces résultats semblent indiquer qu'il pourrait exister une démixtion de phases à l'échelle macroscopique, confirmé ultérieurement par les expériences de diffraction asymétrique de rayons X (AXRD) en rayonnement synchrotron faites en collaboration avec V. Pierron-Bohnes. De ces mesures AXRD [23], nous avons :

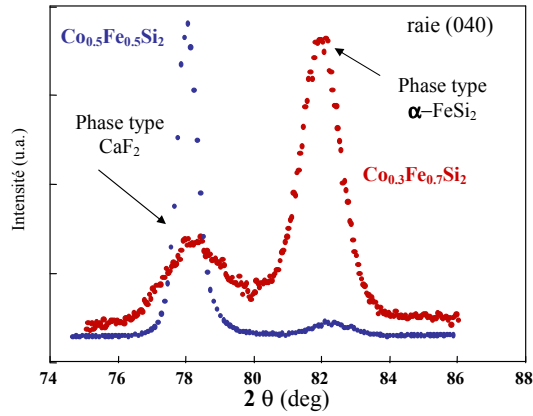
- conclu à l'absence, dans les films, de la phase M_2Si de type $CsCl$: aucun pic de réflexion de Bragg lié à la surstructure d'un siliciure cubique- $CsCl$, et interdit dans la structure CaF_2 , n'a été détecté.
- estimé la proportion de la phase de type CaF_2 par rapport à la phase $\alpha-FeSi_2$, dans les couches de siliciure (Fig. I.2) en mesurant l'intensité intégrées

¹Mesures effectuées à IPCMS Strasbourg par S. Hong et V. Pierron-Bohnes

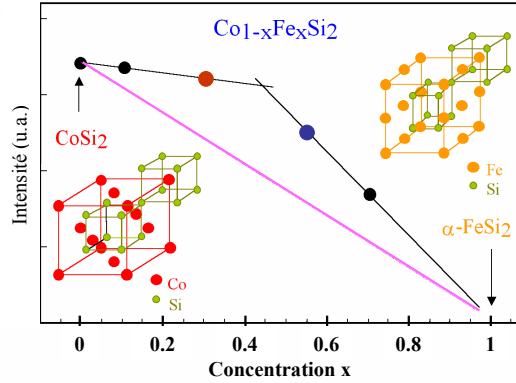
²Laboratoire pour l'utilisation du rayonnement Synchrotron, Paris Sud - Orsay

³Contact LPSE avec le LURE

des raies (040), (202), et (240) des structures $\alpha\text{-FeSi}_2$ tetragonale et CaF_2 cubique, à plusieurs longueurs d'onde. La proportion de phase CaF_2 ne varie pas de façon linéaire avec x indiquant qu'une partie du Fe (Co) est incorporé dans la structure CoSi_2 -type CaF_2 ($\alpha\text{-FeSi}_2$). Les domaines de siliciure de type $\alpha\text{-FeSi}_2$ occupe moins de 10% du volume total pour les films riches en Co ($x < 0.5$) ce qui semble confirmer qu'un taux important de Fe est incorporé dans les sites métalliques de la structure CoSi_2 -type CaF_2 .



(a) Spectre θ - 2θ . Pic de réflexion de Bragg (004) des domaines de structure $\alpha\text{-FeSi}_2$ ($2\theta \approx 82^\circ$) et CoSi_2 -type CaF_2 ($2\theta \approx 78^\circ$) pour $\text{Co}_{0.3}\text{Fe}_{0.7}\text{Si}_2$ ($x = 0.7$) et $\text{Co}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}\text{Si}_2$ ($x = 0.5$).



(b) Proportion de phase CaF_2 dans un alliage ternaire de $\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Si}_2$ en fonction de la composition nominale x de Fe.

FIG. I.2 – Mesures de diffraction de rayons X des couches minces de composition nominale $\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Si}_2$.

Les observations de microscopie électronique à transmission en haute résolution (HRTEM) en section transverse montrent clairement la coexistence de grains de phases différentes (exemple : Fig. I.3). De plus, les clichés de diffraction en aire sélectionnée (SAD)[24] obtenus en vue plane ainsi que les simulations (Fig. I.4) des images HRTEM [24, 25] confirment que seules les phases de type $\alpha\text{-FeSi}_2$ et CaF_2 sont présentes dans les films.

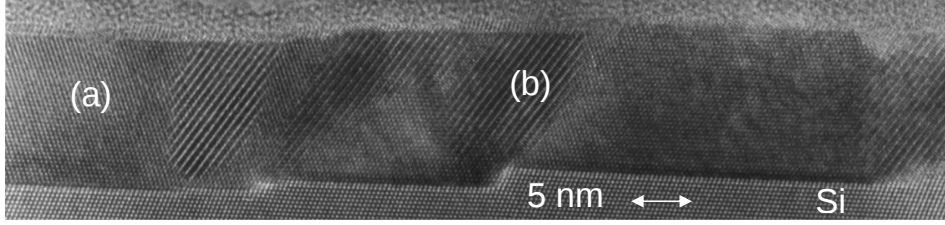


FIG. I.3 – Image HRTEM en section transverse dans la direction $[\bar{1}\bar{1}0]_{\text{Si}}$ d'une couche $\text{Co}_{0.3}\text{Fe}_{0.7}\text{Si}_2$ épitaxiée sur substrat vicinal de Si(111) (vicinalité de 4°). La différence de contraste permet d'identifier clairement des grains de structures : (a) de type CaF_2 et (b) de type $\alpha\text{-FeSi}_2$. [Image : P. Bertoncini (LPSE) et V. Pierron-Bohnes (IPCMS Strasbourg)]

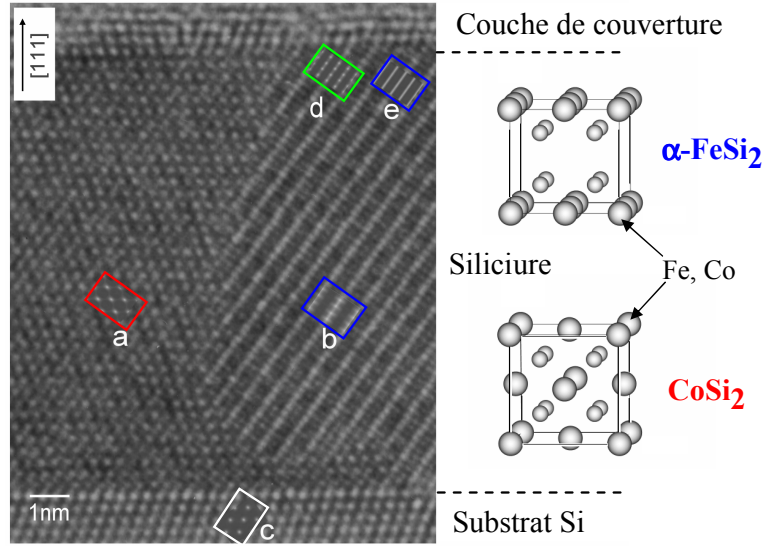


FIG. I.4 – Image HRTEM en section transverse dans la direction $[\bar{1}\bar{1}0]_{\text{Si}}$ d'une couche $\text{Co}_{0.7}\text{Fe}_{0.3}\text{Si}_2$ de 13 nm d'épaisseur. Les lettres indiquent les simulations correspondantes aux différentes phases possibles de structure : (a) CaF_2 , (b) $\alpha\text{-FeSi}_2$ dont l'axe $[001]$ est dans le plan de la figure et les autres orientations (e), (c) substrat Si et (d) la phase lacunaire de type CsCl . A droite sont représentées les structures des siliciures binaires : CaF_2 (CoSi_2) et $\alpha\text{-FeSi}_2$. [Image et simulations : V. Pierron-Bohnes, IPCMS Strasbourg]

A ce stade, malgré l'ensemble des méthodes d'analyses utilisées, la composition chimique des cristallites, i.e le taux d'incorporation de Fe (Co) dans la structure CaF_2 reste indéterminée. Nos mesures d'absorption X (EXAFS), technique sensible à l'ordre chimique et structural à courte distance, n'ont pas apporté les réponses escomptées du fait que l'on moyenne l'information sur l'environnement local des deux structures identifiées par HRTEM et AXRD. Un moyen d'accéder simultanément à l'ordre à longue et courte distance est une technique récente [26] : la diffraction anormale d'absorption de rayon X (DAFS) qui combine la sélectivité chimique et cristallographique à courte distance de EXAFS et l'ordre à longue distance (XRD). Cette technique a été utilisée pour analyser nos échantillons au LURE. J'ai participé aux expériences mais le travail d'exploitation fastidieux et complexe des données DAFS a été réalisé par O. Ersen [27]¹ sous la direction de V. Pierron-Bohnes (XRD) et M.H. Tuilier (EXAFS). Des couches $CoSi_2$ et $FeSi_2$ de structure CaF_2 et $\alpha-FeSi_2$ respectivement, ont été mesurées en EXAFS et utilisées comme échantillons de référence en DAFS. Les analyses DAFS ont permis de quantifier la taux de Fe (Co) incorporé dans la structure $CoSi_2$ -type CaF_2 ($\alpha-FeSi_2$) et substituant les atomes de Co (Fe). Pour une composition nominale $Co_{0.3}Fe_{0.7}Si_2$ ($x = 0.7$) la concentration du fer sur les sites métalliques de la structure cubique CaF_2 est de 40% ce qui correspond à une composition nominale de $Co_{0.6}Fe_{0.4}Si_2$ ($x = 0.4$). La concentration de cobalt dans la phase $\alpha-FeSi_2$ est de 5%, ce qui donne une composition $Co_{0.05}Fe_{0.95}Si_2$ ($x = 0.05$) pour la phase $\alpha-FeSi_2$.

En conclusion, ces systèmes ternaires de di-siliciure, obtenus à température ambiante par épitaxie par jets moléculaires, cristallisent dans une structure lacunaire de type $CsCl$. Ces couches pseudomorphes subissent une transformation de phase après recuit à 650°C. Pour les compositions riches en Fer, il y a une séparation en grains de structure cubique de type CaF_2 et tétragonale de type $\alpha-FeSi_2$. Les phases obtenues sont métastables : à l'état massif la phase $\alpha-FeSi_2$ est stable au dessus de 900°C, et d'après le diagramme de phase des alliages ternaires seul 3.5% de $FeSi_2$ peut être dissous dans $CoSi_2$ [28] alors que nos films incorporent jusqu'à 40 % de Fe dans la phase cubique CaF_2 , ce qui est un fait remarquable. Pour les siliciures riches en Co, il est donc possible d'obtenir un film pratiquement monophasé de type CaF_2 sur substrat Si(111). Par contre en utilisant des substrats vicinaux on favorise l'apparition de la phase $\alpha-FeSi_2$ comme on l'observe sur la figure fig.I.3 : les contraintes en bord de marches jouent le rôle de centre de nucléation pour $\alpha-FeSi_2$.

¹ATER à l'IUT de Mulhouse (2001-2002) - Équipe de recherche de M.H. Tuilier

L'étude de ces siliciures $Co_{1-x}Fe_xSi_2$ recuit à 650°C à durée plusieurs années (1996-2000) du fait des accès limités aux expériences en rayonnement synchrotron nécessaire pour différencier et quantifier les différentes phases présentes dans ces systèmes ternaires. Pour ma part, dans cette étude, j'ai élaboré les couches et participé aux expériences en rayonnement synchrotron au LURE. J'ai travaillé aux traitements des premières données EXAFS, à leurs simulations à partir de l'hypothèse d'une séparation de phase possible : les simulations intégraient un échange et une substitution entre atomes de Co et Fe dans les structures $CoSi_2$ -type CaF_2 et $\alpha-FeSi_2$. J'ai aussi participé aux traitements des données de XDR collectées en rayonnement synchrotron.

En parallèle à ce travail, j'ai élaboré des siliciures ferromagnétiques et je me suis intéressé à leurs propriétés magnétiques. Ces siliciures font l'objet des deux paragraphes suivants.

I.3 Siliciures de métaux ferromagnétiques

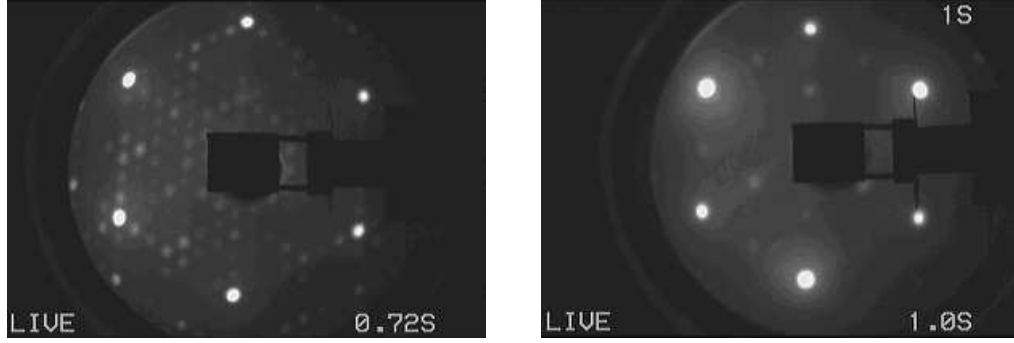
I.3.1 Croissance des siliciures sur Si(111)

Les siliciures $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ et M_3Si ($M = Fe_{1-x}Co_x$) métastables sont obtenus par co-dépôt à température ambiante dans les rapports stoechiométriques sur une matrice¹ de siliciure d'épaisseur de l'ordre de 1 nm. La couche tampon est obtenue par dépôt de 2 monocouches² (MC) de Fe (Co) à température ambiante sur le silicium reconstruit Si(111) (7×7) (Fig. I.5(a)). Ce premier dépôt a pour but de consommer les adatoms de la surface de Si. Il est suivi par un co-dépôt de 3 MC de Fe (3 MC Co) et de 6 MC de Si. Le substrat est ensuite chauffé à 550°C pendant 10 minutes et il se forme un siliciure de fer $FeSi_2$ (de cobalt $CoSi_2$). Il a été montré que ce traitement fait apparaître une surstructure de type $p(2 \times 2)$ (Fig. I.5(b)) attribuée à une reconstruction des atomes de Si en surface [29].

Cette matrice, stable pour des températures de recuit inférieures à 550°C, joue le rôle de germe de croissance pour l'épitaxie de la couche $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ ou M_3Si . De plus, elle évite la diffusion des atomes de Si du substrat dans la couche ferromagnétique, qui aurait lieu, même à température ambiante. Les couches minces de siliciures $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ et M_3Si , respectivement d'épaisseur 20 nm et 10 nm, épitaxiés à température ambiante sont ensuite protégées par un dépôt de 2 nm de Si

¹J'utiliserais sans distinction le terme *matrice* ou *couche tampon*

²La monocouche d'un élément est définie comme la densité atomique d'un plan (111) de la structure cubique de cet élément (*atomes/cm²*)

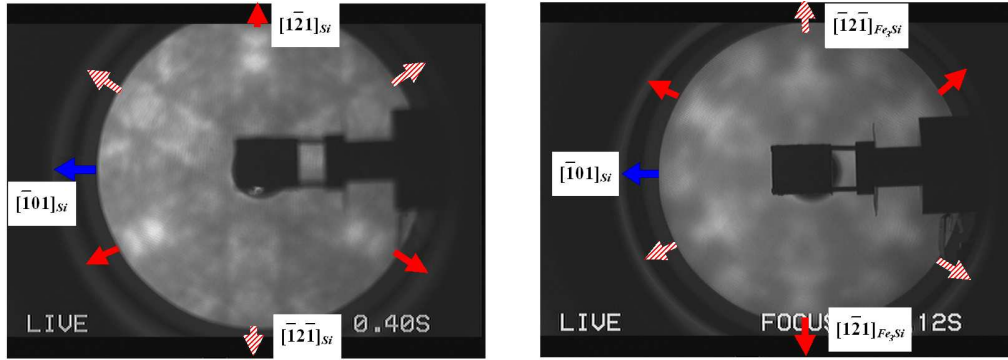


(a) (7×7) d'un substrat Si(111) obtenue pour une énergie de 44 eV.

(b) $p(2 \times 2)$ d'une couche tampon $FeSi_2/Si(111)$ enregistrés à 52 eV.

FIG. I.5 – Diagrammes de diffraction cohérente d'électrons de basses énergies (**LEED**).

afin de les préserver de l'oxydation pour les mesures *ex situ*. Le lecteur trouvera plus de détails sur la préparation et la caractérisation structurale dans la référence [30].



(a) Substrat Si(111) : les flèches en rouge indiquent les 3 directions cristallographique équivalentes $\langle 1\bar{1}1 \rangle_{Si}$.

(b) Siliciure épitaxié $Fe_3Si/Si(111)$.

FIG. I.6 – Diagrammes incohérente d'électrons (**IMEED**) du Si(111) et de la couche de siliciure ternaire Fe_3Si obtenus à une énergie primaire de 840 eV. On note la symétrie d'ordre 3 sur les deux diagrammes et la rotation du réseau de siliciure de 180° par rapport à celui du Si(111)

Toutes les couches $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$, sont métalliques et présentent une structure cubique dérivée de la structure DO_3-Fe_3Si (Structure cubique centrée α -Fe pour $x = 1$ et $FeSi-CsCl$ pour $x = 0$: voir Fig I.1 page 21) caractérisée par un diagramme de diffraction LEED (1×1) avec des taches de diffraction larges mais intenses. Les clichés de diffraction IMEED (Fig. I.6) montrent clairement que les films possèdent une symétrie cristallographique d'ordre 3 comme le Si(111) mais les siliciures sont

épitaxiés monodomaines avec une orientation de type B, *i.e.*, le réseau du siliciure est tourné de 180° par rapport à celui du Si(111) :

$$[111]_{\text{Siliciure}} // [111]_{\text{Si}} \quad \text{et} \quad [10\bar{1}]_{\text{Siliciure}} // [\bar{1}01]_{\text{Si}}$$

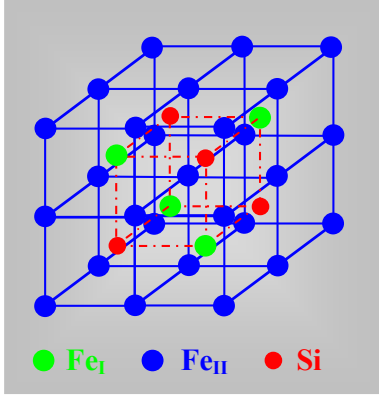


FIG. I.7 – Cellule unitaire de la structure DO3-type Fe_3Si ordonnée.

D'après les mesures XPD [12], nos films présentent un ordre local DO_3 . Si l'on se réfère à la figure I.7 on note que la structure de type DO_3 est un réseau de type $CsCl$ constitué de deux sous réseaux cubiques simples. Un des sous réseaux est occupé uniquement par les atomes de Fe_{II} et le second est constitué pour moitié d'atomes de Si et de Fe (Fe_I). Un ordre local DO_3 signifie que le premier sous réseau est occupé uniquement par du Fe (Fe_{II}) et que les atomes de Fe (Fe_I) et de Si occupent aléatoirement le second sous réseau. Pour les siliciures riches en fer ($0.5 \leq x \leq 1$) les atomes de Si sont substitués par ceux de Fe et pour les siliciures à faible concentration de fer

($0 \leq x \leq 0.5$) les atomes de Fe_I remplacent ceux de Si.

Concernant les couches de siliciures ternaires $M_3Si/Si(111)$ on observe des diagrammes LEED (1×1) (pour $0 \leq x \leq 2,5$) comparables à ceux observés pour les couches $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ excepté pour $CoSi_3$ ($x = 3$) qui présente un fond continu signifiant que les films $CoSi_3$ sont amorphes ou polycristallins. Les clichés IMED ($0 \leq x \leq 2,5$) montrent, comme pour les couches $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$, que les siliciures ($Fe_{1-x}Co_x$) $_3Si$ ($0 \leq x \leq 2,5$) sont épitaxiés avec une orientation de type B. Ces films sont métalliques et présentent une structure cubique dérivée de la structure cubique DO_3-Fe_3Si , déduite par substitution des atomes de Fe par des atomes de Co.

I.3.2 Propriétés magnétiques

Les cycles d'hystérésis, dans le plan des couches de siliciures binaires et ternaires, ont été mesurés au LPSE par effet Kerr magnéto-optique en configuration longitudinale ¹ à l'aide du montage que je venais de mettre en place. Les moments magnétiques

¹Le champ magnétique est appliqué dans le plan de l'échantillon et dans le plan d'incidence de faisceau : voir Annexe A.2 page 121

portés par les atomes de fer et de cobalt ont été obtenus à partir des mesures de dichroïsme en absorption X (XMCD) au LURE (collaboration avec M.C. Hanf et B. Loegel).

I.3.2.a Les siliciures binaires Fe-Si

La présence de cycle d'hystérésis, pour l'ensemble des films $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ de composition $x \geq 0.09$ ($Fe_{1.35}Si$), indique qu'ils sont ferromagnétiques à température ambiante. Sur la figure I.8 on note que les cycles d'hystérésis sont "carrés" lorsque le champ magnétique est balayé selon la direction $[\bar{1}01]_{Si}$, cycle typique d'un axe de facile aimantation, *i.e.* un minimum d'énergie d'anisotropie magnétique. Les champs coercitifs mesurés selon cette direction sont compris 30 Oe ($x = 1$) et 220 Oe ($x = 0.09$)¹. Dans la direction $[1\bar{2}1]_{Si}$, les cycles, sans rémanence, sont caractéristiques d'un axe de difficile aimantation.

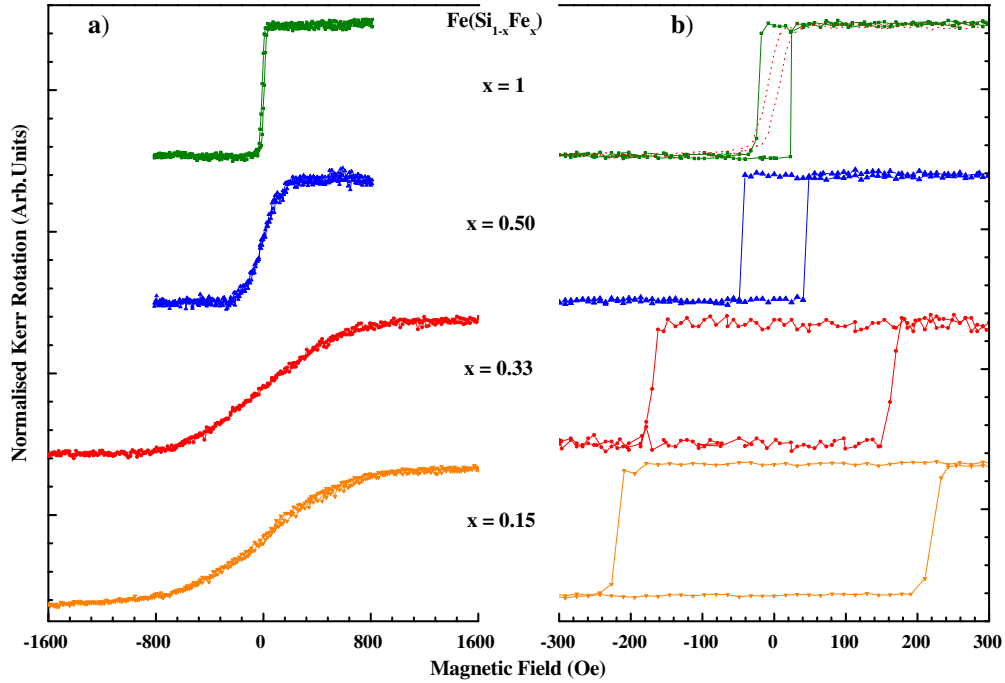


FIG. I.8 – Cycles d'hystérésis magnéto-optique Kerr obtenus sur des films $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ de 20 nm d'épaisseur pour différentes concentrations x de Fe et mesurés **a)** pour le champ appliqué selon la direction $[1\bar{2}1]_{Si}$ correspondant à un axe de difficile aimantation et **b)** pour le champ appliqué selon la direction $[\bar{1}01]_{Si}$: l'axe de facile aimantation. La direction $[\bar{1}01]_{Si}$ est la direction perpendiculaire au plan d'incidence du flux d'atomes Fe-Si. En **b)** la courbe en pointillés correspondant à celle du Fe ($x = 1$) mesurée dans la direction $[1\bar{2}1]_{Si}$.

¹Un champ magnétique de 1 Oe (Oersted) correspond à $\frac{1}{4\pi} \times 10^3 \cong 80$ A/m

Nos couches minces $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ possèdent donc une anisotropie magnétique uniaxiale¹, de symétrie de rotation d'ordre π (ordre 2 en spin-orbite) dans le plan. La densité d'énergie d'anisotropie uniaxiale s'écrit $E_U = K_U \times \sin^2(\theta)$ et elle est quantifiée par une constante d'anisotropie K_U , qui correspond à l'énergie mise en jeu pour amener l'aimantation de l'axe de facile aimantation ($\theta = 0$ direction $[\bar{1}01]_{Si}$) le long de l'axe de difficile aimantation ($\theta = \pi/2$ direction $[1\bar{2}1]_{Si}$). L'anisotropie magnétique de ces couches ne reflète pas leur anisotropie cristalline qui est de symétrie d'ordre 3 (symétrie magnétique $2\pi/6$). Ceci avait déjà été observé par d'autres auteurs pour des couches minces de Fe ou de Co déposées sur semi-conducteur GaAs [31, 31–33] ou Si(111) [22, 34] sur Ag(001) [35] ou sur MgO [36, 37]. Les valeurs de la constante d'anisotropie uniaxiale² sont sensiblement constantes quel que soit x ($K_U = (1.15 - 1.84) \times 10^5 \text{ erg/cm}^3 \approx 1.6 \times 10^{-25} \text{ J/atomes}$). Elles ont été calculées à partir des valeurs du moment magnétique atomique déterminées par XMCD.

L'anisotropie uniaxiale est induite par l'évaporation. L'axe de facile aimantation de cette anisotropie magnétique présente dans nos couches est toujours perpendiculaire au plan d'incidence du flux d'atomes de Fe de la cellule d'évaporation pour l'ensemble des compositions des siliciures binaires ou ternaires.

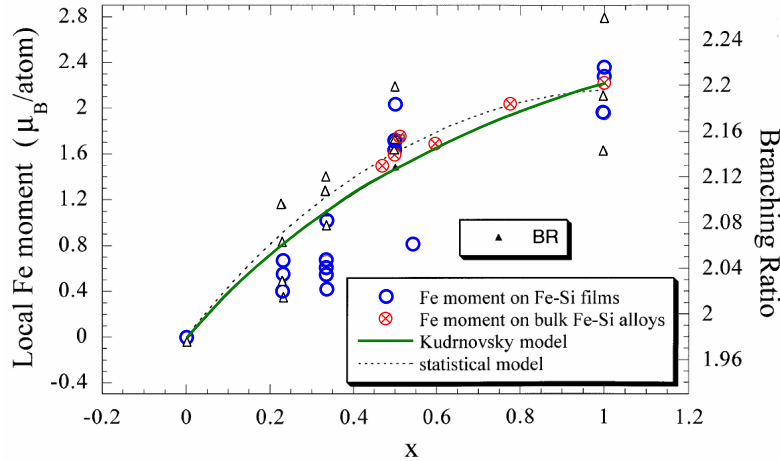


FIG. I.9 – Moment magnétique moyen μ_{Fe} porté par un atome de Fe en fonction de la concentration x des films de 20 nm $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$. Les données expérimentales sont représentées par $\circ$. Les symboles $\otimes$ correspondent à des mesures effectuées sur des alliages Fe-Si massifs [38–40]. Le trait plein (—) et en pointillé (.....) représente respectivement les calculs de μ en utilisant le modèle du moment local de Kudrnovsky et le modèle statistique

¹L'aimantation tend à s'orienter dans une direction privilégiée dans le plan des couches. Les différentes contributions possibles à l'énergie d'anisotropie magnétique sont définies en annexe A.1 du mémoire.

²Une densité d'énergie de 1 J/m^3 correspond à 10 erg/cm^3

Sur la figure I.9 est reporté le moment magnétique moyen μ_{Fe} porté par un atome de Fe en fonction de la concentration x . Il a été calculé à partir des nos mesures de XMCD au seuil $L_{2,3}$ du Fe. Les détails sur la géométrie de mesure et le traitement des données sont explicités dans les références [41, 42]. Nos valeurs de μ_{Fe} sont proches de celles mesurées sur des alliages massifs de Fe-Si par diffraction de neutrons et par des mesures d'aimantation à saturation [38–40].

Nous avons utilisé deux modèles développés pour les alliages massifs afin de décrire la variation de μ_{Fe} avec x .

Le premier proposé par Hines et al. [39] fait deux hypothèses : **i)** -quelque soit x les atomes Fe_I , qui ont 8 premiers voisins Fe_{II} , portent un moment local constant est égal à celui du Fe massif ($2.2\mu_B$), et **ii)** -la valeur du moment porté par les atomes Fe_{II} ne dépend que du nombre de premiers voisins Fe_I . Nous avons appliqué ce modèle à nos couches en introduisant la probabilité de trouver i premiers voisins Fe_I pour un Fe_{II} sous forme de loi binomiale en fonction de x .

Le second modèle de l'environnement local de Kudrnovsky et al. [38] suppose que **i)** -le moment porté par Fe_{II} varie linéairement avec x pour $0.5 \leq x \leq 1$, hypothèse que nous avons extrapolé à $x \leq 0.5$, et **ii)** - le moment magnétique de Fe_I est celui du Fe massif.

Les résultats des calculs effectués à partir des deux modèles (statistique et moment local) sont représentés sur la I.9. Les valeurs de $\mu_{Fe}(x)$, par les deux approches, sont quasi identiques. Pour les faibles concentrations en Fe ($x \leq 0.33 \Leftrightarrow Fe_2Si$) le moment mesuré est plus faible que ceux calculés. Cela est très certainement lié à l'abaissement de la température de curie pour $x \leq 0.5$ ($T_C = 600^\circ\text{C}$ pour Fe_3Si [43]). Nous avons attribué la réduction du moment magnétique du fer, en augmentant la concentration de Si, à la diminution du nombre d'atomes Fe_I et à la réduction du moment magnétique porté par Fe_{II} avec le nombre croissant de premiers voisins de silicium.

I.3.2.b Les siliciures d'alliages de fer-cobalt

Les mesures d'effet Kerr magnéto-optique des couches $(Fe_{1-x}Co_x)_3Si$, d'épaisseur 10 nm, montrent que ces films sont ferromagnétiques à température ambiante et possèdent une anisotropie magnétique uniaxiale dans le plan des couches comme les films $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$. La substitution du Fe par du Co dans M_3Si ($M = Fe_{1-x}Co_x$) conduit à une augmentation du champ coercitif qui atteint 390 Oe (32.7×10^3 A/m) pour Co_3Si , à comparer avec celui de Fe_3Si qui vaut 75 Oe (6.3×10^3 A/m).

La constante d'anisotropie uniaxiale K_U de ces siliciures ternaires n'est que peu

dépendante du taux de substitution de Fe par le Co ($K_U = (1.68, 0.65, 1.66 \text{ et } 2.31) \times 10^5 \text{ erg/cm}^3$ pour $x = (1/3, 1/2, 2/3 \text{ et } 1)$) comme nous l'avons observé dans les siliciures binaires pour la substitution du Fe par Si. Nous avons déterminé K_U à partir de la valeur du moment à saturation M_S obtenue par XMCD en modélisant la dépendance de l'énergie $E_{sat}(\theta)$: énergie nécessaire à saturer les couches lorsque le champ H est appliqué dans une direction polaire θ par rapport à une direction de référence de la couche : la direction de facile aimantation ($[\bar{1}01]_{Si}$). L'énergie $E_{sat}(\theta) = \int_0^{M_S} H dM$ est calculée à partir des cycles Kerr [42, 44].

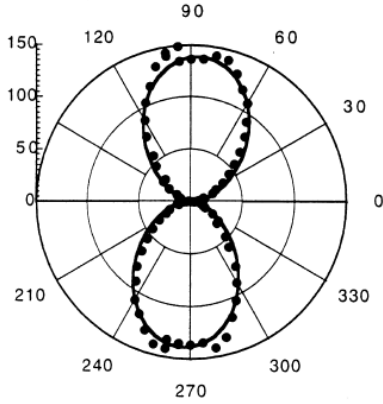


FIG. I.10 – Énergie à saturation E_{sat} dans le plan d'un film de Fe_2CoSi ($x = 1/3$). L'angle de référence $\theta = 0^\circ$ est la direction $[\bar{1}01]_{Si}$: l'axe de facile aimantation.

La figure I.10 en donne une illustration : les points correspondent à l'énergie E_{sat} calculée et la courbe en trait plein est un ajustement à partir de l'expression de la densité d'énergie d'anisotropie uniaxiale $E_U = K_U \times \sin^2(\theta)$.

La symétrie magnétique d'ordre 2 est clairement mise en évidence. Comme dans le cas des films $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ l'axe de facile aimantation de l'anisotropie uniaxiale coïncide avec la direction $[\bar{1}01]_{Si}$ qui est perpendiculaire au plan d'incidence du flux d'atomes de Fe et Co. l'anisotropie uniaxiale a été observée dans des systèmes ferromagnétiques en couches minces élaborés par évaporation en incidence oblique, par différents groupes [31–37, 45–53, 53, 54] et

est corrélée à la géométrie des chambres de dépôt. La question de son origine physique fera l'objet ultérieurement d'une étude très détaillée sur le système Fe/Si(111).

Sur la figure I.11 sont tracés les moments magnétiques moyens μ des atomes de Fe et Co en fonction du taux de substitution x de Fe par le Co, pour nos films M_3Si . Ils ont été obtenus par les mesures de dichroïsme en absorption X, réalisées au LURE, au seuil $L_{2,3}$ du fer et du cobalt. Nos mesures sont similaires à celles déterminées par diffraction de neutrons [41, 55] sur des alliages massifs $(Fe_{1-x}Co_x)_3Si$ de concentration en Co $x \leq 2/3$ qui est la limite de solubilité du Co.

Est-ce la nature chimique de l'environnement ou bien le moment porté par les seconds voisins du Fe qui détermine la valeur du moment atomique du Fe ? Pour répondre à cette question, nous avons utilisé trois modèles, qui ont été appliqués aux

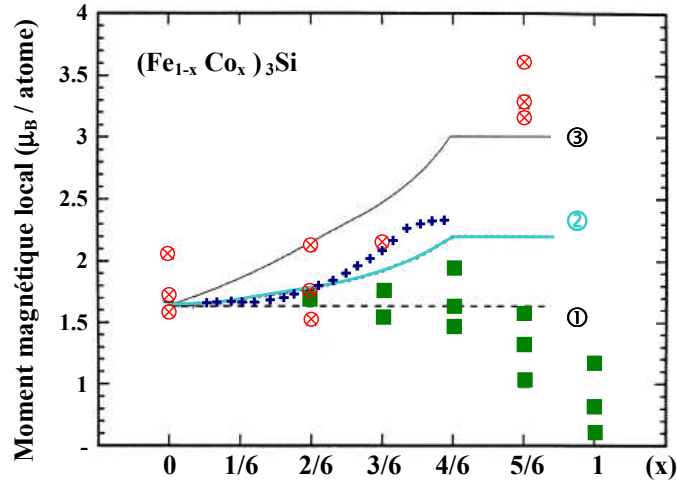


FIG. I.11 – Moment magnétique moyen μ porté par les atomes de Fe ($\otimes$) et Co ($\blacksquare$) en fonction du taux de substitution x pour les films M_3Si ($M = Fe_{1-x}Co_x$) de 10 nm d'épaisseur. Les symboles $+$ correspondent à des mesures effectuées sur des alliages Fe-Co-Si massifs [55, 56] pour $x \leq 2/3$.

alliages à l'état massif :

- Le premier considère que le Co se substitue aléatoirement au Fe. Dans ce cas, on trouve que le moment moyen du fer doit rester constant pour l'ensemble des stoechiométries $0 \leq x < 1$ (Fig. I.11 : - - -),
- Le second est le modèle proposé par Hines et al. [39], déjà utilisé dans le cas des siliciures binaires $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ (Fig. I.11 : —),
- Le troisième, un modèle de sélection de sites préférentiels. (Fig. I.11 : —)

Le dernier modèle est celui qui est en bon accord avec nos résultats. Les atomes de cobalt se substituent donc préférentiellement aux atomes de fer Fe_{II} dans les films $(Fe_{1-x}Co_x)_3Si$. Nous en avons aussi déduit que c'est uniquement la nature des premiers voisins qui fixe la valeur du moment local moyen du fer. La présence de Co a pour conséquence d'augmenter notablement le moment local du Fe : $\mu_{Fe} \approx 3.2\mu_B$ pour $Fe_{0.5}Co_{0.5}Si$ ($x = 5/6$) (pour le Fe bcc $\mu_{Fe} = 2.2\mu_B$ et pour le Co fcc $\mu_{Co} = 1.7\mu_B$).

Chapitre II

Systèmes magnétiques sur

Si(001) :

Croissance et magnétisme de couches minces de Fe et d'alliages de FeCo

Sommaire

II.1 Introduction - Contexte	38
II.2 Couches minces de Fe sur Si(001)	41
II.3 Couches ultra minces d'alliages de Fe-Co épitaxiées sur Si(001)	48
II.4 Propriétés et anisotropies magnétiques	53
II.4.1 Magnétométrie SQUID	53
II.4.2 Mesures magnéto-optique Kerr de l'anisotropie cubique	54
II.4.2.a Méthode du champ transverse ou <i>Bias Field</i>	57
II.4.2.b Évolution de K_1 en fonction de l'épaisseur de Fe	60
II.4.3 La contrainte biaxiale, un rôle primordial	61
II.4.4 Conclusion	64
II.5 Diagramme de phase d'anisotropie magnétique des alliages de Fe-Co	65
II.6 Conclusion	68

II.1 Introduction - Contexte

La croissance de matériaux ferromagnétiques épitaxiés sur des substrats semi-conducteur a suscité un regain d'intérêt important dans les années 90 du fait des potentialités importantes de ces structures hybrides en magnéto- ou opto-électronique [57–59]. Des résultats avaient déjà été obtenus sur les semi-conducteurs III-V tels que GaAs [57–60]. Il avait aussi été mis en évidence un couplage magnétique entre couches de Fe au travers d'une couche de Si amorphe [61]. Par l'utilisation de substrat de silicium on pourrait envisager une intégration directe de structures magnétiques dans la technologie micro électronique du Si qui est industriellement la plus développée et la moins onéreuse. L'intégration technologique potentielle de systèmes magnétiques implique une maîtrise de la croissance épitaxiale de ferromagnétiques de dimensions nanométriques de bonne qualité sur silicium ainsi qu'une compréhension d'un point de vue d'une recherche plus fondamentale de leurs propriétés magnétiques. L'élaboration maîtrisée de tels systèmes permet d'explorer les corrélations entre leur structure à l'échelle atomique et mésoscopique et leurs propriétés d'anisotropie magnétique.

Durant les deux décennies précédant le milieu des années quatre-vingt-dix, la recherche avait principalement porté sur les propriétés magnétiques de couches minces déposés sur substrats soit métallique [60] ou semi-conducteur III-V [60, 62–68]. Les études portant sur la croissance de systèmes ferromagnétiques sur substrat de silicium étaient quasi-inexistantes [41, 42, 51, 69–72]. La forte réactivité chimique de la surface du Si, en particulier avec les métaux de transition 3d, conduit inévitablement à l'interdiffusion non contrôlée à l'interface Fe/Si [30, 69, 70, 72–78] ce qui donne lieu, d'une part à la formation d'une couche «magnétique morte» indésirable et, d'autre part à la modification des propriétés magnétiques de couches (moment atomique μ , température de Curie T_C , anisotropie ...) dues à la présence de Si dans le Fe [79, 80]. Pour éviter l'interdiffusion, des couches tampons de nature métalliques ou isolantes ont été utilisées avec succès (p. ex. Cu [81, 82], CaF_2 [83, 84]). La croissance sur substrat refroidit [69, 72, 75–78] à été une autre voie explorée. Il s'avère nécessaire d'obtenir une interface la plus abrupte possible entre le Si et la couche métallique, ainsi que de maîtriser la diffusion du Si dans la couche de Fe afin de contrôler les propriétés cristallographique et magnétique de ces couches.

Au laboratoire, il avait été démontré qu'il est possible, - d'une part d'épitaxier le fer dans sa structure cubique centrée $\alpha\text{-Fe}$ en couches monodomaines sur Si(111) (Fig. I.1 page 21) [85, 86] et ce, malgré le désaccord de maille important entre le fer et le silicium ($\eta_{\text{Fe/Si}} \cong +5.6\%$)¹, - et d'autre part de bloquer la diffusion de

¹La différence de paramètre de maille η par rapport au substrat est : $\eta_{\text{Fe/Si}} = (2 \cdot a_{\text{Fe}} - a_{\text{Si}}) / a_{\text{Si}}$

Si, par l'intermédiaire d'une couche tampon ultra mince (1 nm) de di-siliciure de Co ou de Fe ($CoSi_2$, $FeSi_2$), qui permet ensuite de stabiliser par épitaxie, des systèmes ferromagnétiques métastables¹ binaires et ternaires [22, 87, 88]. De plus, les siliciures magnétiques ou non possèdent tous une structure cubique, permettant d'envisager la réalisation d'hétérostructures à base de couches magnétiques et non magnétiques.

Tous nos films étudiés, jusqu'à lors, présentaient une anisotropie uniaxiale fréquemment observée dans d'autres systèmes ferromagnétiques épitaxiés [31–37, 47–51]. Cette anisotropie peut être induite soit, par l'utilisation de substrats vicinaux ou nanostructurés [48, 50, 51, 89] ou comme dans notre cas par la géométrie d'évaporation, *i.e.*, l'incidence oblique du flux d'atomes par rapport à la normale du substrat [47, 52, 53].

Dans les couches minces de symétrie cubique l'aimantation est planaire, *i.e.*, dans le plan des couches, pour des épaisseurs supérieures à quelques monocouches [74, 82, 90–104]. Dans ce cas, les contributions anisotropes, à l'énergie magnétique totale² d'un film non contraint, sont l'énergie magnéto-cristalline traduisant les symétries du cristal, et éventuellement une énergie d'anisotropie induite par le dépôt. Cette dernière est la seule présente dans nos films $Fe_{3-x}Co_xSi$ et $Fe(Fe_{1-x}Si_x)$ pour lesquels aucune anisotropie magnéto-cristalline n'a été observée expérimentalement. L'absence d'anisotropie magnéto-cristalline est due au fait que l'énergie d'anisotropie uniaxiale, dans le cas des couches minces épitaxiées sur Si(111), est le terme dominant à l'énergie d'anisotropie magnétique totale. L'énergie magnéto-cristalline d'un système cubique possède une symétrie $2\pi/6$ dans le plan (111). La valeur de la constante d'anisotropie associées K_2 du 6^e ordre en spin-orbite, dans le cas d'un monocristal de α -Fe, est de l'ordre de $\approx 2 \times 10^4 \text{ erg/cm}^3$ ($K_2/M_S \approx 10 \text{ Oe}$) [79, 105], soit bien plus faible que la constante d'anisotropie uniaxiale des couches ($K_U \approx 2 \times 10^5 \text{ erg/cm}^3$ ($K_1/M_S \approx 100 \text{ Oe}$) [41, 42]). Par contre, dans le plan (001) l'énergie est de symétrie $2\pi/4$ et la constante d'anisotropie cubique associée notée K_1 vaut $4.77 \times 10^5 \text{ erg/cm}^3$ ($K_1/M_S = 278 \text{ Oe}$), elle est du même ordre de grandeur que K_U .

Il apparaît donc qu'en présence d'une anisotropie uniaxiale induite, les effets d'anisotropie magnéto-cristalline seraient plus aisément mesurables sur la face (001) du silicium. On peut aussi s'affranchir de la contribution uniaxiale, en réalisant l'épitaxie des couches en incidence normale, puisque cette dernière trouve son origine dans la géométrie d'évaporation. Cela avait été impossible pour les films précédemment

¹A température ambiante $Fe(Fe_{1-x}Si_x)$ est ferromagnétique pour $x = 0.13$ ($\Leftrightarrow FeSi_y$ avec $y > 0.15$) et les couches $Fe_{3-x}Co_xSi$ sont épitaxiés pour $x < 2.5$ et ferromagnétiques pour toutes les stoechiométries ($0 < x < 3$)

²Le lecteur peut se référer à l'annexe A.1

étudiés car ils nécessitaient une co-évaporation métal-silicium. Dans le cas d'une évaporation uniquement d'éléments métalliques (Fe, Co), les dépôts pourront être réalisés en incidence de flux perpendiculaires à la surface du substrat ce qui permet d'éliminer la contribution d'anisotropie magnétique induite par la géométrie de dépôt. Il est alors possible d'étudier en détail l'anisotropie magnétique «*intrinsèque*»¹ des couches minces et ultra minces épitaxiées.

Dans des systèmes de taille nanométrique, les surfaces et les interfaces perturbent fortement les propriétés magnétiques (μ , T_C , ...) comparées à celles du système à l'état massif. Les couches minces épitaxiées pseudomorphes peuvent être fortement contraintes ce qui donne lieu à des effets magnéto-élastiques. Ces systèmes à dimensions réduites ont une symétrie aux interfaces plus basse que dans le volume et la symétrie du volume peut, elle aussi, être modifiée lorsque des contraintes, générées par la différence de paramètres de maille, sont présentes dans les films. Il peut ainsi apparaître, dans l'énergie d'anisotropie magnétique, de nouvelles contributions de symétrie plus faible. Une discussion des différents termes contribuant à l'anisotropie et leurs ordres de grandeur est donnée dans les références [106–114].

Nous avons décidé de mettre à profit l'expérience acquise par le groupe «sili-ciures» dans le domaine de la croissance par épitaxie par jets moléculaires de sili-ciures sur Si(111) et la caractérisation structurale afin de réaliser, la croissance de couches minces et ultra minces de Fe et d'alliages de Fe-Co sur Si(001), en utilisant une matrice ultra mince de di-siliciure de Co et de Fe ($CoSi_2$, $FeSi_2$). Des études précédentes avaient montré que le siliciure de cobalt peut être épitaxié sur Si(001) dans la structure cubique CaF_2 [115–119] (différence de paramètre de maille $\eta_{CoSi_2/Si} \cong -1.2\%$) et qu'une phase cubique métastable $FeSi_2$ de type $CsCl$ pouvait être obtenue sur Si(001) [120, 121] ($\eta_{FeSi_2/Si} \cong +2\%$). Le but principal a été d'obtenir des couches épitaxiées de très bonnes qualité cristalline de Fe et d'alliages de Fe-Co dans le but d'étudier leurs propriétés magnétiques, plus particulièrement l'anisotropie magnétique et de la corrélérer à leurs propriétés cristallographiques. La préparation d'alliages $Fe_{1-x}Co_x$ permet de tirer profit d'un degré de liberté supplémentaire : la composition x en cobalt de l'alliage. Selon la concentration x en Co, les alliages massifs de $Fe_{1-x}Co_x$ sont ferromagnétiques avec des températures de Curie comprises entre 700°C et 985°C ($T_C(Fe-bcc)=770^\circ C$, $T_C(Co-fcc)=1121^\circ C$). Le moment à saturation ainsi que les moments atomiques des atomes de Fe et Co dépendent de x [79]. Ces propriétés peuvent être exploitées dans des hétérostructures

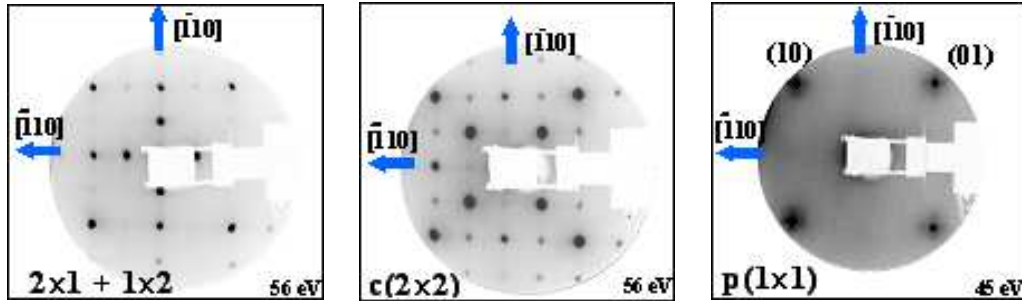
¹Anisotropies magnéto-cristallines, magnéto-élastiques et induites par la dimension réduite des systèmes.

hybrides Ferromagnétiques-Semi-conductrices [122]. La croissance épitaxiale de Fe et d'alliages Fe-Co ainsi que l'étude de leurs propriétés magnétiques ont fait l'objet du travail de thèse à *M^{lle}* Patricia BERTONCINI (1997-2000).

II.2 Couches minces de Fe sur Si(001)

La croissance des couches est réalisée dans un bâti ultra-vide à des pressions de $\approx 2 \times 10^{-10}$ mbar. Le silicium est nettoyé par décapage avec des ions Ar^+ suivi d'un recuit à 850°C. On obtient ainsi une surface propre, de grande qualité cristalline, comme le montre le diagramme LEED sur la figure II.1(a).

La couche tampon $CoSi_2$ ($FeSi_2$) est obtenue par dépôt de 4 monocouches (MC)¹ de Co (Fe) déposées, sur Si(001)-(2 × 1), à température ambiante, puis recuit à 400°C (550°C) pendant 30 minutes. Les expériences de diffraction de photoélectrons X (XPD), qui renseignent sur l'environnement structural local [123, 124], ont montré que l'on obtient bien une couche ultra mince de siliciure de structure cubique $CoSi_2$ -type CaF_2 [116, 117] ($FeSi_2$ -Type $CsCl$ [30, 87]). Le siliciure, d'une épaisseur de 1 nm, est épitaxié, monodomaine et orienté (001). Les taches fractionnaires d'une surstructure $c(2 \times 2)$ ($\sqrt{2} \times \sqrt{2} R45^\circ$), observées en LEED (Fig. II.1(b)), sont associées à la terminaison du siliciure par du Si (1MC + 1/2 MC)[116, 117].



(a) (2×1) et (1×2) de la surface reconstruite du Si(001). (b) $c(2 \times 2)$ de la couche tampon $CoSi_2$. (c) $p(1 \times 1)$ de 10 MC de Fe déposées sur $CoSi_2$ /Si(001).

FIG. II.1 – Diagrammes de diffraction **LEED** relevés à différents stades de la croissance de 10 MC Fe/ $CoSi_2$ /Si(001). Les flèches indiquent les directions cristallographiques du silicium $[\bar{1}10]_{Si}$, $[\bar{1}\bar{1}0]_{Si}$

Le fer est évaporé sur la couche tampon MSi_2 ($M = Co$ ou Fe) à température ambiante, en incidence normale, avec un taux de dépôt de ≈ 1 MC par minute. Des couches minces de Fe d'épaisseur comprise entre 1 et 80 MC ont été épitaxiées

¹Un monocouche correspond à la densité idéale d'un plan (001) du Fe cubique centré : 1.2×10^{15} atomes/cm². C'est le double de la densité de surface d'un plan (001) du silicium.

sur $MSi_2/Si(001)$. L'ordre cristallographique et la morphologie de la surface ont été étudiés par diffraction d'électrons lents (LEED [125]) et par diffraction d'électrons d'énergie moyenne diffusés inélastiquement (IMEED [126]). Ces techniques apportent très rapidement des informations structurales. Les diagrammes LEED de périodicité $p(1 \times 1)$ indiquent une croissance épitaxiée du Fe comme observée pour un film de 10MC Fe/ $CoSi_2/Si(001)$ dont le cliché LEED est donné en exemple sur la figure II.1(c).

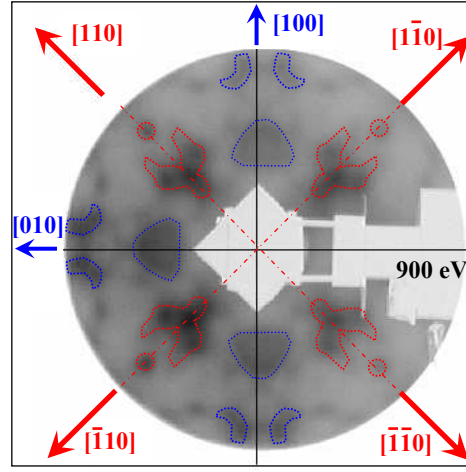


FIG. II.2 – Diagramme **IMEED** relevé sur un film de 10 MC Fe/ $CoSi_2/Si(001)$ avec un faisceau d'électrons d'énergie primaire de 900 eV.

Les directions cristallographiques équivalentes du silicium $\langle 110 \rangle_{Si}$ et $\langle 100 \rangle_{Si}$ sont représentées respectivement par les flèches de couleur rouge ($\nwarrow$, $\nearrow$, $\swarrow$ et $\searrow$) et bleu ($\uparrow$, $\rightarrow$, ...). Les formes en pointillées sont schématisées et sont uniquement un guide visuel de la symétrie cubique d'ordre 4.

Les diagrammes IMEED des couches de Fe/ MSi_2 sont très contrastés et ils présentent une symétrie de rotation d'ordre 4 comme le montre la figure II.2 (10MC Fe/ $CoSi_2/Si(001)$). Ces premières observations, *in-situ* en cours de croissance, indiquent que les films de Fe sont de structure cubique. Pour des épaisseurs croissantes du fer, on observe une augmentation du fond continu et une réduction de l'intensité des taches $p(1 \times 1)$ suggérant une perte de l'ordre à longue distance. La modulation de l'intensité et de la largeur de taches $p(1 \times 1)$ en fonction de l'énergie des électrons incidents semble indiquer une croissance rugueuse du Fe [127–129]. Cette croissance rugueuse sera confirmée ultérieurement par des observations STM [130].

Des informations complémentaires sur la nature chimique des atomes présents en surface ont été obtenues par spectroscopie de diffusion d'ions (ISS), technique sensible à la nature de la couche atomique de surface. Cette étude a mis en évidence que du silicium est présent à la surface des couches de Fer (voir Encart Fig. II.3).

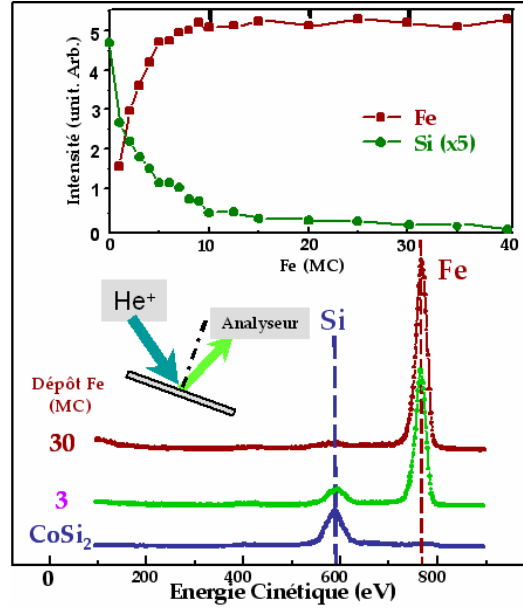


FIG. II.3 – Exemple de spectres ISS mesurés, avec un faisceau d'ion He^+ d'énergie cinétique de 1 KeV en incidence normale. Les ions He^+ sont détectés à un angle de diffusion fixe de $\approx 130^\circ$. Les spectres représentés correspondent à ceux mesurés sur la couches tampon CoSi_2 , sur un dépôt de 3 MC et 30 MC de Fe sur CoSi_2 . En encart, les intensités des pics du Fe ($\sim 760 \text{ eV}$) et du Si ($\sim 590 \text{ eV}$) en fonction du recouvrement de Fe. L'intensité du Si est $\times 5$ par rapport à celle du Fe.

Le signal de Fe atteint son maximum pour un dépôt de 10 MC et il ne reste que de faibles traces de Si pour des épaisseurs supérieures à 30–35 MC de Fe.

En complément, des mesures ISS en fonction de l'angle d'incidence des ions He^+ ont été réalisées. L'ensemble des données de spectroscopie de diffusion d'ions obtenues en utilisant soit une matrice CoSi_2 ou FeSi_2 portent aux mêmes conclusions :

- il y a formation d'un siliciure (FeSi_x) dont la composition en Si diminue lorsque l'épaisseur de Fe augmente,
- la couche est majoritairement constituée de Fe pour des recouvrements supérieurs à 5 MC de Fe, et
- il y a ségrégation de Si en surface.

La même étude, menée sur des dépôts réalisés directement sur Si, sans couche tampon, montre que les phénomènes de ségrégation et/ou de mélange interfacial sont beaucoup plus important (intensité du pic Si 3 à 4 $\times$ plus importante). De plus, ces films ne sont pas épitaxiés.

La diffraction de photoélectrons (XPD) sonde l'ordre à courte distance c'est une technique complémentaire du LEED. L'intensité des photoélectrons, du niveau de

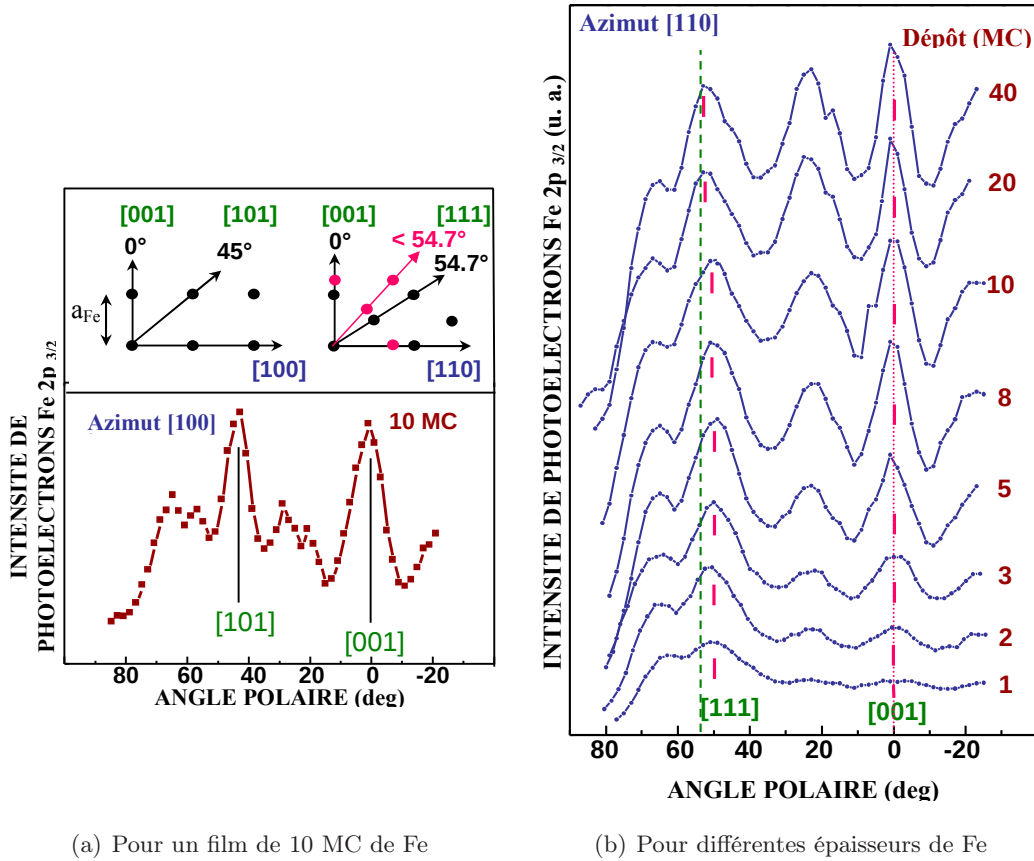


FIG. II.4 – Mesures *XPD* : variation angulaire de l'intensité des photoélectrons du niveau de coeur Fe 2p_{3/2} pour des couches de Fe déposés sur une matrice *CoSi₂/Si(001)* mesurée selon l'azimut (a)[100] et (b)[110] du silicium. Les directions cristallographiques indiquées correspondent celles liées à la *diffusion vers l'avant* par les premiers et seconds voisins.

Dans la partie haute de (a) sont représentées les directions *la diffusion vers l'avant*, attendues pour un cristal bcc(001) non contraint (●), coupé le long des directions de symétrie [100] (gauche) et [110] (droite). Aussi représenté, selon l'azimut [110], la direction de *la diffusion vers l'avant* pour un cristal soumis à une contrainte compressive (●) dans le plan.

coeur Fe $2p_{3/2}$ collectée, en fonction de leur direction d'émission (angle polaire) selon deux azimuts, est représentée sur la figure II.4 pour des dépôts de Fe sur une couches tampon $CoSi_2$. La distribution angulaire de l'intensité fait apparaître selon l'azimut [110] du Si des pics à 0° , $\sim 23^\circ$, $\sim 52^\circ$ (Fig. II.4(b)). On observe des maxima d'intensité à 0° , $\sim 26^\circ$, $\sim 45^\circ$ sur les spectres XPD mesurés selon l'azimut [100] (p. ex. Fig. II.4(a)). Les positions des maxima de la modulation en intensité à 0° et $\sim 52^\circ$ (0° , $\sim 45^\circ$) selon l'azimut [110] ([100]) sont ceux attendus dans le cas d'une phase cubique centrée (bcc) par «la diffusion vers l'avant»¹. Les structures intermédiaires, aux alentours de 25° , sont dues aux interférences constructives du premier ordre et à la diffraction par les atomes plus distants de l'atome émetteur.

La présence d'une modulation de l'intensité, dès le dépôt d'une monocouche, exclu une croissance couche par couche du fer : il y a soit formation d'un alliage interfacial comme le suggère les études ISS, soit présence d'îlots de fer cubique centré. Le déplacement vers les grands angles polaires du pic de diffusion vers l'avant ($\sim 54^\circ$), correspondant à la rangée atomique [111] dans l'azimuth [110], s'explique par une relaxation des couches avec l'épaisseur : aux faibles épaisseurs (≤ 20 MC) le réseau du fer est en compression et il relaxe pour des épaisseurs plus importantes (voir schéma Fig. II.4(a)). Les analyses XPD, selon les deux azimuts [110] et [100], ont aussi été effectuées pour les couches de Fe déposées sur la matrice $FeSi_2$ en fonction de l'épaisseur de fer : ces études ont données lieu aux mêmes conclusions.

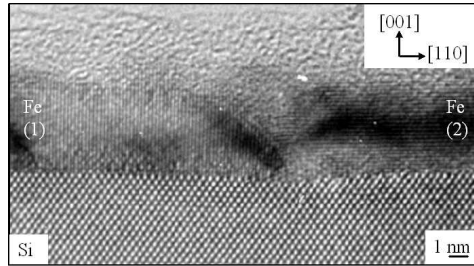


FIG. II.5 – Image de microscopie en haute résolution d'une section transverse dans la direction $[110]_{Si}$ d'un film de 10 MC de $Fe/CoSi_2/Si(001)$. [V. Pierron-Bohnes et C. Uhlaq-Bouillet (IPCMS-Strasbourg)]

Ceci est confirmé par la microscopie électronique en transmission (MBE) utilisée en mode d'imagerie conventionnelle haute résolution ainsi qu'en mode diffraction. L'image de HRTEM, ci contre, montre qu'il est difficile de faire la distinction entre la couche de fer et la matrice $CoSi_2$ d'une part et la couche de protection d'autre part. La couche de protection est constituée de 2 nm de $FeSi$ non magnétique épitaxié à température ambiante [41] suivi d'un dépôt de 2 nm de silicium qui lui est amorphe. A partir des clichés de diffraction, des images

¹La diffusion vers l'avant a lieu lorsque l'onde associée à l'électron émis est modifiée par le potentiel des atomes voisins de l'atome émetteur et est refocalisée dans la direction de ces atomes. Les maxima d'intensité apparaissent alors dans les directions correspondent aux axes qui relient l'atome émetteur à ses proches voisins.

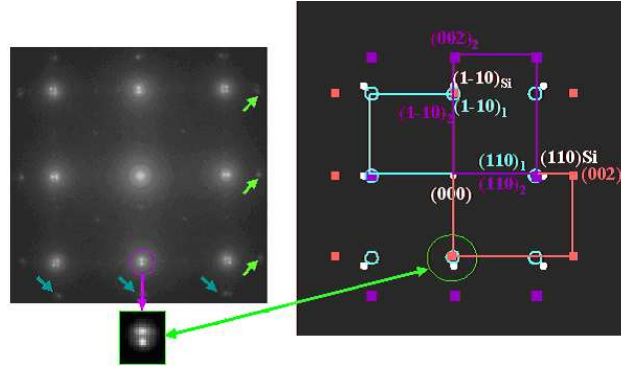


FIG. II.6 – Cliché de diffraction électronique en aire sélectionnée d'un film de 40 MC de Fe/*FeSi*₂/Si(001) obtenu en vue plane et le schéma correspondant des taches de diffractions sur Si (○), de la phase **1** (○) et des grains minoritaires orientés selon les relations d'épitaxie **2** (■) et **3** (■) données dans le texte. [P. Bertoncini (LPSE-Mulhouse), V. Pierron-Bohnes et C. Uhlaq-Bouillet (IPCMS-Strasbourg)]

en champs sombres et clairs obtenus en vue plane ainsi que des clichés de diffraction en aire sélectionnée pris en vue transverse (p. ex. Fig. II.6), il a été montré que le fer est épitaxié sur le silicium avec la relation d'épitaxie suivante (Phase notée **1** sur la figure II.5) :

$$\begin{aligned} \text{Fe}(001) // \text{MSi}_2(001) // \text{Si}(001) \quad & \text{avec } M=(\text{Co ou Fe}) \quad (1) \\ \text{Fe}[100] // \text{MSi}_2[100] // \text{Si}[100] \end{aligned}$$

On trouve aussi la présence, sur certaines couches, de grains aléatoirement distribués sur la surface de l'échantillon (noté **2** sur la figure II.5). Ils représentent moins de 10% de l'aire de l'échantillon et correspondent à une phase α -Fe d'orientation différentes :

$$\text{Fe}(110) // \text{Si}(001) \quad \text{et} \quad \text{Fe}[\bar{1}10] // \text{Si}[110] \quad (2)$$

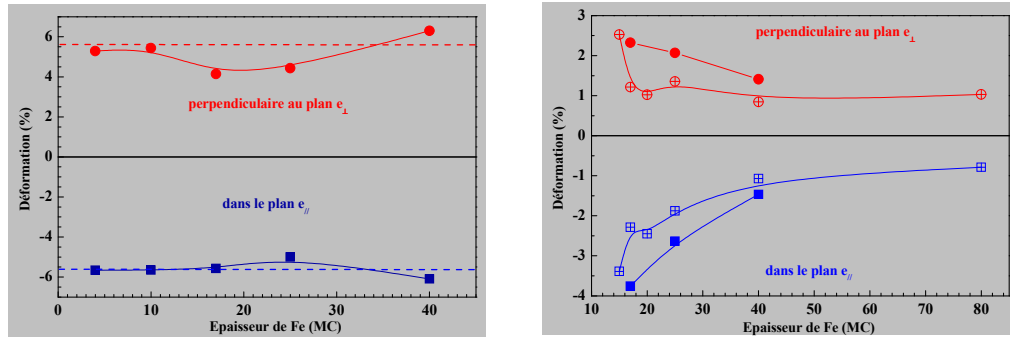
$$\text{Fe}(110) // \text{Si}(001) \quad \text{et} \quad \text{Fe}[001] // \text{Si}[110] \quad (3)$$

On distingue nettement les deux réseaux de franges tournés de 90° sur le cliché HRTEM II.5. Les franges verticales et horizontales correspondent aux chaînes d'atomes selon la direction [001] (distante de 0.203 nm entre les plans (110)). La différence entre les plans (001) qui est de 0.143 nm n'est pas résolue par le microscope¹. Les contraintes présentes dans les films ont aussi été évaluées à partir des franges de Moiré sur les images en vue plane en champ clair. La déformation moyenne pour un film pseudomorphe est l'ordre de 5.6%. Les couches «épaisses» (≥ 40 MC) sont pratiquement relaxées. Pour les films «minces», d'épaisseur 10 MC, on mesure un

¹La résolution du microscope est de 0.18 nm

désaccord de paramètre de maille moyenne de 2% soit une distorsion tétragonale de l'ordre de 3.4%. Les films minces sont très contraints mais non pseudomorphes avec le substrat Si(001).

Des mesures de la déformations du réseau de fer en fonction de l'épaisseur (10 – 80 MC) des films épitaxiés sur des couches tampon $CoSi_2$ et $FeSi_2$ ont été effectuées à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility - Grenoble) par diffraction de rayons-X (XRD), méthode plus précise que le TEM. La contrainte compressive dans le plan, sur des films Fe/MSi_2 ($M = Co$ ou Fe), donne lieu à une déformation variant de -4% (< 25 MC) pour les couches les plus minces à -1% pour les couches les plus épaisses (> 40 MC). Dans le cas des films épitaxiés sur la couche tampon de $CoSi_2$, nous avons observé, jusqu'à des épaisseurs de 40 MC, qu'une partie de la couche croît de façon pseudomorphe avec le substrat. L'autre partie du film, pour des épaisseurs supérieures à 15 MC, subit une deformation tétragonale comparable à celle mesurée sur les films déposés sur $FeSi_2$. La figure II.7 résume l'ensemble des données obtenues sur les couches selon la matrice utilisée. Je renvoie le lecteur à notre article [131] pour de plus amples détails sur la géométrie non-coplanaire utilisée et la méthode de détermination des déformations $e_{//}$ et $e_{\perp}$ respectivement dans le plan et perpendiculaire au plan de l'échantillon.



(a) Déformation dans le plan ($e_{\perp}$) et perpendiculaire au plan ($e_{//}$) mesurées pour la phase pseudomorphe des couches $Fe/CoSi_2$. Les traits en pointillés (- - -, - - -) représente la déformation moyenne (5.6%).

(b) $e_{\perp}$: ● et ○ correspondent respectivement à $Fe/CoSi_2$ et $Fe/FeSi_2$. $e_{//}$: ■ et □ correspondent respectivement à $Fe/CoSi_2$ et $Fe/FeSi_2$.

FIG. II.7 – Évolution de la déformation dans le plan $e_{//}$ et hors du plan $e_{\perp}$ en fonction de l'épaisseur des couches de fer déposé sur Si(001) et de la couche tampon utilisée (symboles ● et ■ pour $CoSi_2$, symboles ○ et □ pour $FeSi_2$). Mesures effectuées à l'ESRF-Grenoble en collaboration avec J.F. Béar et H. Renevier.

En résumé, le fer peut être déposé sur Si(001) en limitant très fortement la diffusion du silicium grâce à l'utilisation d'une couche tampon MSi_2 ($M = Fe$ ou Co) [128]. Nos films présentent des interfaces abruptes avec le substrat. La couche de Fer est pratiquement pure et épitaxiée et ce malgré son fort désaccord de maille avec le silicium ($\eta_{Fe/Si} = 5.6\%$). Elle est de bonne qualité cristallographique et adopte une structure cubique centrée α -Fe [54]. Les

études de diffraction d'électrons (HRTEM) ont confirmé les données XPD : le fer est partiellement relaxé. La déformation tétragonale de la maille de fer a été quantifiée par nos expériences XRD en rayonnement synchrotron. Le fer est épitaxié avec une contrainte compressive biaxiale dans le plan des couches et une contrainte extensive perpendiculaire.

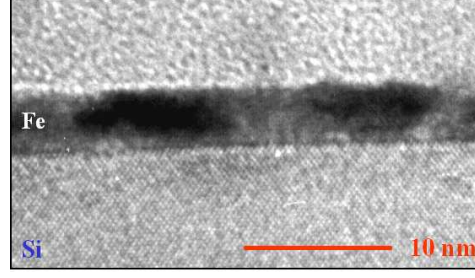


FIG. II.8 – Image de microscopie en haute résolution d'une section transverse dans la direction $[110]_{Si}$ d'un film de 40 nm de $Fe/CoSi_2/Si(001)$ [IPCMS - Strasbourg]

II.3 Couches ultra minces d'alliages de Fe-Co épitaxiées sur Si(001)

Le système massif $Fe_{1-x}Co_x$ est thermodynamiquement stable sous la forme cubique centrée pour $0 \leq x \leq 0.75$ [20]. Son paramètre de maille diminue si l'alliage est enrichi en Co ($a_{Fe} = 0.286$ nm ; $a_{Fe_{0.25}Co_{0.75}} \cong 0.283$ nm [79]), ce qui réduit légèrement le désaccord de maille η et est donc favorable à l'épitaxie de couches minces de $Fe_{1-x}Co_x$ sur MSi_2 ($\eta_{Fe} = 5.5\%$; $\eta_{Fe_{0.3}Co_{0.7}} = 4.2\%$). Des films minces $Fe_{1-x}Co_x$ de structure cubique ont été épitaxiés sur $MgO(001)$ pour $0 \leq x \leq 0.7$ [109, 114], sur $ZnSe(001)/GaAs(001)$ jusqu'à $x \cong 90\%$ [60, 109, 114, 132] et sur $Pd(001)$ [133, 134]. Des films de cobalt pur, de phase cubique centrée, d'épaisseur 2 nm avait été épitaxiés sur $GaAs(110)$ [135–137] et sur $GaAs(001)$ [60, 135–139], alors que, la structure cristallographique stable de cet élément est la phase hexagonale compacte (hcp) à température ambiante et la phase cubique à faces centrées (fcc) à haute température ($T > 425^\circ C$).

Nous avons préparé des couches minces d'alliages épitaxiées $Fe_{1-x}Co_x$ dans toute la gamme de concentration ($0 \leq x \leq 1$) par coévaporation à température ambiante, en flux d'atomes Fe et Co perpendiculaires au substrat, sur une matrice $FeSi_2$ préalablement élaborée sur Si(001) par la même procédure que celle décrite précédem-

ment, pour l'épitaxie du Fe/Si(001). Les films d'alliage Fe-Co ont été caractérisés à l'aide des techniques *in situ* (LEED, IMEED, XPD, XPS, et UPS) et *ex situ* par microscopie en transmission (TEM).

Pour l'ensemble des couches de concentration en Co inférieure à 90% et d'une épaisseur ≤ 80 MC les diagrammes de diffraction LEED sont de périodicité $p(1 \times 1)$. Le diagramme IMEED (Fig. II.9) met en évidence clairement la croissance d'un cristal de structure cubique centré avec les relations d'épitaxie suivantes :

$$(001)Fe_{1-x}Co_x // (001)MSi_2 // (001)Si$$

et

$$[100]Fe_{1-x}Co_x // [100]MSi_2 // [100]Si$$

Pour des concentrations de Co supérieures ($x \geq 0.9$) les taches de diffraction des diagrammes LEED et IMEED disparaissent progressivement et un fond continu s'installe lorsque l'épaisseur des films atteint 10 MC : l'épitaxie est perdue et probablement il y a la formation d'un mélange de phase bcc et hcp.

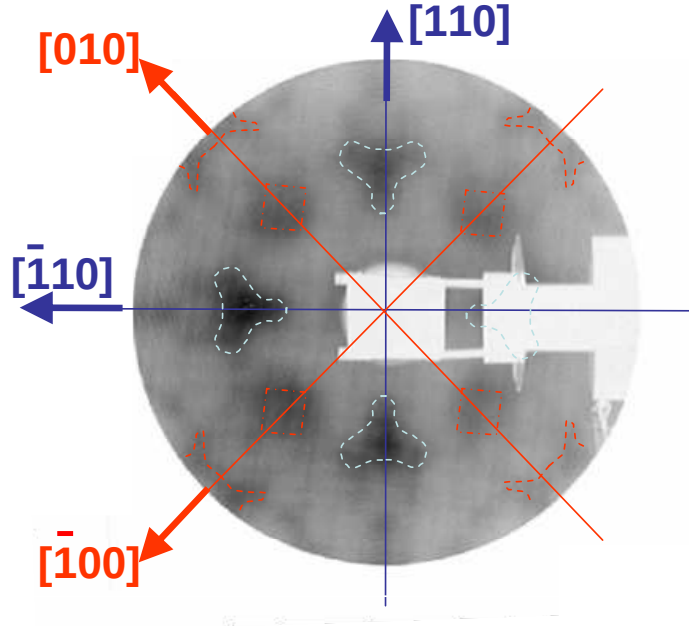


FIG. II.9 – Diagramme IMEED enregistré avec un faisceau d'électron incident d'énergie 900 eV pour une couche mince de 40 MC ($x = 0.8$) : $Fe_{0.2}Co_{0.8}/FeSi_2/Si(001)$. La symétrie d'ordre 4 est bien marquée et mise en évidence par les formes en pointillées : selon les directions cristallologiques $\langle 010 \rangle$ (---) et $\langle 110 \rangle$ (- - -).

Les variations angulaires de l'intensité des photoélectrons des niveaux de coeur Fe $2p_{3/2}$ et Co $2p_{3/2}$, représentées sur la figure II.10, sont similaires à celles des films

de Fe pur déposés sur $FeSi_2$. Les modulations d'intensité comparables pour $x \geq 0.8$, indiquent que dans ces couches d'alliages, les atomes de Co et de Fe possèdent un environnement local de structure cubique bcc. Un déplacement du pic situé à $\sim 54^\circ$ vers les grands angles polaires est observé en augmentant l'épaisseur des films comme dans les couches de Fe (cf. Fig. II.4 page 44). Il traduit une déformation tétragonale de la maille cubique avec une compression biaxiale dans le plan et une dilatation de la maille dans la direction perpendiculaire pour les films les plus minces, comme celle mesurée dans les couches de Fe/ MSi_2 ($M = Fe$ ou Co) [128].

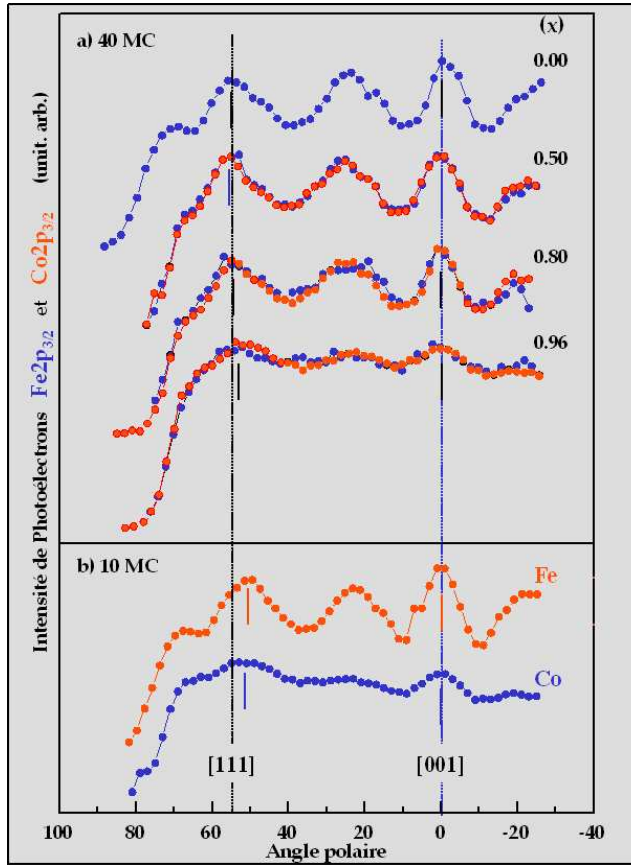


FIG. II.10 – XPD des niveaux de coeur Fe $2p_{3/2}$ et Co $2p_{3/2}$ (•) mesurés selon l'azimut $[110]_{Si}$: (a) pour des films de 40 MC d'alliages $Fe_{1-x}Co_x$ déposés sur $FeSi_2/Si(001)$ (b) pour un film pur de 10MC de Co (•) et de Fe (•). Les directions cristallographiques indiquées (•••) sont celles liées à la diffusion vers l'avant d'une structure bcc : se référer aux schémas de la figure II.4(a) page 44.

L'anisotropie de diffusion¹ reste comparable à celle des couches de Fe ($F \approx 40\%$)

¹L'anisotropie de diffusion F est définie comme $F = \frac{I_{Max} - I_{Min}}{I_{Max}}$ où I_{Max} et I_{Min} sont respectivement l'intensité maximum et minimum du pic de diffusion vers l'avant considéré. F est

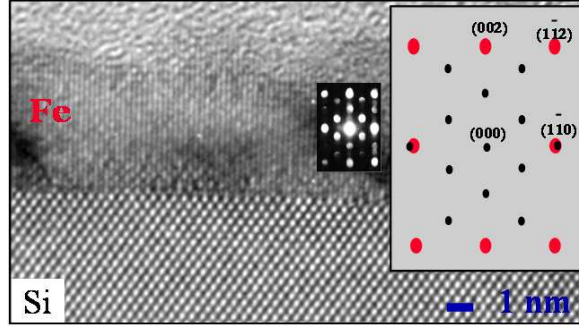
pour $x \leq 0.8$: $F \approx 36\%$. Par contre, une augmentation de la concentration de Co ($x \geq 0.8$) et de l'épaisseur diminue l'anisotropie de diffusion F : $F = 15\%$ pour $x = 0.96$ dans un film de 40 MC. Ceci signifie une perte de l'ordre cristallographique à courte distance dans les films. La concordance de la position des maxima et la similarité (fig. II.10) des spectres XPD du niveau de Fe $2p_{3/2}$ et Co $2p_{3/2}$ mesurés pour le Fe et le Co pur respectivement, démontrent que le Co s'épitaxie sur Si(001) et adopte une structure métastable bcc.

Cela est directement visible par comparaison des clichés de microscopie électronique en haute résolution de 10MC de Fe (Fig. II.11(a)) et 10 MC de Co (Fig. II.11(b)). Les analyses des microdiffractions en vue plane (Fig. II.11(b)) et transverse Fig. II.11(c) et II.11(d)) ont montré que la relaxation de la contrainte dans les films augmente avec l'épaisseur comme pour les couches de fer pur.

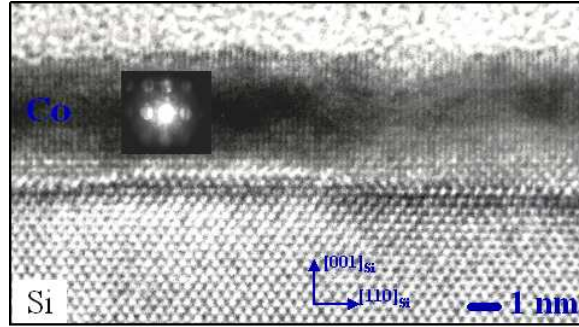
L'ensemble de cette étude, a permis de tracer le diagramme de phase représenté sur la figure II.12 [141]. Des couches minces d'alliages Co-Fe peuvent être stabilisées, à température ambiante, dans une structure bcc stable thermodynamiquement pour des concentrations en Co plus importantes que celles des alliages massifs. En particulier le Co existe en structure métastable bcc pour des épaisseurs inférieures à 10 MC.

Rappelons que l'ensemble des résultats présentés ci dessus concernait les couches minces élaborées en incidence du flux des atomes de Fe et/ou Co perpendiculaire à la surface Si(001). Concernant les couches élaborées en incidence oblique du flux métallique, nous n'avons observé aucune modification structurales et cristallographique quelle que soit la méthode de caractérisation *in situ* ou *ex situ* utilisées en laboratoire (LEED, IMED, XPD, TEM). Même les mesures de diffraction de rayons X effectués en rayonnement synchrotron qui sont d'une grande précision, nous ont amenées à conclure que l'évaporation oblique de la couche métallique n'induisait pas une tétragonalisation de la maille dans le plan des couches de Fe épitaxiées sur Si(001) par l'intermédiaire d'une couche tampon de siliciure MSi_2 ($M = Co$ ou Fe). Nous allons maintenant nous intéresser aux propriétés magnétiques et plus particulièrement à l'anisotropie magnétique des couches de Fe et d'alliages Fe-Co. Nous discuterons plus particulièrement le cas des couches minces réalisées en incidence du flux normal.

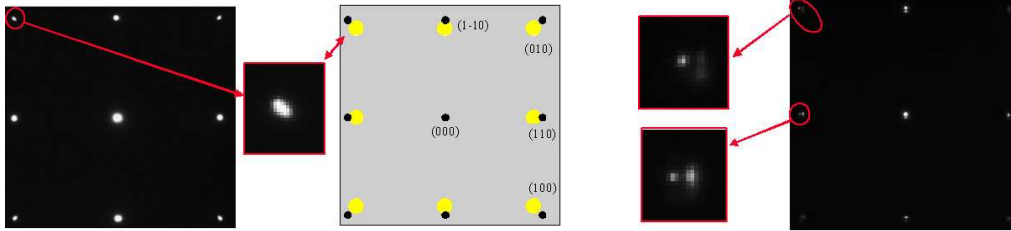
une mesure directe de la bonne qualité cristalline des films : $F \approx 40 - 45\%$ pour des monocristaux [140] pour le pic de diffusion vers l'avant à 0°



(a) 10 MC de Fe/ $FeSi_2$ /Si(001). En insertion un cliché de microdiffraction en vue transverse et le schéma correspondant des taches de diffraction sur Si • et du Fe •



(b) 10 MC de Co/ $FeSi_2$ /Si(001). En insertion le cliché de diffraction en air sélectionnée obtenu en vue transverse



(c) 10 MC de Co/ $FeSi_2$ /Si(001) : à gauche : cliché de microdiffraction en vue plane. Au centre le détail de la tache $(\bar{1}00)$ et à droite le schéma correspondant : • pour le Si et • pour le Co.

(d) Microdiffraction en vue plane sur 40 MC de $Co_{0.8}Fe_{0.2}/FeSi_2$ /Si(001) avec à gauche le détail des taches $(\bar{1}00)$ et $(\bar{1}\bar{1}0)$.

FIG. II.11 – Image HRTEM d'une section transverse dans la direction $[110]_{Si}$ d'un film de (a) 10 MC de Fe/ $FeSi_2$ /Si(001) et (b) 10 MC de Co/ $FeSi_2$ /Si(001). Sur les figures (c) et (d) est présentée la diffraction en aire sélectionnée en vue plane d'un film de 10 Mc de Co et 40 MC de $Co_{0.8}Fe_{0.2}/FeSi_2$. [P. Bertoncini (LPSE-Mulhouse), V. Pierron-Bohnes et C. Uhlaq-Bouillet (IPCMS-Strasbourg)]

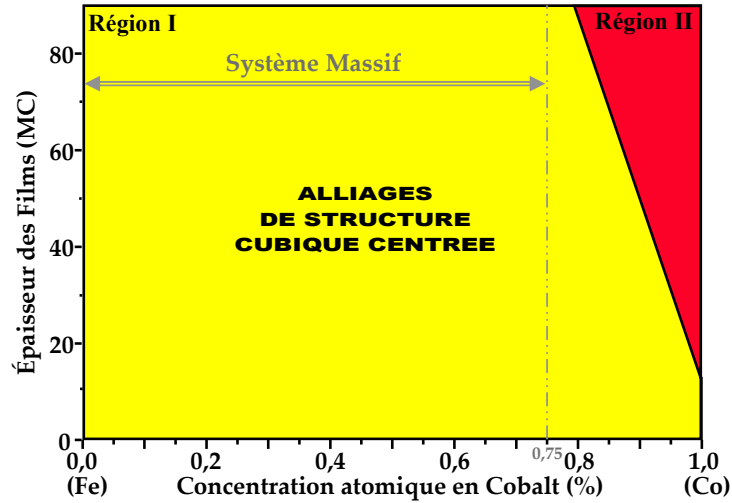


FIG. II.12 – Diagramme de phase définissant l'existence d'une couche mince d'alliage Co_xFe_{1-x} de structure cubique centrée (bcc) en fonction de l'épaisseur des films et de la concentration de Co (x) (Région I). Dans la région II les films sont amorphe.

II.4 Propriétés et anisotropies magnétiques

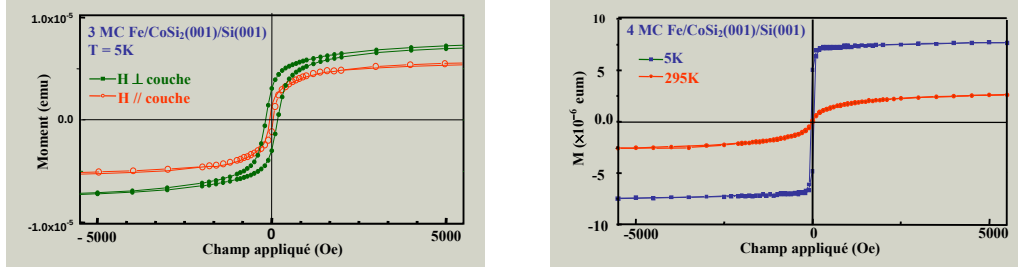
Les propriétés magnétique de nos couches ont été étudiées par effet Kerr Magnéto-optique au laboratoire. Des cycles d'hystérésis ont été mesurés en configuration longitudinale et les constantes d'anisotropie ont été déterminées par deux méthodes :

- soit par la détermination de l'énergie nécessaire pour saturer l'aimantation du film dans une direction donnée, méthode utilisée pour les couches de siliciures binaires et ternaires magnétiques (I.3.2.b page 34)[44]
- soit par la méthode du champ transverse («*Bias Field*»), dont la généralisation est notre méthode «TBIIST» décrite dans l'annexe A.3.2 page 130 [142].

R. Poinot (IPCMS-Strasbourg) a réalisé les mesures de susceptibilité magnétique et les cycles d'hystérésis par magnétométrie SQUID (Superconducting Quantum Interference Device).

II.4.1 Magnétométrie SQUID

Les films les plus minces, 3 MC, possèdent une rémanence de l'aimantation hors du plan : la contribution de surface du 2^e ordre en spin-orbite est plus importante que l'anisotropie de forme qui tend à orienter l'aimantation dans le plan des couches (cf. Annexe A.1.2.a page 118). Pour des épaisseurs de 4 MC et plus, l'aimantation est toujours dans le plan des couches. Aucune aimantation rémanente n'est observée



(a) 3MC Fe/CoSi₂/Si(001) : mesures à 5 K avec un champ magnétique appliqué $\perp$ (●) et $\parallel$ (●) au plan de la couche.

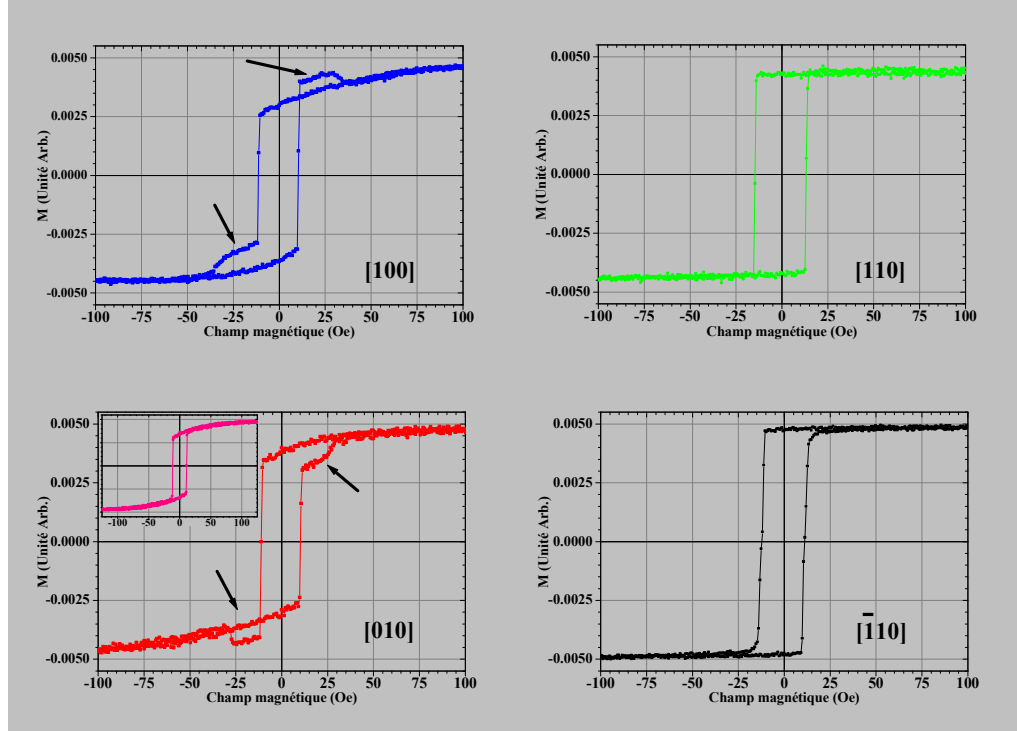
(b) 4MC Fe/CoSi₂/Si(001) : mesures à 5 K (●) et 295 K (●) avec un champ appliqué dans le plan de la couche.

FIG. II.13 – Magnétométrie SQUID effectuées sur des couches minces de Fe/CoSi₂/Si(001) [R. Poinot (IPCMS-Strasbourg)]

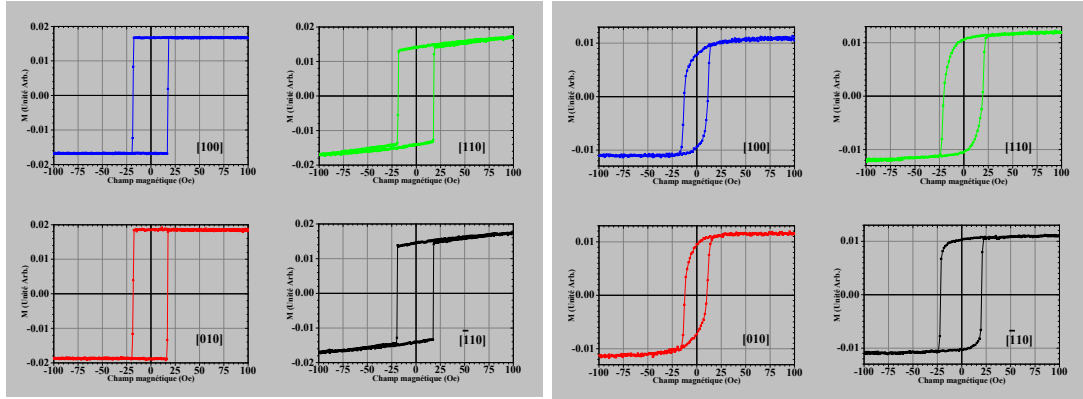
à température ambiante pour des épaisseurs de 3 et 4MC (Fig. II.13). Pour un film de 3MC, la température de Curie est de 70 K et le moment magnétique moyen porté par un atome de fer est de $1.9\mu_B$ à 5 K, comparable à celui mesuré sur un film de 4 MC ($1.7\mu_B$) à 5 K. La valeur du moment correspond à celui d'un composé Fe_3Si [79], composition en accord avec nos mesures de spectroscopie (ISS, XPS et UPS [128]) sur les couches ultra minces. Pour les couches plus épaisses, le moment mesuré est de $2\mu_B$ à température ambiante, plus faible que celui du Fer massif traduisant la présence de 8-10 % d'impuretés de Si dans les couches, en accord avec l'ensemble de nos caractérisations structurales. Dans nos films, le ferromagnétisme apparaît à température ambiante pour une épaisseur de 4MC de Fe comparable à celles obtenues pour des dépôts de Fe sur d'autres substrats semiconducteurs (GaAs(001)[63, 67, 143, 144], Ge(001)[143, 145], InAs(001)[146]) par des mesures *in situ* d'effet Kerr sur des couches non recouvertes : dans notre cas nous avons une interface supplémentaire entre Fe et la couche de couverture. La présence de Si dans le Fe affecte ses propriétés magnétiques : dans les composés $Fe_{1-x}Si_x$ la constante d'anisotropie du 4^e ordre en spin-orbite décroît de manière importante avec la concentration en Si : $K_1^{Vol} = 4.7 \times 10^5 \text{ erg/cm}^3$ ($x = 0 \Rightarrow \text{Fe}$) à $K_1^{Vol} = 1.08 \times 10^5 \text{ erg/cm}^3$ ($x = 0.25 \Rightarrow Fe_3Si$) [79, 147, 148].

II.4.2 Mesures magnéto-optique Kerr de l'anisotropie cubique

Une première approche des propriétés d'anisotropie magnétique consiste à enregistrer des cycles d'hystérésis $M(H)$, en appliquant le champ dans le plan de l'échantillon, pour différentes directions cristallographiques. Sur la figure II.14 sont donnés



(a) 10 MC Fe/CoSi₂/Si(001). Selon les directions de difficile aimantation $\langle 100 \rangle$ les cycles sont non centro-symétriques : les effets quadratique en aimantation contribuent au signal Kerr. Lorsque le signal MO Kerr est corrigé des contributions quadratiques le cycle d'hystérésis est bien centro-symétrique, p.ex. : ■ sans corrections et ■ corrigé.



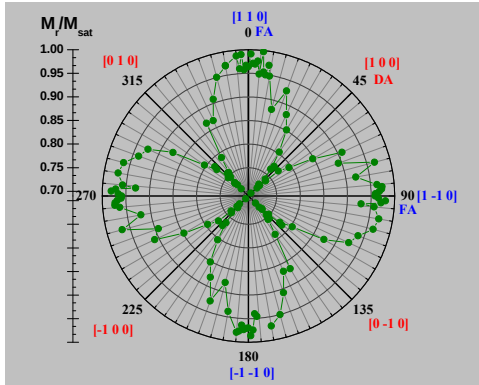
(b) 40 MC Fe/CoSi₂/Si(001)

(c) 17 MC Fe/CoSi₂/Si(001)

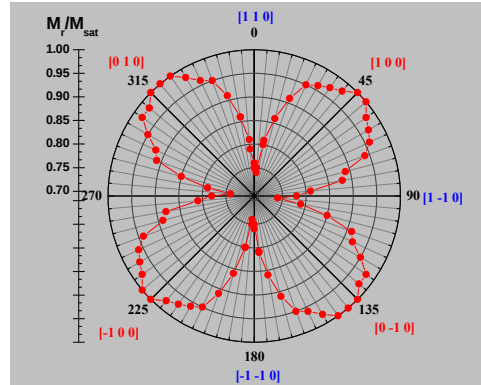
FIG. II.14 – Cycles d'hystérésis $M(H)$ mesurés par MOKE. Le champ est appliqué dans le plan de la couche selon les directions cristallographique $[100]_{Fe}$ (■), $[110]_{Fe}$ (■), $[010]_{Fe}$ (■) et $[\bar{1}10]_{Fe}$ (■).

quelques exemples de cycles mesurés par effet Kerr en configuration longitudinale pour des couches minces de Fe épitaxiées sur $CoSi_2/Si(001)$ et $FeSi_2/Si(001)$.

L'ensemble de nos couches, élaborées en incidence normale sur une matrice de $CoSi_2$ ou $FeSi_2$, présente une anisotropie magnétique de symétrie d'ordre 4 caractérisée par constante d'anisotropie effective K_1 (voir Annexe A.1.2.a page 118). Les cycles sont « carrés » tous les 90° , caractéristique d'un axe de facile aimantation (axe FA) (p. ex. fig. II.14(a) et II.14(b)). Ces derniers correspondent à des directions cristallographiques $\langle 110 \rangle_{Fe}$ pour les couches d'épaisseurs N inférieures à ~ 15 MC et dans ce cas $K_1 < 0$ (Fig. II.14(a)). Les axes de FA coïncident avec une direction $\langle 100 \rangle_{Fe}$ pour les épaisseurs supérieures à $N \cong 25$ MC Fig. (Fig. II.14(b)) et $K_1 > 0$: c'est la direction de l'axe FA dans le fer massif. A 45° des axes de FA, les cycles sont caractéristiques de directions de difficile aimantation (DA). La symétrie d'ordre 4 est très clairement mise en évidence par le tracé de l'aimantation rémanente M_R normalisée à l'aimantation à saturation M_{Sat} en fonction de l'angle polaire θ dans le plan des couches comme on le constate sur les graphes II.15(a) et II.15(b). On observe une rotation de 45° des axes de FA et DA entre les dépôts minces ($< 15MC$) et épais ($> 20MC$), i.e., K_1 s'annule et change de signe pour une épaisseur critique $N_C \approx 18 - 20MC$. Comme on le note sur la figure II.14(c) (17 MC Fe/ $CoSi_2/Si(001)$), le caractère facile et difficile de l'anisotropie magnétique dans les films dont l'épaisseur est très proche de l'épaisseur critique est nettement moins prononcé par rapport à $4 \leq N \leq 15$ et $N \geq 23$.



(a) 10 MC Fe/ $CoSi_2/Si(001)$.



(b) 80 MC Fe/ $CoSi_2/Si(001)$.

FIG. II.15 – Tracés polaires de M_R/M_S en fonction de l'angle polaire θ . Le rapport M_R/M_S est déterminé à partir des cycles d'hystérésis $M(H)$ mesurés par MOKE. L'axe de référence ($\theta = 0^\circ$) est la direction $[110]_{Fe}$. On note clairement la rotation des axes FA ($M_R/M_S = 1$) et DA de 45° entre le film de 10 MC (a) et celui de 80 MC (b) de fer bcc.

L'épaisseur critique est importante dans ces couches. Il s'agit de quantifier la variation de la constante d'anisotropie K_1 en fonction de l'épaisseur de Fe déposée. Une méthode, déjà utilisée dans le cas des couches de siliciures, consiste à déterminer l'énergie nécessaire pour saturer la couche dans une direction polaire θ par rapport à une direction de référence $[101]_{Fe}$.

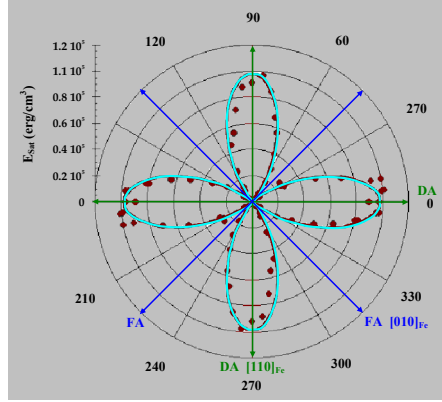


FIG. II.16 – Énergie à saturation E_{Sat} en fonction de l'angle polaire θ . ($\otimes$) pour 40 MC Fe/ $FeSi_2$ /Si(001). La modélisation $E_a = K_1/4 \cos^2(2\theta)$ est représenté par la courbe —.

Le calcul de l'énergie de saturation $E_{Sat}(\theta) = E_a(\theta)$ s'est fait, en utilisant les valeurs de l'aimantation à saturation M_S mesurée par SQUID, et en procédant par intégration des cycles d'hystérésis comme dans le cas du système $(Co_{1-x}Fe_x)_3Si$ (page 33)[42, 44].

L'énergie d'anisotropie magnétique E_a de symétrie $2\pi/4$ s'écrit :

$$E_a = \frac{K_1}{4} \cos^2(2\theta)$$

Par un ajustement numérique de $E_a(\theta)$ on détermine ainsi la constante d'anisotropie cubique K_1 .

Cette méthode d'intégration des cycles Kerr est très sensible au rapport signal sur bruit, *i.e.*, aux moindres perturbations sur les mesures des cycles $M(H)$. Une autre méthode plus précise pour la détermination des constantes d'anisotropie par effet Kerr magnéto-optique est la méthode du champ transverse.

II.4.2.a Méthode du champ transverse ou *Bias Field*

C'est Weber et al. [149, 150] qui ont proposé d'utiliser un champ statique H_B transverse d'amplitude constante et, *i.e.*, appliqué dans la direction perpendiculaire au champ de balayage H . Ce dernier est appliqué selon un axe de facile aimantation de la contribution de symétrie $2\pi/4$. Dans nos couches évaporées en incidence normale aucune contribution uniaxiale à E_a n'est attendue. Par contre pour les couches réalisées en incidence oblique du flux d'atomes métalliques, une contribution uniaxiale est présente (voir les systèmes $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ et $(Co_{1-x}Fe_x)_3Si$ étudiés au

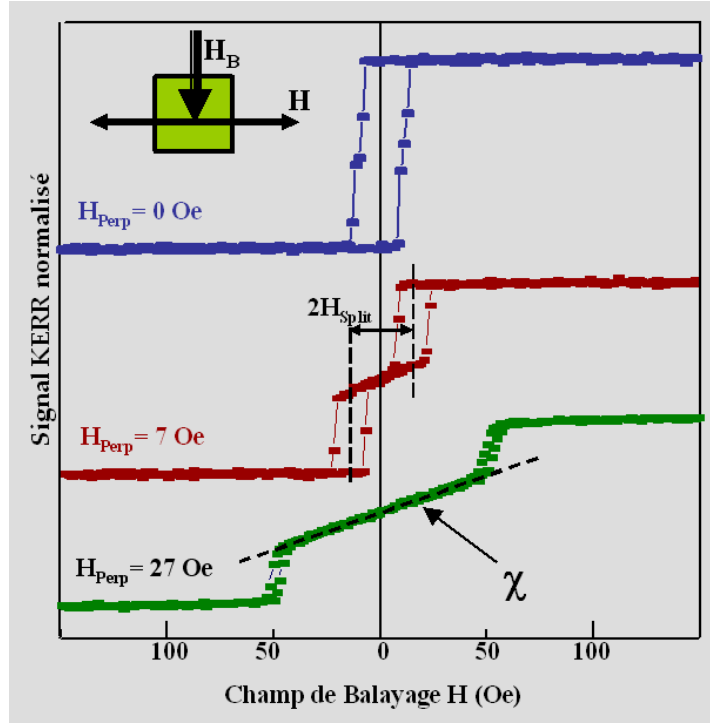


FIG. II.17 – Cycles Kerr mesurés avec un champ H_B appliqué perpendiculaire au champ de balayage H sur un film de 10 MC Fe/FeSi₂/Si(001) : $H = 0$ Oe, 7 Oe et 27 Oe. H_B est appliqué dans la direction $[110]_{Fe}$. La pente autour de $H=0$ est noté χ . Aussi mentionné sur le cycle du centre ($H_B = 7$ Oe) le champ de splitting H_{Split} , utilisé par Weber et al. [149, 150].

chapitre I paragraphe I.3.2- page 30-). Dans ce cas nous avons observé que l'axe de facile aimantation de la contribution uniaxiale coïncide avec la direction perpendiculaire au plan d'incidence. Pour le système Fe/Si(001) je ne discuterai pas en détail les propriétés magnétique des couches minces réalisées en incidence oblique [127].

Pour la généralité de la méthode du champ transverse notons que si une contribution uniaxiale est présente son axe de facile aimantation est porté par la direction $[110]_{Fe}$ perpendiculaire au plan d'incidence du flux métallique Fe-Co. Dans ce cas l'énergie libre par unité de volume incluant l'énergie d'anisotropie magnéto-cristalline, l'anisotropie uniaxiale et l'énergie Zeeman s'écrit :

$$E(\beta) = \frac{K_1}{4} \cos^2(2\beta) \pm K_U \sin^2(\beta) - M_S H_B \cos(\beta) - M_S H \cos(\beta)$$

β est l'angle que fait l'aimantation avec la direction d'application du champ H_B . Les signes (+) et (-) correspondent respectivement au champ de balayage H appliqué perpendiculaire ou parallèle à la direction $[110]_{Fe}$.

La recherche de la position d'équilibre stable de l'aimantation $\vec{M}$ ($\frac{\partial E(\beta)}{\partial \beta} = 0$ et $\frac{\partial^2 E(\beta)}{\partial \beta^2} > 0$), pour un champ longitudinal H autour de 0 implique que le champ transversal

H_B vérifie la condition $[2(-K_1 \pm K_U) + M_S H_B] > 0$. Dans ce cas, autour de $H = 0$, il existe une relation linéaire entre le signal Kerr β normalisé par l'aimantation à saturation ($M/M_S = \beta$) et le champ de balayage H :

$$\beta = \underbrace{\left(\frac{2(-K_1 \pm K_U)}{M_S} + H_B \right)}_{\chi}^{-1} \times H$$

La figure II.17 montre des cycles expérimentaux typiques obtenus pour différentes valeurs du champ transverse $H_B = 0, 7$ et 27 Oe. On détermine la pente $\chi_{\pm}$ en $H = 0$, pour le champ de balayage H_B appliqué selon les directions $[110]_{Fe}$ (+) et $[\bar{1}\bar{1}0]_{Fe}$ (-), en fonction de l'amplitude du champ transverse H_B .

L'inverse de la pente $\chi_{\pm}^{-1}$ est une fonction linéaire de H_B ($\chi_{\pm}^{-1} = f(H_B)$), qui permet de déterminer par régression linéaire les deux quantités :

$$\frac{2(-K_1 + K_U)}{M_S} \quad \text{et} \quad \frac{2(-K_1 - K_U)}{M_S}$$

Ces dernières donnent les valeurs des constantes d'anisotropie normalisées par M_S : $\frac{K_1}{M_S}$ et $\frac{K_U}{M_S}$ (K_1 et K_U si M_S est connu).

Quelques remarques :

- L'application de cette méthode nécessite la connaissance de la position des axes de facile aimantation des contributions uniaxiale et cubique à E_a pour déterminer l'expression analytique de la pente χ correspondant à une direction de balayage de H donnée.
- La détermination des constantes K_1 et K_U par le tracé de $\chi^{-1}(H_B)$ est une généralisation de la méthode initialement proposées [149, 150]. Elle est plus précise que la mesure de la pente en $H = 0$ et du champ de splitting H_{Split} entre les deux cycles mineurs (voir figure II.17).
- Il est communément admis que le signal Kerr mesuré en configuration longitudinale est proportionnel à la composante de $\vec{M}$ sur l'axe de balayage du champ. Ceci n'est pas toujours vrai. On note clairement sur la figure II.14(a) page 55 que les cycles d'hystérésis mesurés dans les directions de DA ne sont pas centrosymétriques ($M(H) \neq -M(-H)$ pour $H // [100]_{Fe}$ (■) et $[010]_{Fe}$ (■)). Cette asymétrie est liée à la contribution au signal Kerr d'un signal magnéto-optique non linéaire en aimantation M (signal Cotton-Mouton : cf. annexe A.2.4.c page 126). Des cycles asymétriques avaient déjà été observés [142] et montraient que cette asymétrie est due à la contribution de termes quadratiques en aimantation [34, 36, 151–155]. Dans ce cas, le calcul des constantes se fait à partir de la valeur moyenne des mesures $\chi^{-1}(H_B)$ déterminées pour un champ transverse

positif $+H_B$ et négatif $-H_B$. Cette remarque est plus particulièrement valable pour les couches évaporées en incidence oblique et présentant une anisotropie uniaxiale importante et pour lesquelles l'axe $[1\bar{1}0]$ est de difficile aimantation. Un minimum de précaution est donc indispensable à la détermination précise des constantes d'anisotropie par cette méthode du champ transverse.

II.4.2.b Évolution de K_1 en fonction de l'épaisseur de Fe

Les valeurs calculées de K_1 à partir de données $\chi_{\pm}^{-1}(\pm H_B)$ obtenues des cycles Kerr en champ transverse sont représentées sur la figure II.18. La constante d'anisotropie effective K_1 peut être modélisée à l'aide de la loi suivante :

$$K_1 = K_1^{Vol} + \frac{K_1^{Int}}{Nd_{001}} \quad (\text{II.1})$$

où K_1^{Vol} , K_1^{Int} et d_{001} sont respectivement les constantes d'anisotropie de volume, d'interface et la distance inter-plans le long de la direction $[001]$ ($d_{001} \cong 0.144$ nm). La loi est linéaire en $1/N$. Les constantes K_1^{Int} et K_1^{Vol} sont de signes opposés donnant lieu à un changement de signe de K_1 pour une épaisseur critique N_C .

Mais, pour nos couches, dans le domaine des faibles épaisseurs, on note un écart à la linéarité en $1/N$. Un ajustement des données expérimentales selon l'expression précédente de K_1 , en se restreignant au domaine linéaire ($N \geq 15$ MC), donne $K_1^{Vol} = 2.9 \times 10^5$ erg/cm³ et $K_1^{Int} = -3.5 \times 10^{-2}$ erg/cm². La contribution d'interface de notre système est importante comparée à celle obtenue par Heinrich et Cochran pour (Fe/Ag-001) [109]. Une valeur physiquement raisonnable de N_C est de l'ordre de quelques monocouches, typiquement $4 - 5MC$ [44, 145, 154, 156]. C'est celle qui a effectivement été mesurée sur différents systèmes en couches minces. Une simple contribution de surface n'explique donc pas la valeur importante de $N_C = 20-21MC$ (17-18MC) pour Fe/*CoSi*₂(*FeSi*₂)/Si(001)

La réduction de la contribution de volume par rapport à celle du Fe massif s'explique par la présence de Si dans la couche de Fe. Le Si se substitue au Fe dans la structure bcc du fer : $K_1^{Vol} = 2.9 \times 10^5$ erg/cm² pour un film de 80 MC ce qui correspond à 8 – 10% de Si dans Fe. Des analyses XRD (ESRF), il apparaît que les films subissent une distorsion tétragonale avec une compression biaxiale dans le plan par rapport au fer relaxé : $e_{//} \cong (-3.6 \pm 0.3\%)$ (10 MC). Les deux effets, la compression biaxiale dans le plan et la présence d'atomes de Si, doivent être pris en compte pour expliquer l'épaisseur critique importante observée dans nos couches.

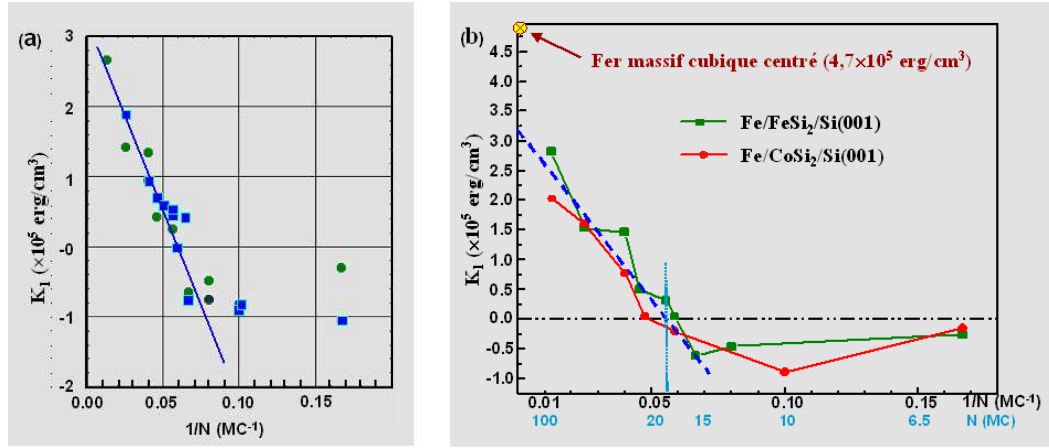


FIG. II.18 – Tracé de la variation de K_1 obtenu pour les films de Fe déposés sur $MSi_2/Si(001)$ ($M=Co$ ou Fe) en fonction de l'inverse de l'épaisseur en monocouches $1/N$:

- (a) les valeurs déterminées à partir de E_{Sat} (■) et par MOKE avec la méthode du «Bias field» (●).
 - (b) : ■ et ● mesuré par la méthode «Bias field». Le point ⊗ correspond à la valeur du fer massif.
- La droite ((a) —, (b) - - -) est la modélisation de l'évolution linéaire de K_1 en fonction de $1/N$

II.4.3 La contrainte biaxiale, un rôle primordial

La contrainte est un paramètre essentiel dans les couches minces : D. Sander et al. [111, 112, 157, 158] ont montré la forte dépendance des constantes effectives magnéto-élastique B_1 et magnéto-cristalline K_1 en fonction de l'épaisseur des films de Fe épitaxiés sur W(001). Ils ont relié l'évolution de B_1 à la déformation de ces mêmes films. Pour un cristal cubique la densité d'énergie totale fait intervenir les constantes magnéto-élastiques B_1 et B_2 , termes du second ordre en couplage spin orbite λ , mais aucune dépendance en fonction de l'angle polaire θ dans le plan n'est attendue, il est nécessaire de tenir compte des termes magnéto-élastiques d'ordre supérieurs, *i.e.*, du quatrième ordre (C_1 et C_2). (se référer à l'annexe A.1.2.a page 119 : Équat. A.12 et Équat. A.14). Nous avons calculé les termes magnéto-élastiques C_1 et C_2 [127, 159] à l'aide du modèle d'interaction de paires de L. Néel [132] en tenant compte des deux couches de coordinations du Fe.

A partir des données structurales (XPD, ISS) et électroniques (UPS, XPS) un film de N monocouches de Fe peut être modélisé comme $(N - 6)$ MC $Fe_{1-x}Si_x$ ($x=0.1$) prises en sandwich entre deux couches interfaciales d'épaisseurs 3 MC de Fe de composition Fe_3Si (Fig II.19 page 62). La constante d'anisotropie K_1 est la somme d'une contribution de volume de la couche $Fe_{1-x}Si_x$ et Fe_3Si contrainte (indice C) et d'une contribution de l'interface $Fe_3Si/FeSi_2$. La contribution de l'interface ($Fe_{1-x}Si_x/Fe_3Si$) est négligée car elle n'est pas abrupte : l'enrichissement

en Fer doit être progressif et non brutal. Cette dernière hypothèse a été vérifiée : j'ai réalisé la croissance et le caractérisation *in situ* par effet Kerr à l'IPCMS avec F. Scheurer. Nous avons observé la même épaisseur critique pour ces films sans couche de couverture. La constante effective de la couche K_1 s'écrit alors :

$$K_1 = \frac{N-6}{N} K_1^{Vol}(Fe_{1-x}Si_x^C) + \frac{6}{N} K_1^{Vol}(Fe_3Si^C) + \frac{K_1^{Int}(Fe_3Si^C)}{d_{001}N} \quad (\text{II.2})$$

La différence entre l'énergie d'anisotropie magnétique d'un système contraint et non contraint donne la correction δK_1 au premier ordre en déformation de la constante d'anisotropie effective du système contraint K_1^C par rapport à celle du système non contraint K_1^{NC} :

$$\delta K_1 = K_1^C - K_1^{NC} = C_2 e_{\perp} - 2C_1 e_{//} = - \left(\frac{2C_{12}}{C_{11}} \times C_2 + 2C_1 \right) e_{//} \quad ^1 \quad (\text{II.3})$$

Le modèle de Néel permet de calculer, pour un système non contraint, tel que nous l'avons modélisé, les constantes $K_1^{Vol}(Fe_{1-x}Si_x^{NC})$ et $K_1^{Vol}(Fe_3Si^{NC})$ ainsi que $K_1^{Int}(Fe_3Si^{NC})$. À partir des données expérimentales K_1 ($\equiv K_1^C$) et de l'équation II.3 on peut déterminer la déformation biaxiale dans le plan $e_{//}$. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure II.20 et comparés aux valeurs $e_{//}$ mesurées par XRD (ESRF) et par micro-diffraction en TEM. Les valeurs calculées $e_{//}$ à partir de notre modèle sont en accord avec celles mesurées expérimentalement en signe (–) et en amplitude.

Dans le tableau II.1 sont données les valeurs numériques des contributions de la 1^{ère} et 2^{ème} couche de coordination à la constante d'anisotropie K_1 pour du Fe bcc contraint et non contraint. Pour un film parfaitement pseudomorphe ($e_{//} = -5.6\%$) l'anisotropie magnétique cubique de symétrie 4 est pratiquement perdue : $\delta K_1 = K_1^C(Fe) \cong -K_1^{Vol}(Fe) = 4.7 \times 10^5 \text{ erg/cm}^3$. On constate que pour le fer la correction $\delta K_1 = K_1^C$ a le même signe que $e_{//}$ (< 0). C'est la deuxième couche de coordination qui joue un rôle fondamental dans un environnement cubique centré² comme cela fut déjà noté auparavant [160].

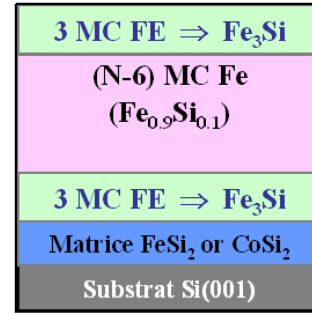


FIG. II.19 – Représentation schématique des Films de N monocouches de Fe épitaxiés sur Si(001).

¹En utilisant la théorie linéaire de l'élasticité $e_{\perp} = \frac{-2C_{12}}{C_{11}} e_{//}$. Les constantes élastiques du Fe pur bcc C_{12} et C_{11} : $C_{12}/C_{11} = 0.585$.

²la distance entre premier et second voisin diffère de moins de 15% : $r_1 = 0.249 \text{ nm}$ et $r_2 = 0.288 \text{ nm}$

TAB. II.1 – Valeurs numériques des différentes contributions de la 1^{ère} et 2^{ème} couche de coordination à la constante d'anisotropie K_1 calculée pour un film de fer bcc relaxé et pseudomorphe ($e_{//} = -0.056$). Dans le bas du tableau sont données les contributions d'interface de cristaux non contraints

	Fer non contraint $e_{//} = 0$ ($\times 10^5 \text{ erg/cm}^3$)	Fer sous contrainte $e_{//} = -0.056$ ($\times 10^5 \text{ erg/cm}^3$)
1 ^{ère} couche de coordination		
$K_1^{Vol}(1)$	14.84	14.84
$K_1^{Vol}(1)$	0	-1.85
$K_1^{Vol}(1) + \delta K_1^{Vol}(1)$	14.84	12.99
2 ^{ème} couche de coordination		
$K_1^{Vol}(2)$	-10.16	-10.16
$K_1^{Vol}(2)$	0	-2.70
$K_1^{Vol}(2) + \delta K_1^{Vol}(1)$	-10.16	-12.86
Somme des contributions de la de la 1 ^{ère} et de la 2 ^{ème} couche de coordination		
$K_1^{Vol} + \delta K_1^{Vol}$	$\delta K_1^{Vol} = 0$ $K_1^{NC} = 4.68$	$\delta K_1^{Vol} = -4.55$ $K_1^C = -0.13$
Contributions d'interface pour des cristaux non contraints		
$K_1^{Int}(Fe^{NC}) = -3.9 \times 10^{-3} \text{ erg/cm}^2$ $K_1^{Int}(Fe_3Si^{NC}) = -3.6 \times 10^{-3} \text{ erg/cm}^2$		

Les constantes d'anisotropie d'interface calculées pour un cristal non contraint Fe et Fe_3Si sont bien négatives (Tableau II.1) comme nous l'avons déterminé expérimentalement, mais en valeur absolue elles sont d'un ordre de grandeur trop petit pour expliquer l'épaisseur critique $18 < N_C \text{ (MC)} < 20$ obtenu à partir des données expérimentales. Ces valeurs conduisent à $N_C \cong 4 \text{ MC}$. L'équation classique de Néel (Équat. II.1 page 60) ne permet donc pas d'interpréter l'évolution de la constante d'anisotropie magnétique effective dans les films de Fe/Si(001).

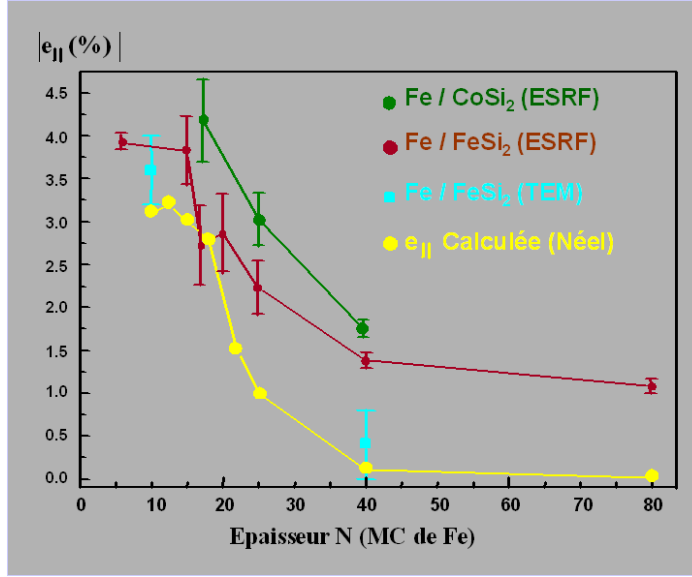


FIG. II.20 – Déformations ($e_{||}$ (%)) dans le plan en fonction de l'épaisseur N des couches de Fe : les valeurs de $e_{||}$ mesurées par XRD (ESRF) pour Fe/CoSi₂ (●), pour Fe/FeSi₂ (●) et déterminées par TEM pour le système Fe/FeSi₂ (■). Les symboles en jaune ● représentent $e_{||}$ calculées à partir du modèle.

II.4.4 Conclusion

C'est l'utilisation des différentes techniques d'analyses structurales (XPD, ISS, LEED, IMEDD), électroniques (XPS, UPS) *in situ* complétées par des expériences *ex situ* (HRTEM, XRD) qui ont aboutit à une connaissance détaillée du système Fe/Si(001) (Structure, contrainte composition chimique). La variation de la constante d'anisotropie K_1 magnéto-cristalline (de symétrie 4), mesurée par MOKE *ex situ*, en fonction de l'épaisseur des films épitaxiés de Fe, change de signe pour des épaisseurs de 18-20 MC. Ce comportement s'explique à l'aide du modèle d'interaction de paires qui montre, que la constante d'anisotropie de volume $K_1^{Vol}(Fe_{0.9}Si_{0.1}^C)$ reste toujours positive même dans les films les plus minces mais, que $K_1^{Vol}(Fe_3Si^C)$ et

$K_1^{Int}(Fe_3Si^C)$ ont des contributions négatives et sont responsables du changement de signe de la constante d'anisotropie K_1 . Le comportement observé $K_1(N)$ dans les couches résulte de trois effets combinés qui par ordre d'importance sont - 1) la contrainte biaxiale dans le plan des couches, -2) la concentration en Si et -3) dans une moindre mesure des effets d'interfaces.

II.5 Diagramme de phase d'anisotropie magnétique des alliages de Fe-Co

Les mesures magnéto-optique à température ambiante montrent que tous les alliages $Fe_{1-x}Co_x$ sont ferromagnétiques. Ils présentent tous une anisotropie magnétique d'ordre 4 dans le plan, mis à part pour les films de 10 MC riches en Co ($x > 0.8$). Ces derniers sont pratiquement isotropes d'un point de vue magnétique (p. ex. Fig II.22-a,b,c).

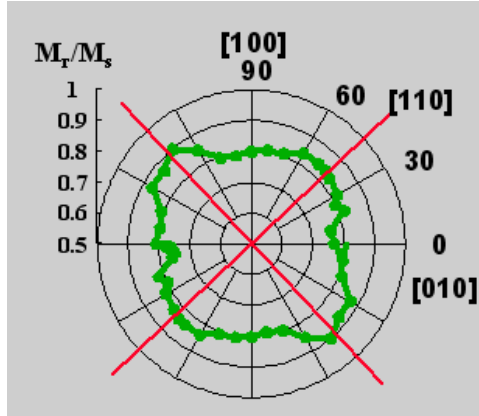


FIG. II.21 – Représentation polaire de M_r/M_s pour 10 MC de Co/FeSi₂/Si(001). Les axes de facile aimantation sont représentés par les traits rouges (—)

On constate que même les couches ne présentant pas d'ordre cristallographique à longue (XPD, IMEED) et courte distance (LEED) sont magnétiquement anisotropes : un film de 40 MC a ses axes de facile et difficile aimantation parallèles respectivement aux directions $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ (cf. Fig II.22-d,e,f).

Des résultats identiques, sur des alliages épitaxiés ou non, ont été obtenus sur substrat de MgO(001) ($0.3 \leq x \leq 0.7$ [161] et sur ZnSe(001)/GaAs(001) pour $0 \leq x \leq 0.9$ [162–164]. L'anisotropie est aussi de symétrie 4 et dans le plan des couches pour Co/GaAs(001) de structure cubique centrée [139] ou hexagonal compact (direction $c \parallel$ plan) [32]

La représentation en coordonnées polaire de $M_R/M_S(\theta)$, ci contre, met en évidence une très faible anisotropie de symétrie 4 (FA $\parallel \langle 110 \rangle$) avec une très faible contribution uniaxiale. La faible anisotropie cubique s'explique par une température de Curie dans ces couches ultra minces de Co, à peine supérieure à la température ambiante. Les constantes d'anisotropie dépendent fortement de la température et s'annulent à la température T_C [105].

On constate que même les couches ne présentant pas d'ordre cristallographique à longue (XPD, IMEED) et courte distance (LEED) sont magnétiquement anisotropes : un film

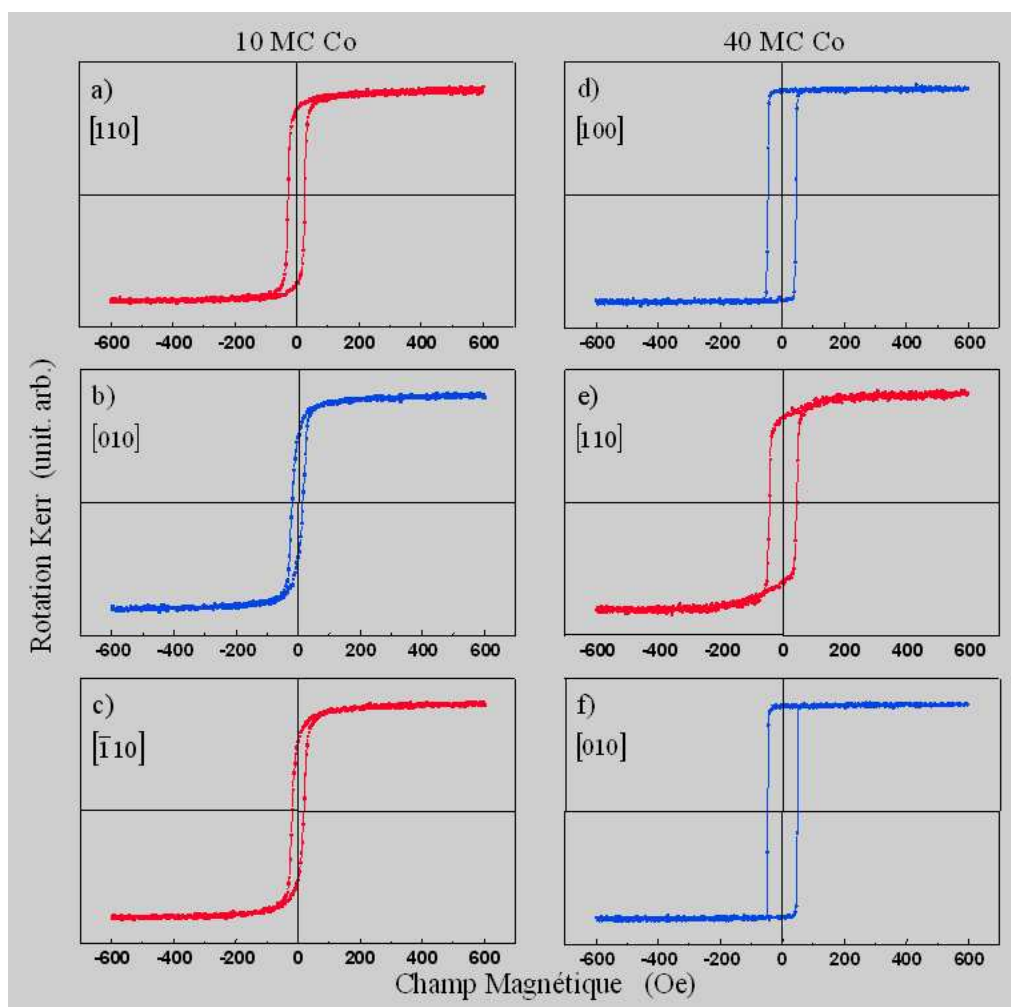


FIG. II.22 – Cycles d'hystérésis $M_I(H_L)$ MOKE pour film de 10 MC de Co épitaxiés de structure cubique centré (a-b-c) et pour un film de 40 MC de Co non épitaxiés (d-e-f).

Les constantes d'anisotropie $K_1(Fe_{1-x}Co_x)$ ont été déterminées par la méthode «généralisée» du champ transverse $\chi^{-1}(H_B)$. Les résultats sont reportés sur la figure II.23. On observe clairement des modifications drastiques de $K_1(Fe_{1-x}Co_x)$ en fonction de l'épaisseur et de la composition. Pour les films d'épaisseur 40 MC ($\cong 6$ nm) on a un double changement de signe : K_1 de signe positif pour $x < 0.18$ avec un axe de facile aimantation selon la direction [001], passe à des valeurs négatives avec un axe de FA coïncidant avec la direction [110] ($0.18 < x < 0.9$), puis devient à nouveau positif. En comparaison le changement de signe de K_1 s'effectue à des concentrations en Co plus importantes ($x = 55\%$) dans les alliages massifs $Fe_{1-x}Co_x$ comme indiqué par la droite en pointillée rouge sur la figure II.23. Cette différence entre les massifs et les couches minces est principalement à attribuer à la forte distorsion tétragonale, *i.e.*, à la contrainte biaxiale dans le plan des couches, présente dans les films d'alliages Fe-Co comme pour les couches de Fe discutées précédemment.

La valeur des fonctions de Néel, de la phase cubique à faces centrées du Co [110] a été utilisée pour obtenir le signe de K_1 du réseau cubique centré avec le modèle de Néel en extrapolant le paramètre de maille à partir des alliages massifs [79]¹. On trouve que la constante d'anisotropie $K_1^{Vol}(Co)$ est négative, donc opposée à $K_1^{Vol}(Fe)$. L'anisotropie presque nulle des films de 10 MC de Co indique que la contribution de surface à l'anisotropie est de signe positif ce qui est en accord avec les mesures de K_1 pour $Fe_{0.2}Co_{0.8}$:

$$\frac{K_1(Fe_{0.2}Co_{0.8})}{M_S}(10MC) > \frac{K_1(Fe_{0.2}Co_{0.8})}{M_S}(40MC)$$

La contribution d'interface est donc toujours de signe opposé à celle de volume, en accord avec le modèle de Néel à deux couches de coordination dans le cas d'une structure cubique centré.

TAB. II.2 – Signe de la constante d'anisotropie K_1 d'ordre 4 en fonction de la concentration x en Co des films d'alliages ($Fe_{1-x}Co_x$).

♠ : films non épitaxiés

x en (%)Co	0	0.18	0.22	0.30	0.8	0.9	0.97	1
10MC	< 0		- ? — ? — ? — ? —			0		
40MC	> 0		< 0			> 0 ♠		
80MC	> 0		< 0	- ? — ? — ? — ? —			< 0 ♠	> 0 ♠

¹Le paramètre de maille fcc est de 0.25 nm et celui extrapolé pour la phase bcc de 0.244 nm

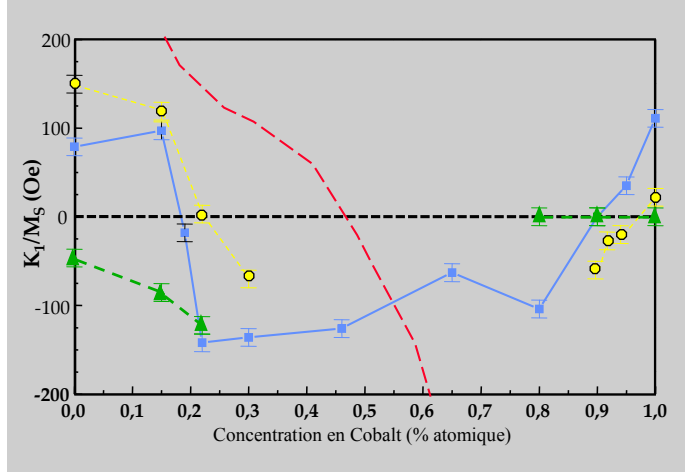


FIG. II.23 – Constantes d'anisotropies magnétiques K_1/M_S (en Oe) en fonction de l'épaisseur et de la concentration x des alliages $Fe_{1-x}Co_x$: les symboles $\blacktriangle$, $\blacksquare$ et $\circ$ correspondent respectivement à des épaisseurs de 10 MC, 40 MC et 80 MC. La courbe $---$ représente la variation de la constante K_1 pour les alliages massifs [20].

II.6 Conclusion

L'utilisation d'une couche tampon de siliciure de fer ou cobalt ultra mince (~ 1 nm) sur Si(001), comme germe de croissance et barrière de diffusion, a permis l'épitaxie par jet moléculaire de films minces de Fe et d'alliages Fe-Co malgré le fort désaccord de maille ($\sim -5.6\%$) entre les couches et le substrat. Il y a néanmoins la formation à l'interface d'un di-siliciure de fer $FeSi_3$ ultra mince. Les films de Fe s'épitaxient dans une structure cubique centrée, comme cela a été mis en évidence par les différentes techniques de caractérisation structurale. Les couches les plus minces sont partiellement contraintes et subissent une déformation tétragonale (10 MC déformation de $\sim -3.6\%$), elles sont partiellement relaxées pour des épaisseurs supérieures à 40 MC. L'ensemble des films dont l'épaisseur excède 6 MC possèdent une anisotropie magnétique planaire de symétrie d'ordre 4, à température ambiante, lorsque le dépôt de Fe est réalisé en incidence du flux d'atomes normal au substrat. Pour des recouvrements supérieurs à une épaisseur critique N_C , de 17 et 20 MC respectivement pour Fe/ $CoSi_2$ /Si(001) et Fe/ $FeSi_2$ /Si(001), les axes de facile aimantation sont orientés selon les directions $\langle 100 \rangle$, *i.e.*, ce sont les axes du Fe bcc massif. Une rotation de 45° des axes est observée pour les recouvrement inférieurs à N_C . Grace à un modèle d'interaction de paires, basé sur celui de L. Néel, et intégrant les connaissances structurales, la valeur importante de l'épaisseur critique a pu être attribuée, sans ambiguïté, à la contrainte biaxiale présente dans les films, à la présence de silicium

aux interfaces et, dans une moindre mesure, à la contribution directe des interfaces de Néel. Dans le modèle développé le signe de la contrainte influence directement la constante d'anisotropie K_1 . Effectivement, pour le fer la correction δK_1 à K_1 est de même signe que la contrainte dans le plan $e_{//}$, *i.e.*, positive si les films sont en tension et négative pour les couches en compression comme dans le cas du Fe/Si(001). La différence d'épaisseurs critiques, déterminée à partir des mesures des constantes d'anisotropie magnéto-cristalline du quatrième ordre en spin-orbite, pour les deux matrices utilisées, est corrélée à des films plus contraints sur $CoSi_2$ que sur $FeSi_2$.

Nous avons établi le diagramme de phase des alliages de Fe-Co épitaxiés sur Si(001) et montré que le cobalt s'épitaxie dans une phase métastable cubique centrée pour des épaisseurs inférieures à 10 MC. Tous les alliages sont ferromagnétiques à température ambiante et présentent, comme le fer, une anisotropie d'ordre 4 même lorsque l'ordre cristallographique à courte et longue distance, sondé par nos techniques expérimentales, est perdu, *i.e.*, les couches ne sont pas épitaxiées. La présence d'une anisotropie de symétrie 4 laisse à penser qu'un ordre structural existe dans ces films. La concentration en x dans ces couches permet, à épaisseur donnée, de moduler le signe de la constante K_1 . C'est un degré de liberté supplémentaire pour l'ingénierie d'hétérostructures Ferromagnétiques–Semi-conductrices.

Pour les couches minces de Fe et d'alliages $Fe_{1-x}Co_x$ épitaxié nous avons aussi étudié les propriétés d'anisotropie magnétique des films élaborés en incidence hors normale. Pour ces films de Fe ou d'alliages Fe-Co déposés en incidence oblique, nous avons constaté la superposition d'une contribution magnétique uniaxiale, d'axe facile perpendiculaire au plan d'incidence du flux quelque soit la direction cristallographique du substrat de Si dans le plan d'incidence.

Nous avons noté que la constante d'anisotropie augmente avec l'obliquité du flux et qu'à angle d'évaporation donné elle dépend de l'orientation du substrat (direction $[100]_{Si}$ ou $[110]_{Si}$ du substrat parallèle plan d'incidence). La valeur de la constante d'anisotropie uniaxiale K_u est de l'ordre de 20 – 30% plus importante lorsque le plan d'incidence du flux est parallèle à la direction $[110]_{Si}$. De plus, les mesures de XRD à l'ESRF n'ont pas mis en évidence de contraintes uniaxiales dans le plan des couches, excluant de fait cette hypothèse comme source de l'anisotropie uniaxiale. Cette anisotropie uniaxiale avait déjà été observée sur nos couches de siliciures binaires et ternaires ferromagnétiques épitaxiés sur Si(111).

C'est ce point qui a attiré notre attention : la recherche de l'origine de cette anisotropie uniaxiale, qui n'était alors pas établie clairement dans la littérature, et qui fait l'objet du chapitre suivant.

Chapitre III

Films de Fe épitaxiés sur Si(111) : Morphologie - Anisotropie magnétique et magnéto-optique

Sommaire

III.1 Introduction-contexte	73
III.2 Croissance des couches minces de Fe/Si(111)	76
III.3 Couches Fe/Si(111) évaporées en incidence normale . .	78
III.3.1 Croissance et Morphologie	78
III.3.2 Anisotropies magnétique et magnéto-optique	80
III.3.2.a Signaux magnéto-optique Kerr	82
Contribution polaire	82
Signaux magnéto-optiques quadratiques	84
III.3.2.b Constante d'anisotropie magnéto-cristalline	86
III.3.3 Conclusion	87
III.4 Les films Fe/Si(111) épitaxiés en incidence du flux oblique	87
III.4.1 Morphologie des couches	87
III.4.2 Anisotropie magnétique d'origine dipolaire	91
III.4.2.a Résultats expérimentaux	91
III.4.2.b Calcul de l'Anisotropie uniaxiale	91
III.4.2.c Conclusion	94
III.4.3 Un signal magnéto-optique d'interface	94
III.5 Couche de couverture - Les contributions au signal d'in- terface élucidées	99

III.5.1 Système Si/40 MC Fe/Si(111)	99
III.5.2 Système Au/40 MC Fe/Si(111)	103
III.5.3 Signal d'interface du système Au/Fe/Si	104
III.6 Conclusion	105

III.1 Introduction-contexte

Ce chapitre est consacré à l'étude des propriétés d'anisotropie magnétique, d'anisotropie du signal magnéto-optique Kerr et de morphologie de couches minces de Fe épitaxiées sur Si(111). Nous avons initié l'étude de ce système dans le but de répondre à une question bien précise : quelle est l'origine physique de l'anisotropie uniaxiale observée dans nos systèmes ferromagnétiques épitaxiés par MBE sur silicium ($Fe/Si(001)$, $Fe_{1-x}Co_x/Si(001)$, $Fe(Si_{1-x}Fe_x)/Si(111)$ et $(Fe_{1-x}Co_x)_3Si/Si(111)$) en incidence oblique (flux des atomes non perpendiculaire à la surface du substrat) ? C'est un phénomène connu de longue date voir par exemple l'article de L. Abelmann et C. Lodder [53] et les références citées. L'anisotropie uniaxiale a aussi été observée dans le cas de croissance sur substrats vicinaux [48, 50, 51, 89, 165, 166]. Dans ce dernier cas, elle s'explique à l'aide du modèle de Néel [132] d'anisotropie de surface [110, 166]. Son origine est due à une réduction de la symétrie en bord de marche qui induit une anisotropie magnéto-cristalline. La contrainte peut aussi, dans le cas de croissance sur substrats vicinaux, jouer un rôle déterminant [167]. Dans ces systèmes, la direction de facile aimantation dans le plan est soit parallèle ou soit perpendiculaire aux bords de marche. Bruno [168, 169] avait montré que pour des croissances sur substrats vicinaux une distribution de charges magnétiques existe en bord de marche qui favorise une anisotropie uniaxiale d'axe de facile aimantation parallèle aux bords de marche. Il a suggéré que cette anisotropie dipolaire n'est pas négligeable.

L'anisotropie uniaxiale peut aussi être induite par dépôt en évaporation oblique sur une surface plane [31–37, 47, 47–53, 170], comme c'est le cas pour nos films. Elle est aussi observée par suite d'un bombardement d'ions en incidence rasante de la surface d'un film déposé à la normale, à basse température, [170–172]. Dans le cas des films de Fe déposés sur MgO en incidence oblique deux interprétations ont été proposées :

- la première suggère que l'anisotropie résulte des effets magnéto-élastiques induits par la distorsion tétragonale de la maille cubique dans le plan de la couche [52]. L'anisotropie uniaxiale est reliée à un effet de volume résultant de l'énergie magnéto-élastique. Comme je l'ai déjà mentionné, nos films de $Fe/Si(001)$, avec les méthodes d'investigations utilisées, ne présentent pas de tétragonalisation de la maille dans le plan des couches.

- la seconde attribue l'anisotropie magnétique uniaxiale à une rugosité de surface anisotrope [173, 174], origine aussi retenue dans le cas de croissance de $Co/Cu(001)$ [52, 175]. Dans ce dernier cas c'est l'interaction dipolaire à longue portée qui est à l'origine de l'anisotropie, *i.e.*, c'est une anisotropie de forme induite par la morpho-

logie de surface.

Wolfe et al. [173] ont été les premiers à quantifier l'anisotropie uniaxiale d'origine dipolaire à l'aide d'un calcul proposé par Arias et Mills [176] pour des profils de surfaces modulées selon une direction spécifique (comme c'est le cas pour une croissance sur substrats vicinaux), et utilisant les images de topographie STM (microscope à effet tunnel) des films. Leur calcul est valable dans la limite des faibles rugosités. Dans le cas de nos couches, il nous a semblé clairement établi que l'anisotropie uniaxiale résulte d'une rugosité anisotrope de surface. Il fallait néanmoins en apporter une preuve directe : observations STM, mesures expérimentales de K_U et un calcul de l'anisotropie uniaxiale à partir des images STM intégrant la rugosité de nos couches qui se révèle importante. C'est dans cette direction, que j'ai orienté ma recherche avec les chercheurs du groupe «siliciures» et «champ proche AFM-STM» à partir de 2001. Le rôle déterminant de la morphologie de surface lié à la croissance avait qualitativement été mis en exergue expérimentalement et par la seule approche quantitative [173]. On constate une fluctuation importante entre les données de K_U déterminées expérimentalement et celles calculées à partir des images STM [173], sans conteste liée à l'hypothèse d'une faible rugosité pour le calcul. La pointe STM est un autre facteur déterminant dans l'obtention d'images de topographie STM de qualité servant aux calculs de K_U .

Pour une étude précise de l'anisotropie magnétique uniaxiale et de son origine, il est indispensable de s'affranchir des contributions d'origine magnéto-cristalline à l'énergie d'anisotropie magnétique, et de réaliser des films ne présentant qu'une anisotropie uniaxiale. C'est pour cette raison que nous avons choisi d'utiliser la face (111) du silicium. Dans ce cas, la constante d'anisotropie magnéto-cristalline K_2 d'ordre 6 en spin-orbite a une contribution à la densité d'énergie d'anisotropie totale qui est négligeable¹ comparée à la contribution de K_U . L'étude de l'évolution de K_U en fonction de l'angle d'incidence du flux et de l'épaisseur de Fe se fera en étroite collaboration avec le groupe «champ proche AFM-STM» qui dispose de l'outil expérimental indispensable pour sonder la nanostructuration de surface des couches de Fe (morphologie-topographie).

C. Pirri et G. Garreau («champ proche AFM-STM»), dans le cadre de la thèse de M.^{lle} Hajjar (2001-2004), étudiaient par microscopie (STM) et spectroscopie (STS) en champ proche la croissance d'un siliciure de fer de reconstruction de surface $c(4 \times 8)$

¹Voir annexe A page 118 équation (A.8) et page 120 équation (A.15). Dans le fer massif $A_4 = K_1/(8 \cdot M_s) \approx 35 \text{ Oe}$ et $A_6 = K_2/(108 \cdot M_s) \approx 0.07 - 0.15 \text{ Oe}$ alors que des valeurs typiques de K_U induites par l'évaporation oblique sont de l'ordre de quelques dizaines à quelques centaines d'Oe.

[177, 178] sur Si(111) ; ils ont initié les études de croissance du Fe sur Si(111) en incidence normale en utilisant cette matrice de siliciure.

En même temps, pour ma part, j'ai apporté des améliorations techniques et mécaniques au banc de mesure magnéto-optique Kerr et je me suis investi avec G. Gewinner au développement de la méthode «*TBIIST*»¹ pour Transverse Bias Initial Inverse Susceptibility and Torque. Le développement du TBIIST a été motivé par la volonté de déterminer précisément les constantes d'anisotropie et en particulier la faible constante K_2 sur les films de fer évaporés en incidence normale. Il était évident que la méthode conventionnelle du «*Bias Field*» [149, 150], que nous avons étendue à des mesures en fonction de l'amplitude du champ transverse dans le cadre de l'étude du système Fe/Si(001), avait ses limites : en particulier - 1) il est nécessaire de faire des hypothèses sur la forme analytique de la fonction d'énergie d'anisotropie E_a dans le plan de la couche et, - 2) se pose le problème des contributions quadratiques en aimantation au signal magnéto-optique Kerr qui oblige à une double mesure pour une détermination juste de la constante d'anisotropie (voir II.4.2.a page 57). Ces contributions quadratiques, et d'autres, de type polaire, identifiées par la suite, existent quelle que soit la surface considérée du substrat, (001) ou (111), et peuvent représenter dans certains cas particuliers, jusqu'à 20 – 30% du signal magnéto-optique. C'est ce qui m'a amené à analyser de façon détaillée les différentes contributions au signal magnéto-optique Kerr (Thèse de S. Zabrocki : 2003-2006). L'aboutissement de la partie magnéto-optique Kerr, incluant la détermination précise de la fonction d'énergie d'anisotropie magnétique et l'identification des différentes composantes du signal magnéto-optique, a été rendue possible grâce à un travail en étroite collaboration avec les diverses personnes du groupe «Siliciure» et «Champ proche STM» impliquées dans la croissance de films de qualité et à leurs caractérisations morphologiques, structurales et électroniques.

Je présenterai dans la suite principalement les résultats que j'ai obtenus concernant les anisotropies magnétiques et magnéto-optiques sur les couches minces de Fe épitaxiées sur silicium en incidences normale et oblique du flux de Fe par le groupe «Champ proche STM». Ces résultats permettent d'interpréter les modulations d'anisotropie uniaxiale (amplitude et direction d'axe de facile aimantation) observées lorsqu'une couche de couverture est évaporée en incidence oblique sur un dépôt de Fe préalablement déposé en incidence normale (Thèse de R. Stéphan : 2003-2006 – Groupe «Siliciure»).

¹Pour le détail de la méthode TBIIST et ses potentialités voir l'article [142] et pour une rapide description de la méthode se référer à l'annexe A page 130

III.2 Croissance des couches minces de Fe/Si(111)

La croissance des couches minces de fer est réalisée par épitaxie par jet moléculaire à une pression de 10^{-10} mbar dans une chambre ultra-vide. Cette dernière est connectée à deux autres chambres de caractérisation, l'une équipée d'un microscope à effet tunnel (STM) et l'autre d'un ensemble de techniques de caractérisations structurales et électroniques de surface (LEED, XPD, XPS, ISS).

Les films sont réalisés sur un substrat de silicium préalablement nettoyé par recuits flash à $\approx 1100^\circ\text{C}$ à des pressions $< 10^{-10}$ mbar. La surface du Si, observée par STM et présentée sur la figure III.1, est constituée de grandes terrasses de largeur supérieure à 100 nm sur lesquelles on a une reconstruction atomique de surface (7×7) exempte de défauts.

La couche tampon ultra mince, un siliciure de fer $FeSi_{1.7}$, est obtenue par dépôt de 1.7 MC de Fe¹ à température ambiante, suivi d'un recuit à $\approx 575^\circ\text{C}$ pendant 20 minutes. Ce siliciure recouvrant l'ensemble du substrat est plan à l'échelle atomique et de reconstruction de surface $c(4 \times 8)$ [177], La couche de Fe est épitaxiée sur la matrice $FeSi_{1.7}$ à température ambiante avec un taux de dépôt de ≈ 1 MC/min. Les substrats ont tous été orientés avec la direction $[\bar{1}2\bar{1}]_{Si}$ parallèle au plan d'incidence du flux de Fe (voir Fig III.2).

Pour les caractérisations *ex situ*, par effet Kerr magnéto-optique, la couche de Fe est protégée par un dépôt de Ge d'épaisseur 5 nm évaporé en incidence normale.

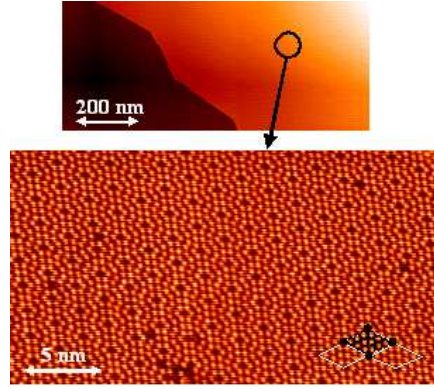


FIG. III.1 – Image STM d'une surface de Si(111). [G. Garreau - LPSE]

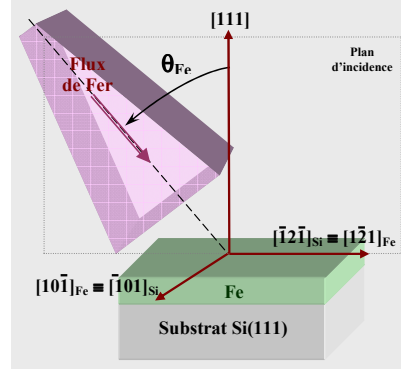
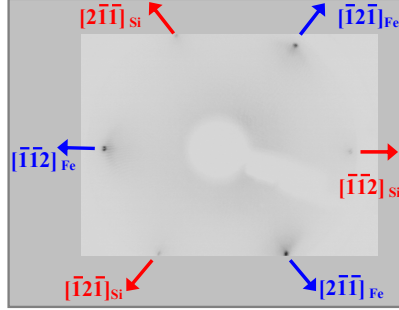


FIG. III.2 – Schéma définissant l'angle d'évaporation θ_{Fe} et l'orientation du substrat par rapport au plan d'incidence du flux d'atomes de Fe.

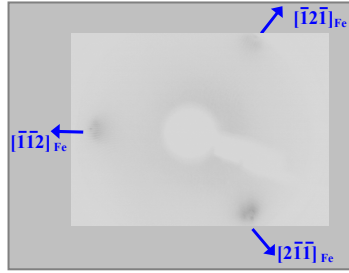
¹1 MC est définie par rapport à la densité atomique du Si(111) qui est de 7.8×10^{14} atomes/cm² et correspond à une distance entre deux plans de Fe(111) de 0.082 nm

Trois séries d'échantillons de couches minces ont été étudiées en MOKE :

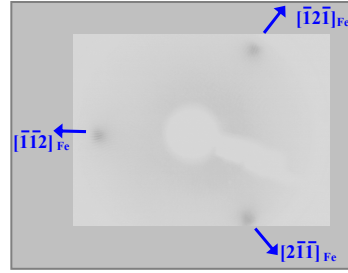
1. - des films évaporés en incidence normale du flux de Fe ($\theta_{Fe} = 0^\circ$) d'épaisseurs d_{Fe} comprises entre 10 MC et 300 MC,
2. - des dépôts de 40 MC sous incidence du flux de Fe variable : $0^\circ \leq \theta_{Fe} \leq 70^\circ$,
3. - des films évaporés à $\theta_{Fe} = 70^\circ$ et d'épaisseurs comprises entre 20 et 200 MC.



(a) 6 MC Fe/Si(111)



(b) 22 MC Fe/Si(111)



(c) 60 MC Fe/Si(111)

FIG. III.3 – Diagramme LEED pour différentes épaisseurs de Fe. L'énergie des électrons incident est de 34 eV. Les flèches rouge ($\rightarrow$, $\nearrow$, $\nwarrow$) et bleu ($\leftarrow$, $\nearrow$, $\nwarrow$) indiquent respectivement les directions équivalentes $\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$ du silicium et $\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$ du fer. On note la symétrie cristallographique d'ordre 3 : les taches de diffraction selon les directions équivalentes $[\bar{1}\bar{1}2]$, $[\bar{1}2\bar{1}]$ et $[2\bar{1}\bar{1}]$

Pour l'ensemble des films, évaporés en incidence normale ou oblique, les diagrammes LEED (Fig III.3) mettent clairement en évidence une symétrie cristallographique d'ordre 3 et les mesures de diffraction de photoélectrons montrent que le Fe adopte la structure cubique centrée α -Fe avec une relation d'épitaxie de type B :

$$\begin{aligned} Fe(111) // FeSi\ c(4 \times 8)(111) // Si(111) \\ Fe[\bar{1}\bar{1}2] // FeSi\ c(4 \times 8)[\bar{1}\bar{1}2] // Si[\bar{1}\bar{1}2] \end{aligned}$$

Le lecteur intéressé par le détails des caractérisations structurales et électroniques (LEED, XPD, XPS, ISS) peut se référer à la thèse de S. Hajjar [179] et à l'article de G. Garreau et al [130, 177].

Intéressons nous tout d'abord aux couches minces épitaxiées en incidence normale.

III.3 Couches Fe/Si(111) évaporées en incidence normale

III.3.1 Croissance et Morphologie

La croissance des couches de fer est de type Volmer-Weber. Pour des recouvrement inférieurs à 3.5 MC, on observe une croissance du Fe en îlots, isolés les uns des autres, qui pour des recouvrements supérieurs à 5 MC forment, par coalescence, un film continu [130]. La forme des îlots est isotrope et leur taille latérale augmente avec l'épaisseur déposée comme on le constate sur les images STM de la figure III.4.

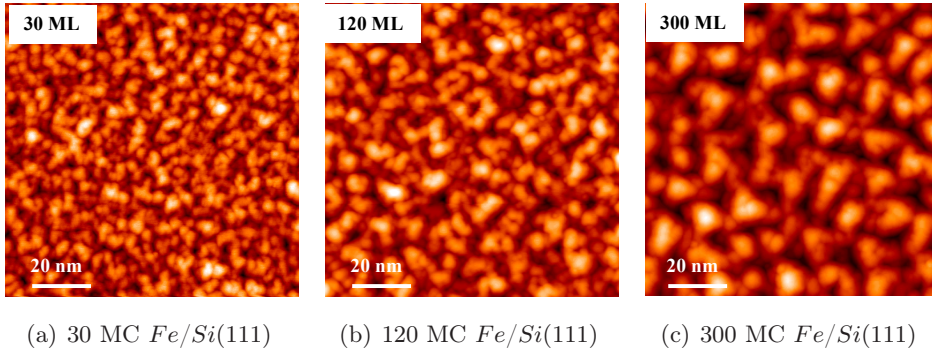


FIG. III.4 – Évolution de la morphologie en surface en fonction de l'épaisseur de Fe déposées sur Si(111). La surface des images STM est de 20 nm^2 . [G. Garreau & J.L. Bubendorff - LPSE]

Une quantification des dimensions latérales moyennes et de la distance moyenne (longueur de corrélation) séparant des objets distribués sur une surface peut être obtenue par un traitement mathématique des images STM à l'aide de fonctions particulières, la fonction d'auto corrélation $G(x_i, y_i)$ de l'image topographie $z(x, y)$:

$$G(x_i, y_i) = \sum_{x, y} z(x, y) \cdot z(x + x_i, y + y_i)$$

C'est une mesure bidimensionnelle des corrélations hauteur $z(x, y)$ -hauteur $z(x, y)$ dans toutes les directions du plan des films.

La figure III.5 est un exemple d'utilisation de la fonction d'autocorrélation à partir d'une image STM (III.5-a) d'un film de 40 MC. La fonction d'autocorrélation $G(x_i, y_i)$ (III.5-b) ne présente qu'un maximum ($G(0, 0)$) au centre de l'image d'autocorrélation. Ce maximum, très marqué, de section circulaire, est entouré d'un halo

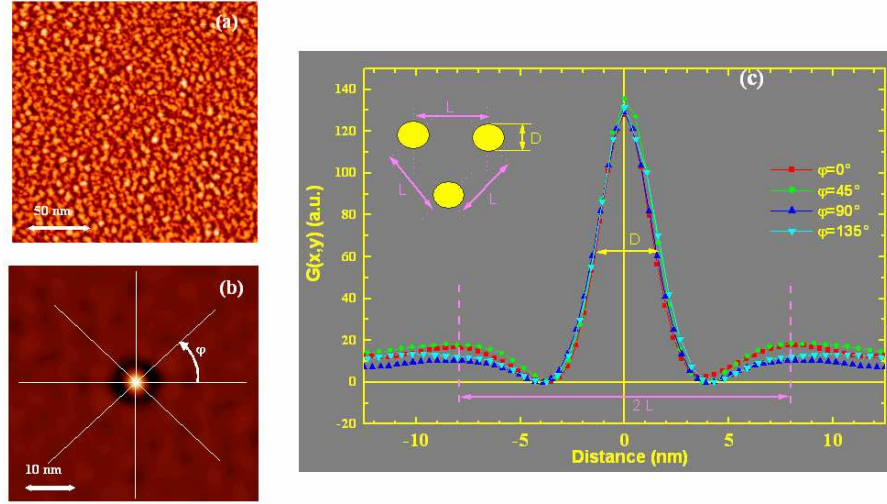


FIG. III.5 – Exemple d'utilisation de la fonction d'autocorrélation de la topographie $z(x, y)$. (a) Image STM d'un film de 40 MC de Fer. (b) la fonction d'autocorrélation $G(x_i, y_i)$. Les droites représentent les directions pour lesquelles le profil de la fonction est donné sur le graphe (c) de droite. [G. Garreau - LPSE]

sombre et isotope sur un fond quasi continu. Cela traduit une faible corrélation seulement à courte distance entre objets et une isotropie de leurs dimensions latérales. Une analyse plus approfondie à partir des profils de la fonction d'autocorrélation relevés selon différentes directions φ dans le plan de la couche, montre que, quelque soit la direction, ces profils sont similaires (Fig. III.5-c) : les îlots de fer sont isotropes. Le diamètre moyen D des îlots de Fer est estimé à partir de la largeur à mi-hauteur du pic central $G(0,0)$: pour le film de 40 MC de la figure III.5 le diamètre moyen des îlots est $D \cong 4$ nm.

La hauteur moyenne des îlots a , quant à elle, été estimée par la mesure de la rugosité moyenne (RMS) des couches à partir des images de topographie STM $z(x, y)$:

$$RMS = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_N (Z_{Moyen} - z_i)^2}$$

Pour le film de 40 MC, donné en exemple sur la figure III.5, la rugosité moyenne est de $\cong 0.4$ nm. Le diamètre D et la hauteur moyenne RMS pour l'ensemble des couches sont représentés en échelle logarithmique sur la figure III.6 ci dessous. On y note que l'évolution de D et la variation de RMS en fonction de l'épaisseur de Fe d_{Fe} obéissent à des lois de puissance : $D \propto (d_{Fe})^{0.36}$ et $RMS \propto (d_{Fe})^{0.58}$.

Avec S. Zabrocky (Thèse), nous avons effectué une analyse statistique à partir des images STM. Le gradient de $z(x,y)$ a été déterminé localement en chaque point (x, y) (pixel) de l'image STM. L'histogramme représentant la distribution du gradient local

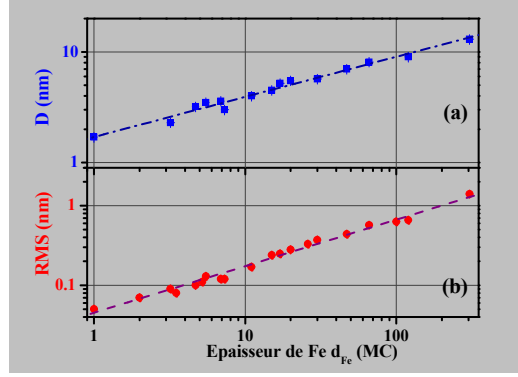


FIG. III.6 – (a) Diamètre moyen D (■) et (b) hauteur moyenne (RMS) (●) des îlots de Fe en fonction du recouvrement de Fe pour des couches évaporées en incidence normale ($\theta_{Fe} = 0^\circ$) en échelle logarithmique.

fait apparaître 3 maxima de même amplitude localisés en 3 points sur l'histogramme $N(\frac{\partial z(x,y)}{\partial x}, \frac{\partial z(x,y)}{\partial y})$ (voir p.ex. fig. III.7(c)). Ces points correspondent aux angles d'inclinaison des trois faces d'un tétraèdre : les plans cristallographiques d'indice $\{011\}$ de la structure cubique du Fe qui sont inclinés de $\approx 35.7^\circ$ par rapport à la direction $[111]$ (fig. III.7-(d)). D'un point de vue statistique, la surface de nos couches de Fe est donc constituée de nano-tétraèdres exposant des plans $\{011\}$, dont la taille (hauteur-extension latérale) augmente en fonction du recouvrement de Fe.

III.3.2 Anisotropies magnétique et magnéto-optique

Toutes les couches d'épaisseur supérieure à 10 MC sont ferromagnétiques à température ambiante et présentent une anisotropie magnétique dans le plan (111) de symétrie $2\pi/6$. Nous avons analysé la variation de la constante d'anisotropie K_2/M_S en fonction de d_{Fe} avec notre méthode TBIIST. Les analyses des couches par effet Kerr magnéto-optiques ont été effectuées avec une polarisation incidente s et nous avons mesuré la rotation Kerr ϑ . La variation de χ^{-1} et ΔH en fonction de l'angle polaire θ dans le plan (111) est tracée sur la figure III.8 pour deux épaisseurs de Fe : 15 MC (≈ 1.2 nm) et 50 MC (≈ 4.1 nm). La symétrie d'ordre 6 associée à la contribution magnéto-cristalline K_2 est clairement présente sur les courbes TBIIST. Pour tous les films, il y a aussi une faible contribution uniaxiale (K_u) à l'énergie d'anisotropie magnétique E_a .

Sur ces données TBIIST, on remarquera la précision de la méthode capable de déterminer de très faibles contributions dans une couche ultra mince : pour le film d'épaisseur 15 MC la constante d'anisotropie magnéto-cristalline est $K_2/M_S = +2.88 \pm 0.18$ Oe ($K_2 \cong 4.5 \times 10^3$ erg/cm³) et une contribution uniaxiale dont la constante d'anisotropie $K_U/M_S = 1.44 \pm 0.07$ Oe. Pour le film de 40 MC, on obtient :

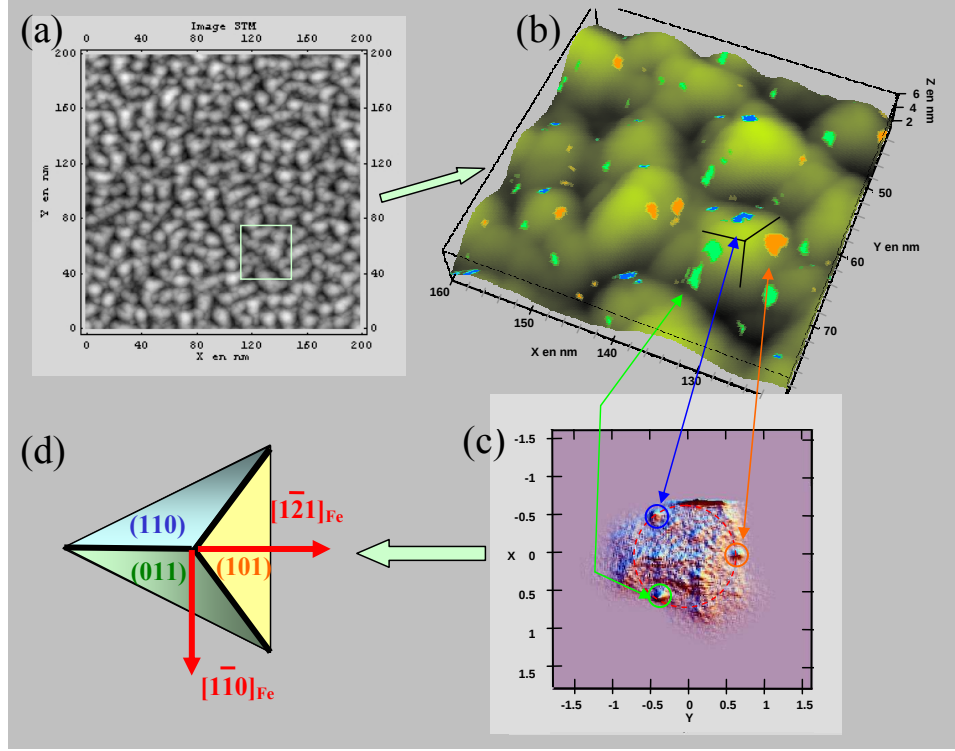


FIG. III.7 – (a) Image de topographie d’une surface $200 \times 200 \text{ nm}^2$ de 300 MC bcc de Fe(111) ($\approx 24 \text{ nm}$), (b) Détail d’une zone de l’image STM (a) ($20 \text{ nm} \times 20 \text{ nm}$) où les points en couleur correspondent aux surfaces (101), (011) et (110) de la structure bcc du Fe, (c) Histogramme de la distribution de gradients de $z(x,y)$: les trois cercles correspondent à la position des surfaces {101} de Fe. A chacune des trois faces {011} du tétraèdre de Fe est attribuée une couleur reportée sur l’image en (b) pour les gradients associés, (c) îlots de Fe de la forme tétraédriques vue du haut. [Calculs : S. Zabrocki / Images STM : J.L. Bubendorff et G. Garreau]

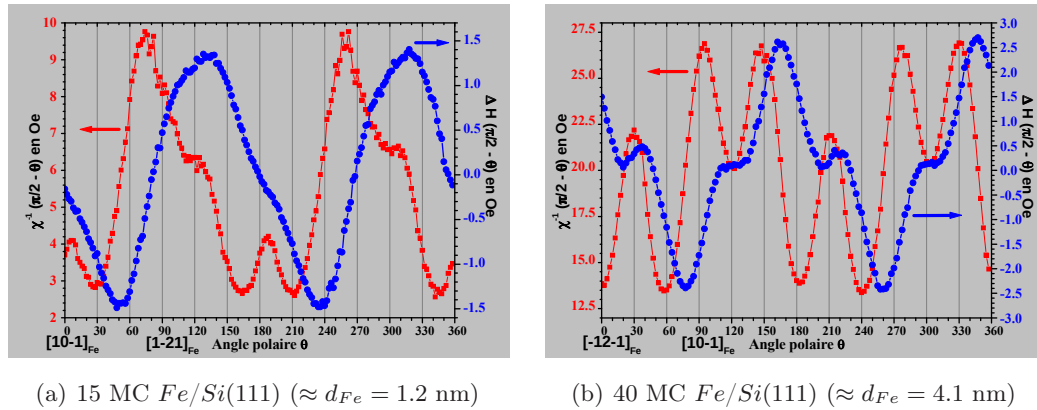
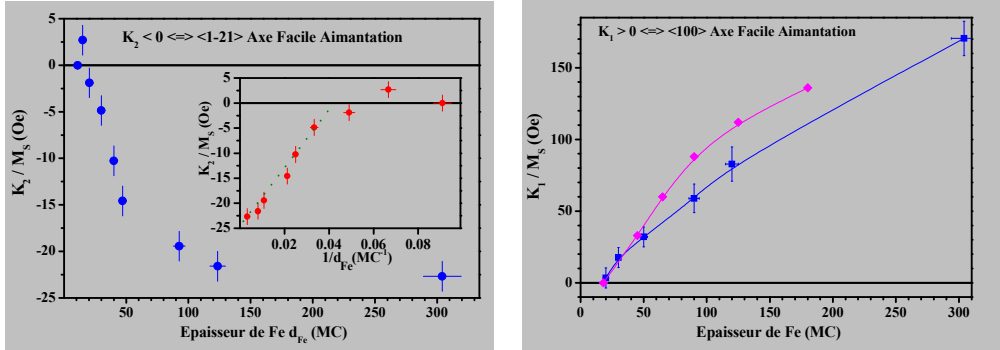


FIG. III.8 – Mesures *TBIIST* : variation de la susceptibilité inverse initiale χ^{-1} et du couple ΔH en fonction de l’angle polaire θ dans le plan des couches.

$K_2/M_S = -13.26 \pm 0.53 \text{ Oe}$ et $K_U/M_S = 1.92 \pm 0.04 \text{ Oe}$. Le signe de la constante K_2 détermine l'axe de facile aimantation. Il correspond à une direction cristallographique $\langle \bar{1}01 \rangle$ si la constante est positive, alors que, pour K_2 négative l'axe de facile aimantation est une direction $\langle 1\bar{2}1 \rangle$. La constante d'anisotropie K_2 est négative pour les couches d'épaisseurs supérieures à $\cong 18 \text{ MC}$ (cf. Fig III.9(a)). Les constantes déterminées sont du même ordre de grandeur que celles obtenues par des mesures de couple sur des monocristaux massifs [79, 105] et sur des couches minces par FMR [71, 180].

Les mesures TBIIST nous renseignent aussi sur les différentes contributions au signal magnéto-optique Kerr. Il est nécessaire de tenir compte de cette information pour une interprétation la plus juste des constantes d'anisotropie magnétique.



(a) Constante K_2/M_S corrigée de la contribution K_1/M_S (voir texte) en fonction de l'épaisseur d_{Fe} et $1/d_{Fe}$.

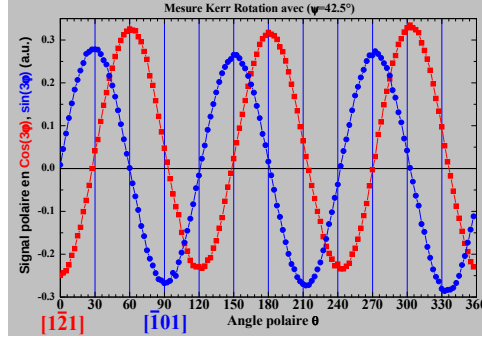
(b) Constante K_1/M_S déterminée à partir du signal polaire (■) pour Fe/Si(111) et mesurée sur des couches de Fe/Si(001) (■).

FIG. III.9 – Constante d'anisotropie magnéto-cristalline K_2/M_S et K_1/M_S en fonction de l'épaisseur d_{Fe} (MC) des couches de Fe épitaxiées sur Si.

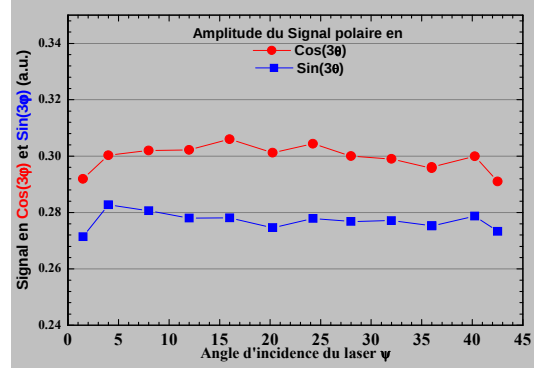
III.3.2.a Signaux magnéto-optique Kerr

Contribution polaire

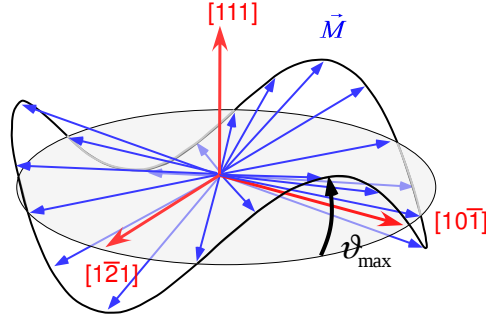
Dans nos couches, l'analyse de Fourier du signal magnéto-optique Kerr (Annexe A.2 page 121) indique la présence d'une contribution de symétrie d'ordre 3 par rapport à l'orientation du champ et de la couche : les termes $(a_3(\theta) \times \cos 3\varphi)$ et $(b_3(\theta) \times \sin 3\varphi)$ (d'amplitudes respectives a_3^3 et b_3^3), qui ne sont pas attribuables à des effets magnéto-optiques quadratiques en aimantation. Ce signal de périodicité $2\pi/3$ (Fig. III.10(a)), présent pour l'ensemble des films, est constant en fonction de l'angle d'incidence ψ du laser : c'est une propriété caractéristique d'un signal Kerr de type polaire (Fig. III.10(b)).



(a) Signaux polaires en quadrature de phase de périodicité $2\pi/3$ (en $\cos(3\varphi)$: $\bullet$ et $\sin(3\varphi)$: $\bullet$) mesurés en fonction de l'angle θ . L'angle d'incidence $\psi = 42.5^\circ$. L'angle de référence Kerr $\theta = 0^\circ$ correspond à la direction $[1\bar{2}1]_{Fe}$.



(b) Amplitude de la contribution polaire de symétrie $2\pi/3$ en fonction de l'angle d'incidence ψ du laser.



(c) Oscillation hors du plan (111) du vecteur $\vec{M}$ en fonction de l'angle polaire θ (cas $K_1 > 0$).

FIG. III.10 – Signal magnéto-optique Kerr de type polaire pour un film de 300 MC de Fe épitaxié sur Si(111). Les signaux ont été mesurés par la méthode du champ tournant décrite en annexe A page 129

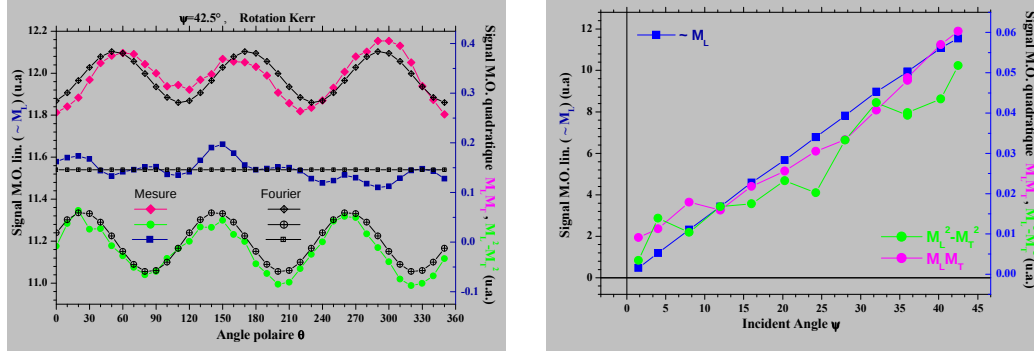
Il est dû à une composante polaire de l'aimantation qui oscille périodiquement hors de la surface et dans la couche. Dans le Fer massif $\vec{M}$ tend à s'aligner sur les directions $\langle 100 \rangle$ qui sont de facile aimantation et dans les couches minces c'est le champ démagnétisant qui impose à l'aimantation d'être coplanaire : c'est la compétition entre ces deux forces qui génère une faible composante polaire oscillante [181, 182]. Pour $K_1 > 0$, $\vec{M}$ est orienté hors du plan si le champ magnétique H est appliqué selon une direction $[\bar{1}2\bar{1}], [2\bar{1}\bar{1}]$ ou $[\bar{1}\bar{1}2]$, et l'aimantation est légèrement dirigée dans la couche pour H appliqué dans une direction $[1\bar{2}1], [\bar{2}11]$ ou $[11\bar{2}]$ (voir Fig. III.10(c)). C'est bien ce qui est observé sur la figure III.10(a) pour le signal polaire $a_3(\theta) \cos(3\varphi)$ correspondant au signal polaire mesuré sur l'axe longitudinal (dans le plan d'incidence). Le signal polaire $b_3(\theta) \times \sin(3\varphi)$, mesuré sur l'axe du champ transversal ($\perp$ plan d'incidence), est en quadrature de phase comme attendu : la constante K_1 est positive. On peut estimer l'orientation maximum de $\vec{M}$ hors du plan des films¹ à $\approx 0.8^\circ$. Pour les couches les plus épaisses (300MC), cet angle est estimé à 0.2° . Ces signaux sont détectés, du fait que le montage magnéto-optique en configuration longitudinale est beaucoup plus sensible à un signal polaire que longitudinal ($\approx 10\times$). Pour notre montage, avec un angle d'incidence du faisceau laser de $\psi \approx 40^\circ$, la sensibilité relative du signal Kerr aux composantes longitudinale et polaire est de 1 : 9. Ces valeurs sont en accord avec les sensibilités relatives déterminées par de H.F. Ding et al. [183].

Signaux magnéto-optiques quadratiques

Sur une face (111) les contributions magnéto-optique quadratique en aimantation (2^e ordre : $\propto M_l M_t$ et $\propto M_l^2 - M_t^2$) ont une symétrie d'ordre 3 par rapport à l'angle polaire θ et d'ordre 2 par rapport à la direction φ selon laquelle le champ magnétique $H(\varphi)$ est appliqué : signal $a_2(\theta) \times \cos(2\varphi)$ et $b_2(\theta) \times \sin(2\varphi)$, respectivement d'amplitude a_2^3 et b_2^3 (cf. section A.2.4.c en annexe A).

Ces contributions quadratiques au signal Kerr mesurées sont faibles pour une surface(111) comparée à celles obtenue sur des couches de Fe/Si(100). Elles ne représentent que $\cong 2.5\%$ du signal Kerr linéaire pour un angle d'incidence du faisceau de 42° . La modulation des termes quadratiques ($M_l M_t$) et ($M_l^2 - M_t^2$), en fonction de l'angle polaire θ , est représentée sur la figure Fig. III.11(a). Ce sont des signaux de type longitudinaux puisque l'amplitude de l'oscillation décroît avec l'angle d'inci-

¹Le champ d'anisotropie $H_1 = 2K_1/M_s$ de la contribution d'ordre 4 du fer massif est de 520 Oe. Le champ démagnétisant est de $\cong 21600$ Oe dans le plan ce qui conduit à une valeur maximale de l'angle entre $\vec{M}$ et la surface de 0.83° .



(a) Contributions magnéto-optique quadratiques en $\vec{M}$ ($\blacklozenge$: $\propto M_L M_t$ et $\bullet$: $\propto M_L^2 - M_t^2$) et linéaire ($\blacksquare$: $\propto M_L$). Les symboles en couleur sont les signaux mesurés à θ et les symboles $\boxplus$, $\boxplus$ et $\blacklozenge$ correspondent à la détermination par la double analyse de Fourier.

(b) Amplitudes des contributions magnéto-optique du 1^{er} ordre ($\blacksquare$: $\propto M_L$) et du 2^e ordre ($\blacklozenge$: $\propto M_L M_t$ et $\bullet$: $\propto M_L^2 - M_t^2$) en fonction de l'angle d'incidence ψ du laser.

FIG. III.11 – Signaux MO Kerr linéaire et quadratique en aimantation d'une couche mince de Fe/Si(111) mesurés sur une couches minces (300 MC) épitaxiées sur Si(111). Les signaux ont été mesurés par la méthode du champ tournant décrite en annexe A page 129.

dence ψ pour s'annuler à incidence normale (Fig. III.11(b)) comme le signal du 1^{er} ordre Kerr proportionnel à M_L . L'amplitude des oscillations est la même pour les deux signaux et elle est proportionnelle au coefficient d'anisotropie magnéto-optique du 2^e ordre ΔG . La courbe $a_2(\theta)$ ($\propto M_L^2 - M_t^2 \times \sin(3\theta)$) oscille autour de 0 alors que $b_2(\theta)$ ($\propto M_L M_t \cos(3\theta)$) oscille autour d'une valeur non nulle. Les deux courbes sont en opposition de phase et la courbe $\propto M_L M_t$ a un minimum pour la direction $[1\bar{2}1]_{Fe}$ ($\theta = 0^\circ$) en accord avec l'orientation des échantillons déterminée par LEED et STM et avec le signal polaire d'ordre 3 induit par la constante magnétocristalline K_1 (voir Fig. III.10(a)). Le signal linéaire en aimantation longitudinale M_L , proportionnel au coefficient magnéto-optique du 1^{er} ordre (ou au coefficient de Voigt Q) est aussi tracé sur la figure III.11(a) en fonction de θ . Comme prévu par la théorie, il est constant en fonction de l'orientation de l'échantillon pour un système cubique.

A notre connaissance, nous avons mis en évidence, pour la première fois, les contributions magnéto-optiques quadratiques en aimantation sur la face (111) du fer. Elles avaient été mesurées par Postava et al. [153] sur une couche mince de 50 nm de Fe épitaxiée sur MgO (001). Ils ont effectué leurs mesures en incidence quasi normale afin de minimiser le signal magnéto optique linéaire et d'augmenter la contribution relative de signal quadratique qui pour la face (001) est de type polaire, *i.e.*, constant en fonction de l'angle d'incidence ψ . Dans nos couches épitaxiées sur Si(001), pour de faibles angles d'incidence, typiquement 5° (grand angle $\cong 40^\circ$), le

signal quadratique est $\geq 15\%$ ($\geq 4\%$) du signal Kerr pour un dépôt de 40 MC de Fe (≈ 4 nm) alors que sur la face (111), *i.e.*, le rapport est de $\cong 2.5\%$ ($\cong 0.4\%$) pour 300 MC (40MC) et il est constant en fonction de l'angle d'incidence.

III.3.2.b Constante d'anisotropie magnéto-cristalline

Comme nous l'avons mentionné précédemment, le signal polaire d'ordre 3 est lié à la constante d'anisotropie magnéto-cristalline du 4^e ordre en spin-orbite (constante K_1 mesurée sur la face (001)) et au fait qu'un champ fini ne permet pas d'aligner l'aimantation parfaitement dans le plan (111) [181, 182]. Ceci modifie donc le couple mesuré et il faut corriger les constantes K_2^{Mes}/M_S déterminées par TBIIST à l'aide de la relation [105] suivante :

$$K_2 = K_2^{Mes} - \frac{3K_1^2}{2\pi M_s^2}$$

Cette correction est négligeable pour les films d'épaisseurs inférieures à 50 MC ($\cong 4$ nm). Nous avons déterminé la valeur de K_1/M_S à partir du rapport signal polaire d'ordre 3 sur signal linéaire. La variation de K_1/M_S dépend de l'épaisseur comme celle mesurée sur la surface Si(001), elle est donnée sur le graphique de la Fig. III.9(b). Les valeurs K_2/M_S corrigées de la contribution polaire sont reportées sur la figure III.9(a). On observe que, excepté pour le film de 11 MC, K_2/M_S décroît de façon monotone lorsque l'épaisseur de Fe augmente. Les constantes d'anisotropie effectives d'ordre 6 sont négatives pour des recouvrements de Fe supérieurs à 15 MC : l'axe de facile aimantation coïncide alors avec un axe cristallographique $\langle 1\bar{2}1 \rangle$. L'évolution de $K_2/M_S(1/d_{Fe})$ en fonction de l'inverse de l'épaisseur suit une loi de Néel pour des épaisseurs comprises entre 30 et 300 MC (trait en pointillés vert sur la Fig. III.9(a)). Les couches les plus minces dévient de la relation linéaire. En particulier les constantes d'anisotropie magnéto-cristalline dépendent fortement de la température réduite T/T_C [105] et s'annulent à la température de Curie T_c ce qui explique l'écart à la loi linéaire et la valeur quasi nulle de K_2 pour le dépôt de 11 MC de Fe. Concernant l'épaisseur critique $N_C \cong 18MC$, elle s'explique comme pour le système Fe/Si(001) par la contrainte biaxiale dans le plan des couches qui a été déterminée par XRD en rayonnement synchrotron.

Finalement, la constante d'anisotropie uniaxiale, pour l'ensemble des films, est très faible ($1\text{ Oe} < K_U/M_S < 2.5\text{ Oe}$). L'orientation θ_U de l'axe de facile aimantation uniaxiale relative à la direction cristallographique $[1\bar{2}1]_{Fe}$, selon les échantillons, est fluctuante ($0^\circ < \theta_U < 90^\circ$) et ne correspond à aucune direction cristallographique particulière. De plus, différents échantillons préparés dans les mêmes conditions ont

des valeurs comparables de K_U mais leurs orientations sont aléatoires. La présence d'une anisotropie uniaxiale dans ces couches ne résulte donc pas d'une réduction de la symétrie en surface induite par la géométrie d'évaporation comme c'est le cas pour les films évaporés en incidence oblique et dont la valeur de K_U est beaucoup plus importante. L'origine de cette faible constante d'anisotropie uniaxiale n'est pas établie : peut-être qu'une faible vicinalité ($< 0.1^\circ$) des substrats Si(111) en est à l'origine ?

III.3.3 Conclusion

Notre méthode TBIIST combinée à la mesure des signaux par la technique du champ tournant a démontré toute sa potentialité sur les films minces de Fe/Si(111). Nous avons mesuré la très faible contribution d'anisotropie planaire de symétrie $2\pi/6$ (K_2). Grâce à l'analyse détaillée du signal magnéto-optique, nous avons mis en évidence une contribution polaire de symétrie $2\pi/3$ dont l'origine est la constante magnéto-cristalline du 4^e ordre en spin-orbite K_1 . Elle a été déterminée à partir du signal polaire et a permis de calculer les constantes magnéto-cristallines du 6^e ordre en spin-orbite K_2/M_S corrigées de la contribution K_1/M_S à partir des constantes K_2/M_S obtenues par les mesures TBIIST. Nous avons aussi déterminé les contributions magnéto-optiques quadratiques en aimantation qui sont une signature de la structure cristallographique du système étudié et traduisent la bonne qualité cristallographique des couches. Les maxima du signal polaire d'ordre 3, quant à eux, renseignent sur le signe de la constante K_1/M_S .

III.4 Les films Fe/Si(111) épitaxiés en incidence du flux oblique

III.4.1 Morphologie des couches

La comparaison entre les images de topographie STM des couches évaporées en incidence normale (Fig. III.4 et III.5) et fortement oblique ($\theta_{Fe} = 70^\circ$ Fig. III.12(d)) met en évidence que la forme des îlots est modifiée : on observe une coalescence des îlots, en augmentant l'angle d'évaporation θ_{Fe} , pour former des îlots allongés (des serpentins) dans la direction perpendiculaire au plan d'incidence du flux de Fe. C'est plus difficile à observer directement sur les images STM pour des angles d'incidence du flux plus faibles et/ou de faibles épaisseurs de Fe : par exemple sur la figure III.12(a) ou $\theta_{Fe} = 55^\circ$ et $d_{Fe} = 40$ MC Fe, .

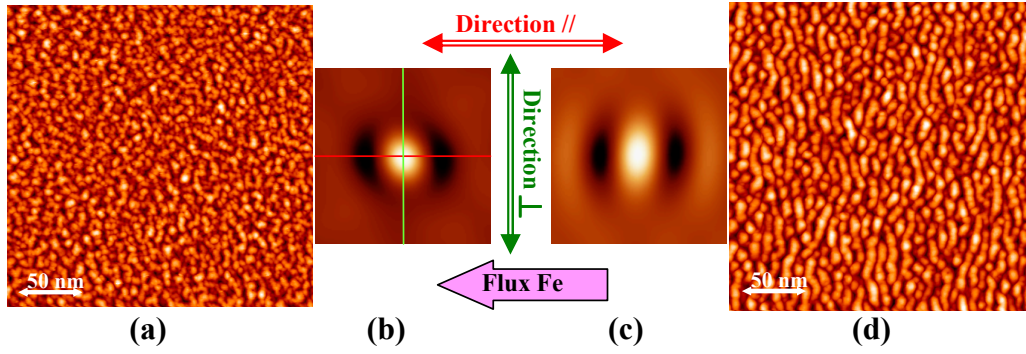


FIG. III.12 – Film de 40 MC Fe/Si(111) (a) image de topographie STM ($300 \times 300 \text{ nm}^2$) pour $\theta_{Fe} = 55^\circ$, (b) la fonction d'autocorrélation de $z(x,y)$ de l'image a, (d) image de topographie STM ($300 \times 300 \text{ nm}^2$) et (c) fonction d'autocorrélation d'un film évaporé à $\theta_{Fe} = 70^\circ$. Sont indiquées par des flèches les directions // et $\perp$ au plan d'incidence du flux ainsi que la direction du flux de Fe. [Images STM : J.L. Bubendorff et G. Garreau - LPSE]

L'utilisation de la fonction d'autocorrélation de la hauteur $z(x,y)$ sur les films de 40 MC déposés sous flux oblique ($0^\circ < \theta_{Fe} \leq 80^\circ$), met en évidence cette anisotropie de forme des îlots. Sur les deux exemples de la figure III.12 le pic central, très intense, est anisotrope et possède dans la direction parallèle au plan d'incidence du flux de Fe des structures bien marquées. On peut à partir des profils de la fonction d'autocorrélation $G(x,y)$ dans la direction // ($\perp$) au flux d'évaporation déterminer la longueur de corrélation $L_{//}$ ($L_{\perp}$). Le double de la longueur de corrélation $L_{//}$ ($L_{\perp}$) est définie comme la distance entre deux maxima secondaire du profil de $G(x,y)$ relevé dans la direction // ($\perp$) (voir Fig. III.13). $L_{//}$ correspond à la distance moyenne entre deux serpentins¹ adjacents dans la direction // ($\perp$).

La rugosité des couches augmente avec l'épaisseur d_{Fe} (angle θ_{Fe}) à angle (épaisseur) fixé(e) : pour 40 MC de Fe et $\theta_{Fe} = 70^\circ$ la rugosité RMS vaut $\approx 1.0 \text{ nm}$ contre $\approx 0.4 \text{ nm}$ à la normale. Les valeurs typiques pour les longueurs de corrélation sont $L_{//} \approx 4 \text{ nm}$ et $L_{\perp} \approx 6 - 7 \text{ nm}$ (voir la Fig. III.13). Pour les films évaporés en incidence rasante ($\theta_{Fe} \geq 70^\circ$) du flux de Fe, le rapport rugosité / épaisseur nominale de la couche déposée est très important : par exemple un film de 40 MC évaporé à $\theta_{Fe} = 70^\circ$ on a un rapport ≈ 0.35 .

La formation de serpentins suite à une évaporation ou un bombardement d'ions sous incidence oblique a été mise en évidence par STM sur des surfaces Ag(110) [184], par SPA-LEED dans le cas de la croissance de Co sur substrat de Cu(001) [185], ou sur des films ultra minces de Fe / MgO(100) [173, 174] et Co sur Cu(001) [170, 175]. En utilisant des simulations de dynamique moléculaire, Luedtke et Landmann

¹qui sont aussi dénommé «îlots» dans ce manuscrit.

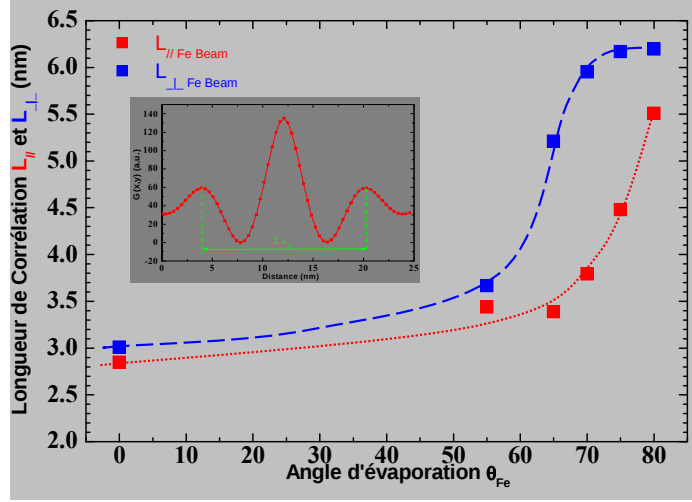


FIG. III.13 – Évolution de la longueur de corrélation dans la direction parallèle ($L_{//}$: ■) et perpendiculaire ($L_{\perp}$: ■) au flux d'évaporation en fonction de l'angle d'incidence θ_{Fe} du flux d'atomes de Fer des couches d'épaisseur 40 MC. En insertion, le tracé du profil de la fonction d'autocorrélation de $G(x,y)$ donnée sur la figure III.12-c page 88 ($t_{Fe} = 40$ MC et $\theta_{Fe} = 80^\circ$) relevé dans la direction parallèle au flux d'atomes selon laquelle est définie la longueur de corrélation $L_{//}$ correspondant à $2 \times$ la distance séparant deux maxima secondaires.

[186] ont montré que des microstructures similaires à nos serpentins allongés sont dues à un effet d'ombrage et de déflexion des trajectoires des particules incidentes. L'allongement est la conséquence d'une redistribution du flux incident de particules causée par des forces attractives à longue portée [170, 173, 175, 185, 187, 188].

L'histogramme du gradient local de $z(x,y)$ (x et y correspond respectivement à la direction $//$ et $\perp$ au flux Fe) est instructif. Il présente toujours 3 pics mais la symétrie de rotation $2\pi/3$ en surface est brisée : on a un pic intense et l'intensité des deux autres pics est la même mais nettement diminuée (voir Fig III.14(c)). Il est évident que les îlots étant allongés dans la direction $[10\bar{1}]_{Fe}$, le plan (101) parallèle à cette direction et non exposé directement au flux (Fig. III.14) est conservé et non perturbé. Par contre, du fait de l'allongement de la structure pyramidale (serpentins), statistiquement les deux autres plans ((110) et (011)), qui eux sont exposés au flux, représentent une surface moindre et de plus leur formation est fortement perturbée en surface. Les fonctions d'autocorrélation des composantes du gradient de $z(x,y)$ ($z'_{//} = \frac{\partial z(x,y)}{\partial x}$, $z'_{\perp} = \frac{\partial z(x,y)}{\partial y}$) mettent en évidence l'anisotropie de rugosité selon les deux directions $//$ et $\perp$ au flux de Fe. Les fonctions d'autocorrélation de $z'_{//}$ présentent un pic central marqué. Des oscillations amorties sont observées de part et d'autre dans la direction parallèle au flux. Par contre, pour les fonctions d'autocorrélation de $z'_{\perp}$ sont quasi isotropes et ne présentent pas d'oscillations (Fig. III.15).

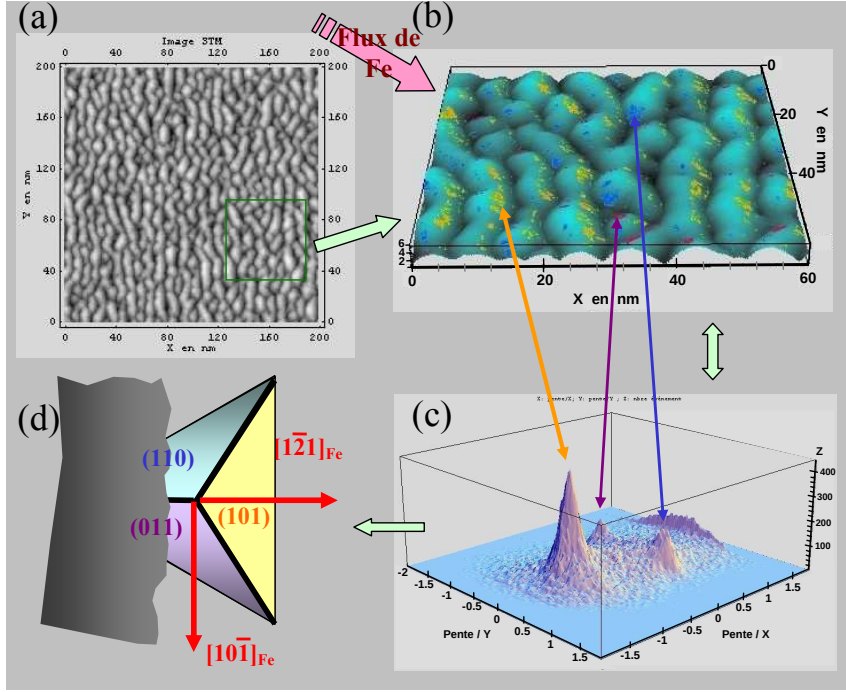


FIG. III.14 – (a) Image de topologie d'une surface $200 \text{ nm} \times 200 \text{ nm}$ de 40 MC de Fe(111) bcc évaporé à $\theta_{Fe} = 70^\circ$, (b) Agrandissement de l'image a ($60 \text{ nm} \times 60 \text{ nm}$) : les îlots sont allongés dans la direction perpendiculaire au flux, (c) Histogramme de la distribution des gradients : les trois pics correspondent à la position des surfaces (101), (011) et (110) de la structure bcc du Fe(111). A chacune des trois faces {011} du tétraèdre est attribuée une couleur reportée sur l'image (b) pour les pentes correspondantes, (d) schéma de la forme des îlots de Fe allongés vue du haut. La flèche en rouge indique la direction du flux d'évaporation. [Calculs : S. Zabrocki / Images STM : J.L. Bubendorff et G. Garreau - LPSE]

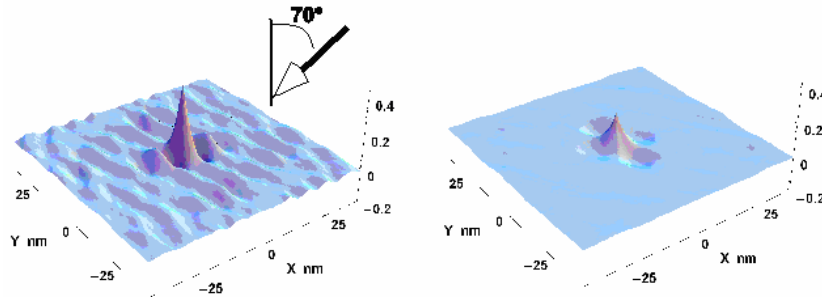


FIG. III.15 – Image de la fonction d'autocorrélation de (a) $\frac{\partial z(x,y)}{\partial x}$ et (b) $\frac{\partial z(x,y)}{\partial y}$ pour un film de 40 MC d'épaisseur de Fe évaporé sous une incidence de 70° . La flèche indique la direction du flux d'atomes de fer. [Calculs S. Zabrocki - LPSE]

III.4.2 Anisotropie magnétique d'origine dipolaire

III.4.2.a Résultats expérimentaux

Dès l'apparition d'une anisotropie de rugosité sur les images STM, on observe l'émergence d'une anisotropie uniaxiale. Les valeurs obtenues par TBIIST, pour les deux séries d'échantillons, sont reportées sur les graphes de la figure III.16. Pour une épaisseur donnée, on observe une augmentation continue de K_U/M_S en fonction de l'angle d'incidence du flux pour θ_{Fe} compris entre 0° et 75° . Des résultats similaires ont été obtenus sur Co/Cu [170, 175]. Nous avons obtenu des résultats similaires sur les couches de Fe déposées sur Si(001). A angle fixé, K_U/M_S augmente avec l'épaisseur jusqu'à 60 MC puis décroît légèrement pour les épaisseurs supérieures à 60 MC.

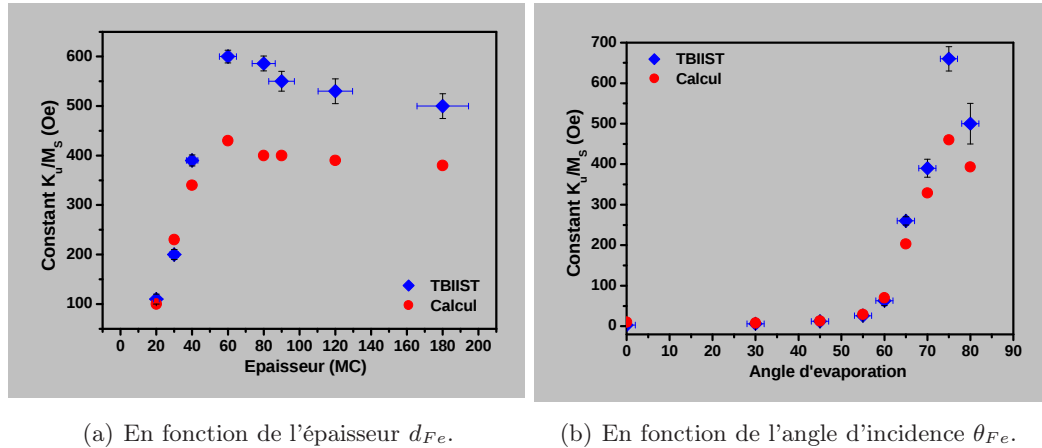


FIG. III.16 – Constantes d'anisotropie magnétique uniaxiale K_U mesurées par TBIIST (●) et calculées (●) à partir des images de topographie STM (pour le calcul voir paragraphe III.4.2.b) pour deux séries de couches minces de Fe/Si(111) : **a**) en fonction de l'épaisseur d_{Fe} pour un angle d'incidence du flux de fer fixé à $\theta_{Fe} = 70^\circ$, **B**) en fonction de l'angle d'incidence θ_{Fe} du flux d'atomes pour une épaisseur donnée $d_{Fe} = 40$ MC.

III.4.2.b Calcul de l'Anisotropie uniaxiale

Les mesures de diffraction de rayons X (ESRF Grenoble) permettent d'éliminer l'hypothèse d'une tétragonalisation de la structure cubique dans le plan des films : K_U n'est donc pas d'origine magnéto-élastique. La comparaison de l'évolution de K_U/M_S et de RMS^2/d_{Fe} (mesure de l'anisotropie de rugosité) en fonction de θ_{Fe} (ou d_{Fe} non représenté voir [189]) montrent qu'elles sont similaires (Fig. III.17) et indique qu'il existe une corrélation entre la morphologie des films (îlots anisotropes) et la constante d'anisotropie magnétique uniaxiale.

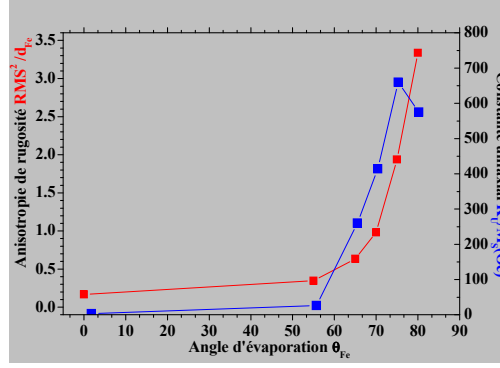


FIG. III.17 – Évolution de la constante d'anisotropie K_U mesurée par TBIIST (■) et l'anisotropie de rugosité quantifiée par RMS^2/d_{Fe} (■) pour les films de 40 MC de Fe/Si(111) en fonction de l'angle d'évaporation θ_{Fe} du fer

Si l'on considère un film idéal, ultra mince infini, avec des surfaces parfaitement planes, il n'y a aucune contribution à l'énergie d'anisotropie uniaxiale dans le plan de la couche ($0xy$) et l'aimantation $\vec{M}(\vec{r})$ en tout point $\vec{r}$ est constante et est parallèle aux interfaces. L'énergie du champ démagnétisant $E_D^{Idéal}$ de cette couche idéale s'écrit :

$$E_D^{Idéal} = \frac{1}{2} \mu_0 \int_{Couche} \vec{H}_D \vec{M} dV = \frac{1}{2} \mu_0 M_S^2 \cdot V \cdot \vec{m}^T [N_0] \vec{m}$$

où $\vec{m}$ est l'aimantation réduite ($\frac{\vec{M}}{M_S}$), $\vec{H}_D = -\mu_0 M_S [N_0] \vec{m}$ le champ démagnétisant. Dans ce cas, l'unique élément non nul du tenseur du champ démagnétisant $[N_0]$ est $N_{zz} = 1$.

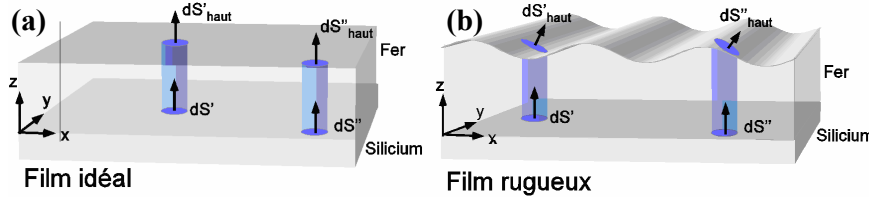


FIG. III.18 – (a) Une couche mince idéale et (b) un film dont la surface présente une modulation spatiale $z(x, y)$.

Dans le cas d'un film rugueux, l'aimantation $\vec{M}(\vec{r})$ n'est pas uniforme puisque l'énergie d'échange n'est pas infinie. Un calcul rigoureux doit tenir compte de l'énergie d'échange, de l'énergie dipolaire et minimiser l'énergie libre totale du film. Arias et Mills [176] ont fait un tel calcul en considérant que la rugosité du film était faible : approximation qui n'est pas valable dans notre cas, pour certains échantillons le rapport rugosité / épaisseur est proche de 0.5. Par contre, nous avons fait une autre

hypothèse : l'aimantation $\vec{M}(\vec{r})$ est uniforme dans toute la couche. Ceci implique que l'énergie d'échange soit infinie et suppose que la longueur caractéristique de l'énergie d'échange $L_{Néel} \cong 3 \text{ nm}$ (pour Fe) soit grande devant la longueur de cohérence des modulations spatiales de $z(x, y)$. Dans ce cas le calcul se ramène à un problème de magnétostatique de détermination de l'énergie démagnétisante, i.e., la détermination du tenseur de champ démagnétisant $[N]$. Pour un film rugueux :

$$E_D^{Rugueux} = \frac{1}{2} \mu_0 \int_{\text{Couche}} \vec{H}_D \vec{M} dV = \frac{1}{2} \mu_0 M_S^2 \cdot V \cdot \vec{m}^T [N] \vec{m}$$

La différence entre $E_D^{Rugueux}$ et $E_D^{Idéal}$ est proportionnelle à la surface S du film :

$$E_D^{Rugueux} - E_D^{Idéal} = \frac{1}{2} \mu_0 M_S^2 \cdot S \cdot \vec{m}^T [N'] \vec{m}$$

alors que les énergies du champ démagnétisant sont proportionnelles au volume V du film. On en déduit une relation entre les tenseurs du champ démagnétisant :

$$[N] = [N_0] + \frac{[N']}{d}$$

Les éléments du tenseur symétrique $[N']$ sont calculés à partir des fonctions de corrélation caractéristiques (du gradient $z'_{//} = \frac{\partial z(\vec{r})}{\partial x}$ et $z'_{\perp} = \frac{\partial z(\vec{r})}{\partial y}$) de la rugosité de la surface déterminées à partir des topologie STM $z(x, y)$ [190]. La connaissance de $[N']$ permet de déterminer $[N]$. On recherche les vecteurs ($\vec{u}_1, \vec{u}_2, \vec{u}_3$) et valeurs (N_1, N_2, N_3) propres de $[N]$. La constante d'anisotropie se déduit alors des valeurs propres N_1 et N_2 de $[N]$:

$$\frac{K_U}{M_S} = \frac{1}{2} \mu_0 M_S (N_1 - N_2)$$

L'axe de facile aimantation est obtenu à partir des vecteurs propres $\vec{u}_1$ et $\vec{u}_2$. Il est toujours perpendiculaire au plan d'incidence. A l'aide du vecteur propre $\vec{u}_3$, on détermine l'orientation α_P hors du plan de $\vec{M}$ dans la direction de difficile aimantation. Les valeurs de la constante d'anisotropie K_U calculées à partir des images de topographie STM sont comparées aux valeurs expérimentales sur les tracés de la figure III.16 page 91 pour les deux séries d'échantillons évaporés en incidence oblique –i) épaisseur fixée et –ii) angle d'incidence du flux constant). On observe une différence significative ($K_U^{Calculée}/M_S > K_U^{Mesurée}/M_S$) pour les épaisseurs ($d_{Fe} > 50 \text{ MC}$) ou les angles d'incidence du flux importants ($\theta_{Fe} > 70^\circ$). Ceci ne s'explique pas par l'hypothèse d'une aimantation rigide dans la couche, puisque en laissant $\vec{M}(\vec{r})$ fluctuer en fonction de $\vec{r}$ afin de minimiser l'énergie magnétique, on obtiendrait des valeurs encore plus faibles pour K_U : notre hypothèse d'un champ d'échange infini

est acceptable. La différence observée entre les valeurs calculées et celles mesurées est sans conteste liée à la difficulté de suivre exactement le vrai profil de la couche avec la pointe STM lorsque la rugosité et les longueurs de corrélation augmentent avec l'épaisseur des films et l'angle d'incidence.

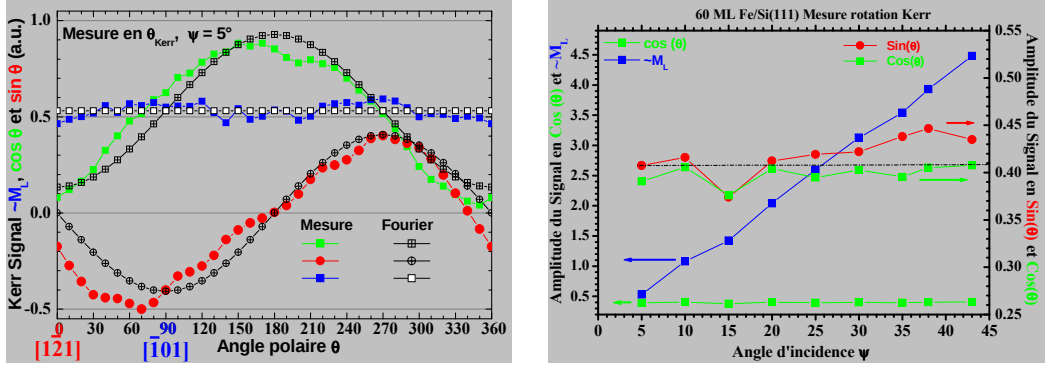
III.4.2.c Conclusion

L'anisotropie magnétique uniaxiale induite par la rugosité a été déterminée à partir des images de topographie STM. Nous avons clairement établi que l'origine de l'anisotropie uniaxiale est liée à la morphologie des films, *i.e.*, elle est d'origine dipolaire pour nos couches de Fe déposées en incidence oblique. L'amplitude et la phase de la contribution uniaxiale obtenues par le calcul sont en parfait accord avec celles déterminées expérimentalement par TBIIST pour les films déposés en variant l'angle d'évaporation (épaisseur) à épaisseur (angle d'évaporation) constante. A notre connaissance, c'est la première fois que cette corrélation a été mise en évidence clairement et démontrée [190]. Les travaux de Arias et Mills [176], ont été une première approche du calcul de la constante K_U à partir des images STM, mais la fluctuation importante d'un échantillon à l'autre entre leurs valeurs calculées et mesurées, s'explique, entre autre, par l'hypothèse réductrice de la faible rugosité qui, comme nous l'avons constaté, n'est pas du tout vérifiée dans ces systèmes évaporés en incidence rasante. Un autre paramètre très critique pour le calcul est la qualité des images liée directement à la la pointe STM et à l'expérimentateur (G. Garreau & J.L. Bubendorff)

III.4.3 Un signal magnéto-optique d'interface

Pour les couches de Fe évaporées en incidence oblique, on observe toujours les contributions quadratiques en aimantation ainsi qu'une faible contribution polaire du 3^e ordre de symétrie $2\pi/3$ par rapport à l'orientation du cristal comme sur les films déposés en flux d'évaporation normale. En plus de la contribution polaire d'origine magnéto-cristalline et quadratique au signal MO Kerr, nous avons observé dans les couches évaporées en incidence oblique une nouvelle contribution qui a les propriétés d'un signal de type polaire, *i.e.*, amplitude du signal constante en fonction de l'angle d'incidence du laser (Fig. III.19(b)). Ce signal polaire est de symétrie 2π par rapport à la direction φ du champ appliqué, et aussi par rapport à l'orientation du cristal θ . Il traduit la brisure de symétrie de surface induite par la rugosité anisotrope. Dans notre expression générale du signal Kerr (Equ. (A.28) page 128), cette contribution correspond aux termes $a_1(\theta) \times \cos \varphi$ et $b_1(\theta) \times \sin \varphi$ dont la variation en fonction de

l'angle polaire planaire θ des valeurs mesurées $a_1(\theta)$ et $b_1(\theta)$ est représentée sur la figure III.19(a). Quelle est l'origine de ce signal ?



(a) Signaux MO en fonction de l'angle polaire θ . La rotation Kerr a été mesurée avec une incidence du faisceau laser $\psi = 5^\circ$. $a_1(\theta) \cos \varphi \propto \cos \varphi \cos \theta$ ($\square$) et $b_1(\theta) \cos \varphi \propto \sin \varphi \cos \theta$ ($\bullet$) sont respectivement la composante longitudinale et transverse du signal polaire et M_L ($\blacksquare$) représente le signal MO linéaire. Les symboles $\boxplus$, $\boxminus$ et $\square$ correspondent à la détermination par la double analyse de Fourier.

(b) Évolution des amplitudes des signaux de type polaire a_1^1 ($\square$) et b_1^1 ($\bullet$) θ_{inc} et du signal Kerr longitudinal $a_1^0 \propto M_L$ ($\blacksquare$) en fonction de l'angle d'incidence du faisceau laser ψ . $a_1(\theta)$ ($\square$) et $b_1(\theta)$ ($\bullet$) sont constant en fonction de ψ (échelle de droite) et le signal linéaire $\propto M_L$ ($\blacksquare$) décroît linéairement avec ψ (échelle de gauche).

FIG. III.19 – Contribution de surface au signal magnéto-optique Kerr de périodicité 2π induit par la rugosité anisotrope. Exemple pour un film de 60 MC (4.7 nm) de Fer évaporé sous un angle d'incidence de $\theta_{Fe} = 80^\circ$ dans la direction $[1\bar{2}1]$ qui correspond à la direction de référence Kerr.

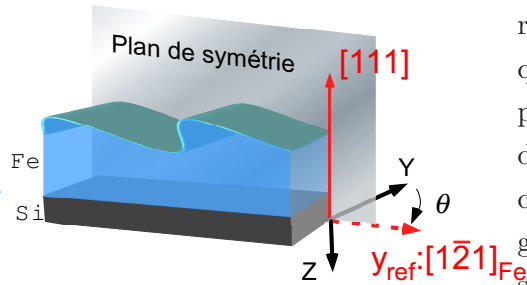


FIG. III.20 – Modèle de la surface des films Fe/Si(111) évaporés en incidence oblique. Le profil dans la direction d'évaporation $[1\bar{2}1]_{Fe}$ est asymétrique.

Les surfaces des films Fe/Si(111) évaporés en incidence oblique ne présentent plus qu'un plan de symétrie correspondant au plan d'incidence du flux (direction $[1\bar{2}1]_{Fe}$), du fait de la rugosité anisotrope qui a été clairement mise en évidence par l'histogramme de l'analyse statistique des composantes du gradient de $z(x,y)$ obtenu à partir des images STM (voir Fig. III.14). La modulation de profil asymétrique dans la direction d'évaporation ($[1\bar{2}1]_{Fe}$) s'observe aussi sur les clichés HRTEM (III.21).

La surface peut être modélisée comme une «tôle ondulée» de profil asymétrique selon la direction $[1\bar{2}1]_{Fe}$, *i.e.*, la direction du flux de Fe (Fig. III.20). Pour ce profil asymétrique, lorsqu'un champ magnétique est appliqué dans la direction $[1\bar{2}1]_{Fe}$ l'aimantation moyenne $\vec{M}$ aura une faible composante perpendiculaire (polaire) au

plan. Dans le cas d'un champ appliqué selon la direction $[\bar{1}01]_{Fe}$, l'aimantation est planaire et l'énergie magnétique de la couche est plus faible que dans le direction $[1\bar{2}1]_{Fe}$. $[\bar{1}01]_{Fe}$ est un axe de facile aimantation uniaxiale comme le montre les mesures d'anisotropie magnétique.

La contribution polaire de symétrie 2π confirme cette analyse. Le signal $a_1(\theta)$ (Fig. III.19) projeté sur l'axe du champ longitudinal correspond à la somme d'un signal purement longitudinal (signal linéaire $\propto M_L$ constant en fonction de θ) et d'un signal polaire dont l'amplitude est fonction de l'orientation du cristal θ . Le minimum (maximum) de l'oscillation de $a_1(\theta)$ est obtenu pour un champ longitudinal appliqué dans la direction $[1\bar{2}1]_{Fe}$ correspondant à $\theta = 0^\circ$ ($[\bar{1}2\bar{1}]_{Fe} \iff \theta = 180^\circ$) et le signal est nul pour $\theta = 90^\circ$ et 270° qui sont respectivement les directions $[\bar{1}01]_{Fe}$ et $[10\bar{1}]_{Fe}$. La projection sur l'axe du champ transversal, mesure uniquement $b_1(\theta)$. La courbe est en quadrature de phase par rapport à $a_1(\theta)$: la composante polaire est minimum (maximum) pour $\theta = 90^\circ$, la direction $[\bar{1}01]_{Fe}$ ($\theta = 270^\circ \iff [10\bar{1}]_{Fe}$).

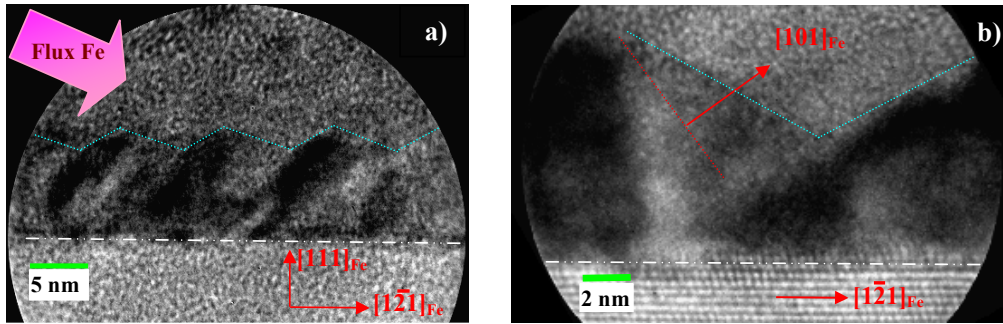


FIG. III.21 – HRTEM de 60 MC ($\cong 6$ nm) de Fe/Si(111) évaporées à $\theta_{Fe} = 80^\circ$. On note que l'interface substrat Si/ Fe est abrupte alors que l'interface Fe/Ge (couverture) est rugueuse : rugosité pouvant représenter jusqu'à 50% de l'épaisseur du film par endroit. La modulation de profil asymétrique est schématisé par $\cdots$. L'image (b) est un agrandissement de (a). [C. Uhlaq-Bouillet, S. Boukari - IPCMS Strasbourg]

Les calculs effectués à partir des images de topographie STM montrent que l'aimantation est très faiblement orientée hors du plan, vers l'intérieur de la couche, d'un angle α_P , pour un champ appliqué dans la direction d'évaporation (Fig. III.22). L'ensemble des valeurs α_P , en fonction de θ_{Fe} , déterminé à partir des calculs STM est donnée sur la fig. III.23 page 99). La faible désorientation hors du plan de l'aimantation n'est pas la seule origine possible pour le signal polaire du 1^{er} ordre. Petukhov et al. [191]¹ ont prédit l'existence d'un signal magnéto-optique permettant de sonder le magnétisme de surface de faible symétrie tel que les surfaces vicinales

¹SITMOKE : Surface Induced Transverse Magneto-Optical Kerr Effect.

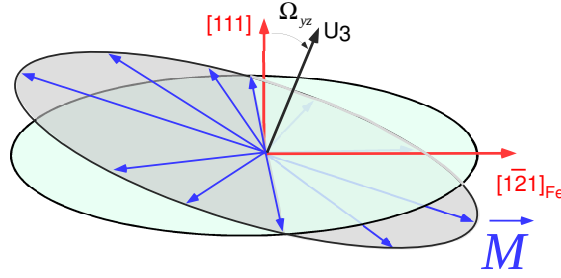


FIG. III.22 – Oscillation hors du plan (111) du vecteur $\vec{M}$ en fonction de l'angle polaire θ dans le cas d'un film évaporé en incidence oblique. $\vec{M}$ est orienté vers l'intérieur de la couche de Fe lorsque le champ est appliqué dans la direction $[1\bar{2}1]_{Fe}$: la direction d'évaporation.

ou reconstruites. Hamrle et al. [192]¹ l'ont mis en évidence pour un dépôt de Co sur une surface vicinale d'Au(322). Pour la surface, le tenseur de permittivité électrique $\bar{\epsilon}_{Struc.}$ de la structure non magnétique n'est plus isotrope comme pour la partie «massive» du film de symétrie cubique. En admettant que l'unique opération de symétrie en surface soit un plan de symétrie ($0xz$) le tenseur structural s'écrit [193] pour la direction $[1\bar{2}1]_{Fe}$ parallèle au plan d'incidence (voir Fig. III.20 page 95 : $\theta = 0^\circ$) :

$$\bar{\epsilon}_{Struc.} = \begin{pmatrix} \epsilon_{11} & 0 & \epsilon_s \\ 0 & \epsilon_{22} & 0 \\ \epsilon_s & 0 & \epsilon_{33} \end{pmatrix}$$

pour une orientation θ quelconque du cristal :

$$\bar{\epsilon}_{Struc.}(\theta) = \begin{pmatrix} [\epsilon_{11} \cos^2 \theta + \epsilon_{22} \sin^2 \theta] & [(\epsilon_{22} - \epsilon_{11}) \sin \theta \cos \theta] & \epsilon_s \cos \theta \\ [(\epsilon_{22} - \epsilon_{11}) \sin \theta \cos \theta] & [\epsilon_{22} \cos^2 \theta + \epsilon_{11} \sin^2 \theta] & \epsilon_s \sin \theta \\ \epsilon_s \cos \theta & \epsilon_s \sin \theta & \epsilon_{33} \end{pmatrix}$$

Le tenseur de permittivité électrique totale s'écrit simplement comme la somme de la contribution structurale et magnétique : $\bar{\epsilon} = \bar{\epsilon}_{Struc.} + \bar{\epsilon}_{ij}^{(1)}(\vec{M})$, en se limitant au 1^{er} ordre du développement du tenseur de permittivité magnétique et en supposant que ce dernier n'est pas modifié par la brisure de symétrie en surface. L'expression générale du signal magnéto optique Kerr (Equa. A.18 page 124) fait intervenir 3 des éléments du tenseur $\bar{\epsilon}$: ϵ_{31} , ϵ_{21} et $\epsilon_{31} \times \epsilon_{23}$.

De nouveaux termes apparaissent dans l'expression de l'intensité magnéto-optique Kerr ($I_{Kerr}(\theta, \varphi)$: Equa. (A.28) page 128). En particulier deux contribution de type polaire qui dépendent de l'orientation de l'aimantation (φ) et du cristal (θ). Ce sont des fonctions de périodicité 2π en φ et θ :

¹VISMOKE : Vicinal Interface Sensitive Magneto-Optical Kerr Effect.

⇒ le premier est proportionnel à la composante polaire de l'aimantation et au coefficient magnéto optique K ; c'est celui que nous avons individualisé précédemment : origine polaire magnétique.

⇒ le second est fonction du produit $\epsilon_s \times K$ correspondant à la contribution magnéto-structurale de vicinalité : VISMOKE [192] de Hamrle et al. Il dépend de l'angle entre la projection de l'aimantation $\vec{M}$ dans le plan et la direction $[1\bar{2}1]_{Fe}$. Le signal Kerr mesuré en champ longitudinal est minimum lorsque ces deux directions sont confondues, et s'annule pour $\vec{M} \perp [1\bar{2}1]_{Fe}$.

Il est à noter que les deux contributions, magnétique et magnéto-structurale de vicinalité, ne peuvent être différenciées par la mesure des signaux kerr en champ longitudinal et transverse : les contributions $a_1(\theta)$ et $b_1(\theta)$ ont même amplitude et sont en quadrature de phase. On ne peut exclure une contribution magnéto-structurale de vicinalité (VISMOKE) en plus de la contribution magnétique. En considérant que le tenseur magnétique $\bar{\epsilon}_{ij}^{(1)}(\vec{M})$ a lui aussi perdu sa symétrie cubique en surface et ne possède plus qu'un plan de symétrie les expressions du signal se compliquent notablement¹ mais aucune signature particulière permet de trancher et d'affirmer que la contribution est polaire magnétique et/ou magnéto-structurale de vicinalité. La différence entre les valeurs de l'orientation (α_P) hors plan de $\vec{M}$ calculées à partir des images STM ($\propto$ signal MO polaire magnétique pur) et celles mesurés par effet Kerr MO, représentée sur la figure III.23 en fonction de θ_{Fe} , correspond au signal magnéto-structural. Malgré la grande incertitude sur les valeurs calculées α_P , le signal magnéto structural est toujours présent est proportionnel à α_P . Son évolution en fonction de l'angle d'évaporation et de l'épaisseur de Fe est comparable à celles de la rugosité anisotrope RMS^2/d_{Fe} et de la constante d'anisotropie uniaxiale K_u (Fig. III.17 page 92)

La contribution polaire du 1^{er} ordre magnétique et/ou magnéto-structural augmente avec l'angle d'incidence du flux et l'épaisseur des couches. Ce signal est donc d'autant plus marqué que la rugosité anisotrope est importante. Sa variation est comparable à celle de $L_{//}$ (Fig. III.17) : pour un film de 40 MC évaporé à $\theta_{Fe} = 80^\circ$ la contribution polaire du 1^{er} ordre par rapport à la contribution linéaire représente 15% ($L_{//} = 7$ nm) pour un faisceau laser incident à $\psi = 40^\circ$ et typiquement 3 – 4% ($L_{//et||ou||} = 3$ nm) pour $\theta_{Fe} = 50^\circ$ dans les mêmes conditions de mesure. La phase θ_a^1 de la contribution polaire du 1^o ordre, *i.e.*, position du maximum de $a_1(\theta)$ par rapport la direction d'évaporation $[1\bar{2}1]_{Fe} (\equiv [\bar{1}2\bar{1}]_{Si})$ pour laquelle le signal polaire

¹le tenseur magnéto-optique du 1^{er} ordre n'est plus isotrope. Les K_{ijk} sont développées au 1^o ordre pour tenir compte de la perturbation liée à la perte de symétrie cubique en surface.

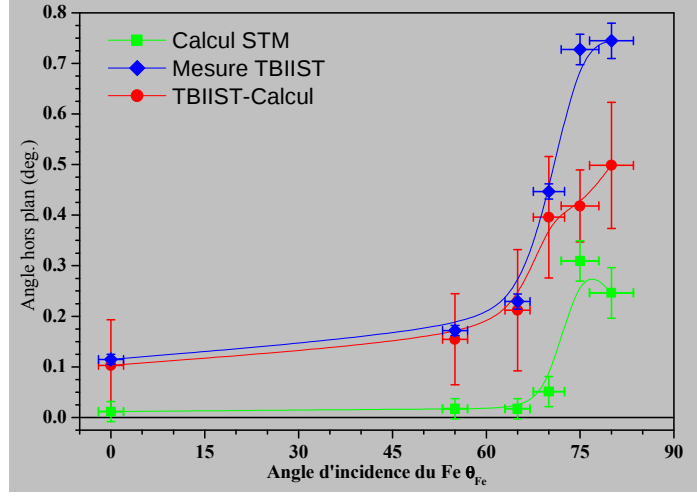


FIG. III.23 – Le tenseur démagnétisant $[N']$ calculé à partir des images de topographie $z(x, y)$ STM permet de déterminer l'orientation hors plan (α_P : ■) de $\vec{M}$ pour la série de films de 40 MC de Fe évaporés à $0^\circ \leq \theta_{Fe} \leq 80^\circ$. Le signal MO Kerr d'interface a_1^1 mesuré (◆) par la méthode du champ tournant. La différence ● entre les deux quantités ($a_1^1 - \alpha_P$) est le signal magnéto-structural. Les quantités α_P et a_1^1 sont prises positives lorsque $\vec{M}$ est orienté vers l'intérieur de la couche.

du 1^{er} ordre est mesuré sur l'axe «longitudinal», correspond pour l'ensemble des films à la direction opposée à la direction d'incidence du flux : $\theta_a^1 = 180^\circ$. On parlera dans la suite du manuscrit d'un signal polaire du 1^{er} ordre ou d'un «*signal d'interface*» négatif lorsque $\theta_a^1 = 180^\circ$ et positif dans le cas contraire $\theta_a^1 = 0^\circ$.

III.5 Couche de couverture - Les contributions au signal d'interface élucidées

III.5.1 Système Si/40 MC Fe/Si(111)

Nous avons montré que les films évaporés en incidence normale ont une rugosité anisotrope due à la présence de nanostructures de forme tétraédrique dont les trois faces exposées correspondent aux plans d'indice $\{011\}$ de la structure cubique du fer. Rappelons aussi que le Fe réagit avec le silicium à l'interface Fe/Si pour former un alliage de $Fe_{1-x}Si_x$ non magnétique pour des concentrations $x \geq 0.47$. En utilisant les effets d'ombrage et de redistribution de particules [170, 173, 175, 185–188] en évaporation incidente oblique, on peut imaginer que la(es) face(s) des nano-tétraèdres exposée(s) à un flux d'atomes de Si d'incidence oblique aura(ont) en surface une concentration plus importante de Si que la(es) face(s) opposée(s) non exposée(s). On peut modifier l'orientation par rapport au flux de Si d'une face et le nombre de

faces exposées en modifiant l'orientation du substrat par rapport au plan d'incidence du Si. Nous avons réalisé cette expérience pour quatre orientations du substrat, par rapport au faces des tétraèdres, simultanément afin d'assurer les mêmes conditions expérimentales de dépôt. Les substrats Si(111) dans la chambre de dépôt ont été orientés respectivement avec la direction $[1\bar{2}1]_{Si}$, $[\bar{1}2\bar{1}]_{Si}$, $[\bar{1}01]_{Si}$, $[10\bar{1}]_{Si}$ parallèle au plan d'incidence du Si. Les deux dernières orientations sont équivalentes par raison de symétrie. L'épitaxie de 40 MC de Fe est réalisée en incidence normale et la couche de couverture du Si est évaporée en incidence oblique. L'épaisseur d_{Si} et l'angle d'incidence d'évaporation du silicium θ_{Si} sont des variables expérimentales.

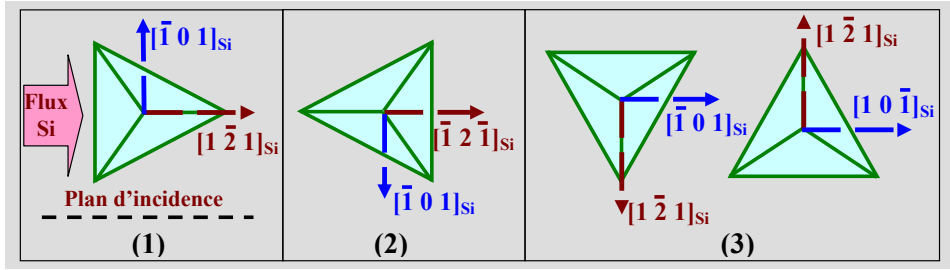


FIG. III.24 – Orientation des substrats de Si(111) avec la direction (1) $[1\bar{2}1]_{Si}$, (2) $[\bar{1}2\bar{1}]_{Si}$ et (3) $[\bar{1}01]_{Si}$ et $[10\bar{1}]_{Si}$ parallèle au plan d'incidence du flux d'évaporation de la couches de couverture.

Les mesures TBIIST, pour l'ensemble des couches, montrent que la valeur de K_U est peu affectée par l'orientation du flux de Si par rapport au substrat, mais l'orientation de l'axe de facile aimantation, par contre, est modifiée. L'axe de facile aimantation est parallèle (perpendiculaire) au plan d'incidence pour un flux orienté selon la direction $[1\bar{2}1]_{Si}$ ($[\bar{1}2\bar{1}]_{Si}$) et à $\cong 40^\circ$ ($\cong 60^\circ$) du plan d'incidence dans le cas d'un dépôt selon la direction $[10\bar{1}]_{Si}$, ($[\bar{1}01]_{Si}$). Les mesures TBIIST et les résultats sont présentés respectivement sur la Fig. III.25 et dans le tableau III.1 pour un recouvrement de 13 MC de Si évaporées à 60° . L'analyse des signaux magnéto-optiques confirme la présence d'un signal d'interface, une contribution polaire du 1^{er} ordre qui, quelque soit l'orientation du substrat, est négative : $a_1(\theta)$ est minimum selon la direction du flux (voir Tab. III.1).

La constante d'anisotropie uniaxiale suit des évolutions similaires à celles mesurées sur les films de Fe déposés en incidence oblique en fonction de l'angle d'évaporation et du recouvrement. Pour 40 Mc de Fe déposées en incidence normale, K_U augmente avec l'épaisseur du recouvrement en Si pour atteindre une valeur maximum de l'ordre de 30 Oe à $d_{Si} = 60 - 70$ MC. La constante K_U augmente aussi avec l'angle d'incidence à taux de recouvrement de Si constant. Le signal d'interface est, quant à lui, toujours présent et positif quelque soit l'épaisseur ou l'angle d'incidence

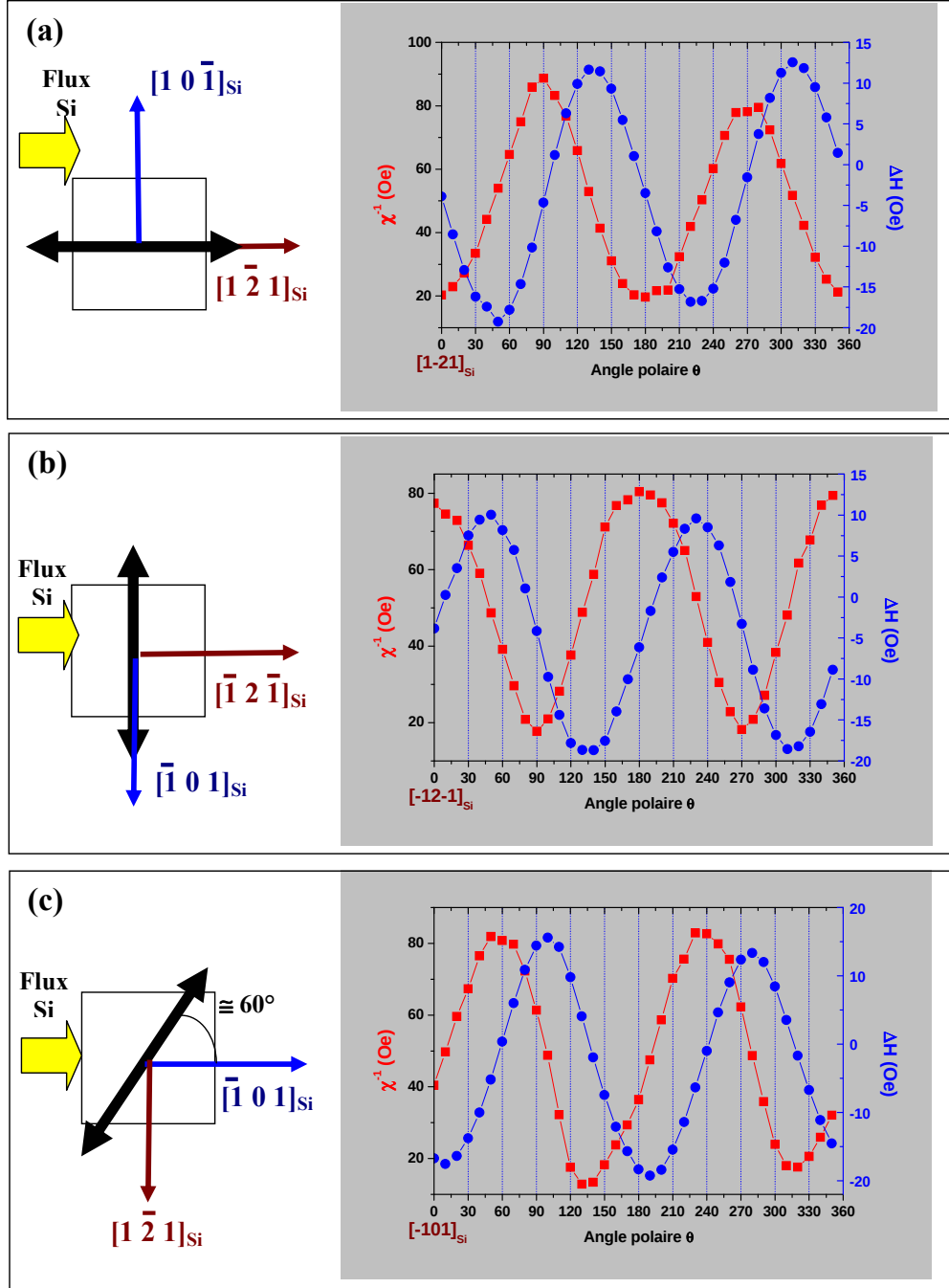


FIG. III.25 – Mesure TBIIST ($\chi^{-1} \leftrightarrow \blacksquare$ et $\Delta H \leftrightarrow \bullet$) pour des films de 40 Mc de Fe(111) recouverts de 13 MC de Si déposées à 60° de la normale suivant trois directions cristallographiques du substrat de silicium : (a) $[1\bar{2}1]_{Si}$, (b) $[\bar{1}2\bar{1}]_{Si}$, (c) $[\bar{1}01]_{Si}$. La position de l'axe de facile aimantation est représentée pour géométrie d'évaporation sur le schéma de gauche par une flèche noire. L'angle polaire de référence $\theta = 0^\circ$ pour chaque film est la direction du flux de Si dans plan d'incidence du Si.

TAB. III.1 – Résultats des mesures de la constante d'anisotropie uniaxiale K_u/M_S et du signal polaire du 1^{er} ordre. Les valeurs de K_U et θ_U sont les valeurs moyennes obtenues à partir des mesures TBIIST : $\chi^{-1}(\theta)$ et $\Delta H(\theta)$. L'amplitude du signal polaire oscillant moyen ($\overline{a_1} = \frac{a_1^1 + b_1^1}{2}$) a été normalisée par la contribution MO linéaire a_0^1 . Toutes les mesures magnéto-optiques ont été réalisées avec un faisceau de polarisation s et d'incidence $\psi = 40^\circ$ par rapport à la normale de film.

direction du flux de Si en direction de	Constante d'anisotropie uniaxiale		Contribution Polaire 1 ^{er} ordre	
	K_u/M_S	θ_U en (deg.)	$\overline{a_1}/a_0^1$ (%)	θ_a^1 (deg.)
$[\bar{1}\bar{2}1]_{Si}$	15.44 ± 0.55	1.2 ± 1	6.9 ± 0.75	$\cong 176$
$[\bar{1}2\bar{1}]_{Si}$	17.32 ± 0.65	88.1 ± 1	6.7 ± 0.65	$\cong 183$
$[\bar{1}01]_{Si}$	18.25 ± 0.45	55.2 ± 1	8.9 ± 0.45	$\cong 180$
$[10\bar{1}]_{Si}$	16.82 ± 0.50	37.9 ± 1	7.5 ± 0.50	$\cong 1811$

de la couche de couverture de Si. De plus, son évolution est directement corrélée à celle de la valeur de K_U : il augmente comme K_U pour atteindre un maximum.

L'ensemble des observations ci-dessus laisse à penser que nous avons introduit par l'évaporation oblique de la couche de couverture, une rugosité anisotrope comme dans le cas des dépôts de Fe en incidence oblique. On peut raisonnablement supposer que la morphologie de la l'interface Fe/Si(couverture) est modifiée : la symétrie $2\pi/3$ des nano-tétraèdres de Fe est brisée donnant lieu à une modification de leurs propriétés magnétiques. L'incorporation d'une plus grande quantité de Si sur les faces exposées au flux de Si donne lieu à la formation d'un alliage $Fe_{1-x}Si_x$ plus concentré en silicium et donc non magnétique. Une conséquence direct est la modification de la forme des nano-objets à la surface, isotropes pour un flux Si évaporé perpendiculaire à la surface, et rendus anisotrope d'un point de vue magnétique pour un flux de Si oblique [194]. Les schémas III.26 donne une représentation de la réaction Fe-Si anisotrope modifiant la forme magnétique des nano-tétraèdres de Fe en fonction de l'orientation du substrat par rapport au flux de Si. Ce modèle explique également qualitativement la perte de symétrie d'ordre 3 au profit de la formation d'objets de forme anisotrope en composition magnétique qui permet d'interpréter la direction de l'axe de facile aimantation en fonction de l'orientation du flux de Si par rapport au substrat. L'anisotropie uniaxiale est, dans ce cas, aussi d'origine dipolaire. Ce petit «modèle» phénoménologique, même s'il ne reflète pas la réalité de ce qui se passe à l'interface Fe couche de couverture Si et en particulier sur différentes faces du tétraèdre exposées ou non au flux, permet néanmoins d'expliquer l'orientation de

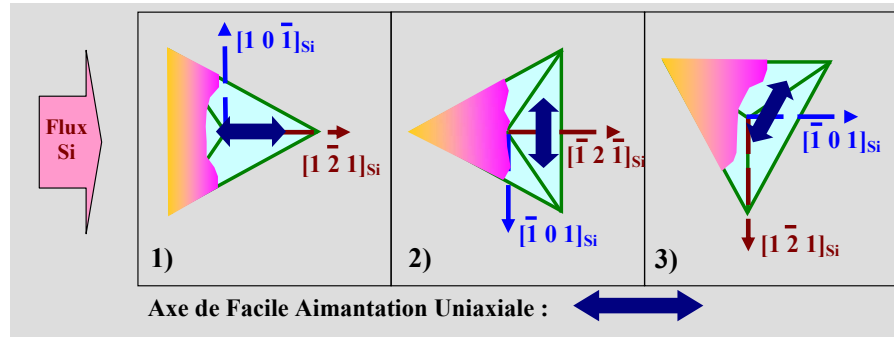


FIG. III.26 – Réaction anisotrope du Si avec le Fe en fonction de la direction d'évaporation du Si. La zone en orangé-rouge indiquent les parties du tétraèdre de Fe ou la réaction avec le Si est la plus importante.

l'axe de facile aimantation uniaxiale. Quant au signe de la contribution d'interface qui est toujours négative, il ne permet pas de trancher entre les contributions d'origine magnétique polaire et / ou magnéto-structurale.

III.5.2 Système Au/40 MC Fe/Si(111)

D'autres films de 40 MC de Fe épitaxiés à incidence normale, pour lesquels, de l'or évaporé en incidence oblique a été utilisé comme couche de couverture présentent des comportements, pour l'amplitude et l'orientation de la contribution uniaxiale, bien plus «exotiques» en fonction du taux de recouvrement, de l'angle d'évaporation et de l'orientation du substrat.

En fonction de l'épaisseur d'or déposée en incidence rasante on note une diminution de la valeur de la constante d'anisotropie uniaxiale quelque soit l'orientation du substrat de silicium. L'anisotropie uniaxiale est quasi nulle pour les plus forts recouvrement pour les orientations $[\bar{1}\bar{2}1]_{Si}$ et $[\bar{1}01]_{Si}$ du substrat. L'orientation de l'axe de facile aimantation évolue de façon non monotone quelque soit l'orientation du substrat. A ce stade de l'étude il est évident qu'un simple mécanisme de substitution d'Au dans le Fe pour former un alliage Fe-Au est trop simpliste. Il a été observé que le moment magnétique local des atomes de Fe peut être considérablement augmenté dans des alliages $Au_{1-x}Fe_x$ [195–197]. L'hypothèse d'un petit moment magnétique induit sur l'Au a aussi été émise [196]. Il est aussi possible qu'une démixtion de l'alliage Fe-Au formé au départ ait lieu pour des concentrations trop importantes en Au, ce qui expliquerait qu'à fort recouvrement d'or on revienne à une situation de départ : initialement les îlots de Fer sont isotropes puis la partie exposée au flux s'enrichit d'Au en surface et ces îlots deviennent magnétiquement anisotropes. En continuant d'enrichir la partie exposée au flux d'or, on atteint la limite de solubilité,

ce qui donne lieu à une démixtion Fe-Au et l'îlot retrouve une forme isotrope, du fer recouvert d'or. Au stade actuel il est impossible d'émettre des hypothèses sérieuses. De plus il semble difficile de sonder localement ces modifications éventuelles de la surface des tétraèdres à travers une couches de couvertures.

TAB. III.2 – Résultats des mesures de la constante d'anisotropie uniaxiale pour des films de 40 MC de Fe(111) déposées en incidence normale et recouvert de 4 et 30 MC Au déposées en incidence rasante (70°), pour 3 orientations du substrat de Si parallèle au plan d'incidence du flux Au. Les valeurs de K_U et θ_U sont les valeurs moyennes obtenues à partir $\chi^{-1}(\theta)$ et $\Delta H(\theta)$.

direction du flux de Au en direction de	Constante d'anisotropie uniaxiale			
	4 MC Au déposées à 70°		30 MC Au déposées à 70°	
	K_u/M_S en (Oe)	θ_U	K_u/M_S en (Oe)	θ_U
$[1\bar{2}1]_{Si}$	22 ± 1	$\cong 90$	$\cong 0$	— — — —
$[\bar{1}2\bar{1}]_{Si}$	25 ± 1	$\cong 45$	10 ± 1	$\cong 45$
$[\bar{1}01]_{Si}$	37 ± 1	$\cong 45$	5 ± 1	$\cong 80$

III.5.3 Signal d'interface du système Au/Fe/Si

Les expériences sur le système Au/Fe/Si ont néanmoins confortées mon opinion sur le fait que la contribution polaire de 1^{er} ordre ne peut être uniquement d'origine magnéto-structurale ou magnétique dans le système Fe/Si. Le signal d'interface polaire du 1^{er} ordre est sans conteste lié à la rugosité : à paramètres de mesure Kerr, identiques il augmente comme l'anisotropie de rugosité. Nous l'avions toujours trouvé négatif dans les systèmes Si/40 MC Fe($\perp \perp$)/Si(111) ou pour Ge/Fe(θ_{Fe})/Si(111) (étude STM), mais il apparaît que pour des couches de couverture d'or le signal interface est positif, i.e., orienté dans la direction du flux et non pas sens opposé comme pour Si/Fe($\perp$)/Si(111) ou pour Ge/Fe(θ_{Fe})/Si(111). Il est plus faible que dans le système Si/Fe/Si : de l'ordre de 3 – 6%.

Le changement de signe ne peut s'interpréter que si la contribution magnéto-structurale modifie le signe du signal d'interface. La contribution polaire magnétique de symétrie 2π ne peut être que de signe positif du fait de la morphologie de surface de profil asymétrique. Par contre, la nature de la couche de couverture (Au - Si - Ge) au niveau de l'interface avec le Fe peut modifier le signe du terme lié à la permittivité diélectrique structurale ϵ_S . Ce terme est donc de signe opposé pour une couverture Au par rapport à celui d'une couverture de Si ou Ge, le signal d'interface est alors négatif pour Au.

III.6 Conclusion

Nous avons montré que l'origine de l'anisotropie uniaxiale observée dans le cas de dépôts en incidence oblique est directement corrélée à la morphologie des films. L'anisotropie uniaxiale est une anisotropie d'origine dipolaire (de forme) induite par l'anisotropie de rugosité. Cette origine est clairement établie par notre calcul du tenseur de champ démagnétisant effectué à partir des données de topologie $z(x, y)$ de la surface mesurée par STM. Les valeurs expérimentales de la constante d'anisotropie, mesurées par TBIIST, et celles calculées à partir de $[N]$ sont en parfait accord, démontrant la validité de notre modèle qui repose sur l'hypothèse d'un champ d'échange infini et tient compte de la rugosité importante dans les couches Fe/Si(111).

On peut moduler l'amplitude et l'orientation de l'axe de facile aimantation de l'anisotropie magnétique uniaxiale par la manipulation de la nano-rugosité des films et des tailles latérales caractéristiques des îlots de Fe en modifiant les conditions géométriques du dépôt :

- 1) l'épaisseur des couches de Fe,
- 2) l'orientation du flux incident de Fe,
- 3) la nature de la couche de couverture (Au, Si, ...) et
- 4) l'orientation du substrat par rapport au flux incident de Fe, de Si et Au.

L'anisotropie de rugosité, induite par la géométrie de dépôt, donne lieu à une réduction de symétrie en surface. L'aimantation n'est plus planaire : elle est orientée très faiblement hors du plan dans la direction du flux d'évaporation. Une autre conséquence de la réduction de symétrie est la modification des propriétés diélectriques de surface du Fe à l'interface avec la couche de couverture. Les propriétés opto-structurales de surface interfèrent avec l'aimantation ce qui donne lieu à un signal magnéto-optique de type polaire. Ce signal coexiste toujours avec le signal Kerr polaire d'origine magnétique dans les couches minces ferromagnétiques déposées sur des surfaces vicinales ou pseudo-vicinales, comme c'est le cas de nos couches de Fe de rugosité anisotrope, pour lesquelles il n'existe plus qu'un plan de symétrie en surface. Cette contribution d'interface magnéto-optique de symétrie 2π par rapport à l'orientation du cristal est présente dans le signal magnéto-optique mesuré en configuration longitudinale et peut atteindre 30 % du signal linéaire Kerr. A part les deux articles qui mentionnent [191, 192] la contribution opto-structurale, elle n'est jamais évoquée par la communauté des scientifiques utilisant l'effet Kerr en configuration longitudinale et identifiant ce signal comme purement polaire pour des systèmes ferromagnétiques rugueux ou déposés sur substrats vicinaux (p. ex. [198, 199]).

Conclusion générale

Perspectives

Conclusion générale – Bilan

L'expérience au laboratoire de physique et de spectroscopie électronique, dans le domaine de la croissance des siliciures ultra-minces de métaux de transition 3 d et l'expertise acquise dans les techniques de caractérisation de surfaces de couches minces, par des méthodes globales d'analyse (XPD, UPS, XPS, ISS, LEED et IMEED), a permis d'envisager l'utilisation d'un siliciure de fer ($FeSi_2$) ou de cobalt ($CoSi_2$), non magnétique, de structure cubique comme couche tampon pour la croissance épitaxiale de Fe et d'alliages Fe-Co cubique centrée.

Parallèlement à l'élaboration et la caractérisation structurale de ces systèmes ferromagnétiques, j'ai mis en place et développé au laboratoire un banc de mesure magnéto-optique Kerr permettant de caractériser les propriétés magnétiques de ces couches d'épaisseurs nanométriques. Au cours de ces dernières années de recherche, j'ai réorienté progressivement mon activité expérimentale vers la caractérisation par effet Kerr des propriétés magnétiques et magnéto-optique de couches minces. Mon investissement dans ce domaine m'a conduit au développement d'une méthode précise de la fonction d'énergie d'anisotropie magnétique $E_a(\theta)$ planaire, en fonction de l'orientation de la couche θ , par mesure d'effet Kerr magnéto-optique en configuration longitudinale. La méthode «TBIIST» («*Transverse Bias Initial Inverse Susceptibility*»), que j'ai développée avec G. Gewinner, mesure simultanément le couple ($\propto$ dérivée 1^{re} de $E_a(\theta)$) et de la susceptibilité inverse initiale ($\propto$ dérivée seconde de $E_a(\theta)$). De plus, la méthode intègre la détermination des différentes contributions magnéto-optiques au signal Kerr mesuré. Notre méthode TBIIST ne nécessite aucune hypothèse préalable sur la forme analytique de E_a . La précision et la justesse des constantes d'anisotropie effectives K_n , et des positions θ_n des axes de facile aimantation associées, sont obtenues grâce à la correction du signal Kerr de

toutes les contributions non linéaires (quadratique en M , polaire d'origine magnéto-cristalline ou magnéto-structurale, ...). L'étude de ces signaux magnéto-optiques non linéaires renseigne sur les propriétés magnétiques, sur la structure cristallographique des couches ainsi que sur les paramètres opto-structuraux liés aux réductions de la symétrie en surface. Des contributions représentant seulement quelques % du signal magnéto-optique linéaire en aimantation sont détectées.

Nous avons utilisé, avec succès, les matrices de siliciure de fer / cobalt ultra minces (~ 1 nm) sur Si(001) qui jouent le rôle de germe de croissance et de barrière de diffusion en limitant très fortement la diffusion du Si dans les films de Fe. Les couches les plus minces sont partiellement contraintes et subissent une déformation tétragonale (10 MC déformation de $\sim -3.6\%$), elles sont partiellement relaxées pour des épaisseurs supérieures à 40 MC. Pour les systèmes Fe/Si(001), les caractérisations structurales d'ordre cristallographique à courte et longue distance montrent que les films de Fe s'épitaxient dans une structure cubique centrée. Les mêmes conclusions ont été obtenues pour les couches de Fe déposées sur Si(111). Dans le cas des films de Fe/Si(001) évaporés en incidence du flux de Fe normale, on observe un changement de signe de la constante d'anisotropie magnéto-cristalline cubique K_1 , du 4^e ordre en spin-orbite, pour une épaisseur critique N_C de l'ordre de 18 MC ($N_C = 17$ MC et 20 MC respectivement pour Fe/ $CoSi_2$ /Si(001) et Fe/ $FeSi_2$ /Si(001)). Le changement de signe de K_1 , correspond à une rotation des axes de facile aimantation de la couche. L'axe de facile aimantation coïncide avec une direction cristallographique $\langle 110 \rangle$ du Fe pour des épaisseurs inférieures à N_C . Pour des recouvrements supérieurs, les axes de facile aimantation sont orientés selon les directions $\langle 100 \rangle$ du Fe, *i.e.*, ce sont les axes de facile aimantation du Fe bcc massif. Cette épaisseur critique est bien plus importante que dans les autres systèmes ferromagnétiques épitaxiés sur semi-conducteur III–V pour lesquels $N_C \approx 5 - 8$ MC. Grâce à un modèle d'interaction de paires, basé sur celui de L. Néel, et intégrant les connaissances structurales et la composition chimique de la couche et des interfaces respectivement de composition $Fe_{0.9}Si_{0.1}$ et $FeSi_3$, la valeur importante de l'épaisseur critique a pu être attribuée, sans ambiguïté, à la contrainte biaxiale $e_{//}$ dans le plan des films, à la présence de silicium aux interfaces et, dans une moindre mesure, à la contribution directe des interfaces de Néel. Dans ce modèle, le signe de la contrainte influence directement la constante d'anisotropie magnéto-cristalline K_1 . Effectivement, pour le fer la correction δK_1 à K_1 est de même signe que la contrainte $e_{//}$, *i.e.*, positif si les films sont en tension et négatif pour les couches en compression comme nous l'avons déterminée dans ces films Fe/Si(001). La différence d'épaisseurs critiques obtenue pour les deux

matrices utilisées, est corrélée à des films plus contraints sur $CoSi_2$ que sur $FeSi_2$.

Pour les films de Fe ou d'alliages Fe-Co déposés en incidence oblique, nous avons constaté la présence d'une contribution magnétique uniaxiale, d'axe de facile aimantation perpendiculaire au plan d'incidence du flux, quelque soit la direction cristallographique du substrat de Si(001) dans le plan d'incidence. La valeur de la constante d'anisotropie uniaxiale K_U augmente avec l'obliquité du flux. Pour un angle d'évaporation fixé, elle dépend de l'orientation du substrat par rapport au plan d'incidence du flux métallique ($[100]_{Si}$ ou $[110]_{Si}$ du substrat // plan d'incidence). De plus, les mesures de rayons X à l'ESRF n'ont pas montré de distorsion tétragonale dans le plan des couches, excluant de fait l'hypothèse d'une origine magnéto-élastique comme source de l'anisotropie uniaxiale. Cette anisotropie magnétique uniaxiale avait déjà été observée dans les premières couches magnétiques élaborées au laboratoire : siliciures binaires $Fe_{1-x}Si_x$ et ternaires $(Fe_{1-x}Co_x)_3Si$ épitaxiés sur Si(111).

Afin d'isoler la contribution uniaxiale et de nous concentrer sur son origine physique nous avons épitaxié le Fe sur des substrats de Si(111) en incidence normale du flux de Fe. Pour cette surface la contribution intrinsèque magnéto-cristalline K_2 d'ordre 6 en spin-orbite est négligeable. Néanmoins, la méthode TBIIST nous a permis de déterminer l'évolution de la constante d'anisotropie magnéto-cristalline K_2 en fonction de l'épaisseur de couches. Comme pour K_1 sur la face (001) du silicium, la variation de K_2 avec l'épaisseur s'explique principalement par la contrainte biaxiale présente dans le plan des couches. Pour les couches les plus épaisses, l'axe de facile aimantation correspond à une direction $\langle 1\bar{2}1 \rangle_{Fe}$. Les modes de croissance de ces couches ont été étudiés par microscopie en champ proches (STM). L'analyse statistique du gradient local de $z(x, y)$, en chaque point de la surface, a montré que les films sont recouvert d'îlots exposant statistiquement les plans $\{101\}_{Fe}$: la symétrie en surface est d'ordre 3. La taille et la hauteur de ces nano-tétraèdres de fer augmente avec le recouvrement, mais, concernant leur distribution en surface, il n'existe aucune corrélation.

Les films Fe/Si(111) réalisés en incidence oblique présentent une morphologie de surface anisotrope une rugosité importante. Les fonctions d'autocorrélation de $z(x, y)$ et l'analyse statistique du gradient local de $z(x, y)$ montrent respectivement que, les îlots sont allongés dans la direction perpendiculaire au flux et, la surface ne possède plus qu'un plan de symétrie parallèle au plan d'incidence du flux. Les images de topographie $z(\vec{r})$ et plus particulièrement les fonctions de corrélation des composantes du gradients parallèle et perpendiculaire au plan d'incidence, nous ont permis de calculer K_U , à partir des images STM avec un code de calcul développé au laboratoire.

Le modèle utilisé, suppose uniquement que l'énergie d'échange dans les films est infinie. Notre calcul est valable même pour des rugosité importantes, contrairement à celui d'Arials et Mills. Les valeurs calculées de la contribution uniaxiale K_U sont en parfait accord avec celles mesurées expérimentalement par TBBIST. Ceci indique que l'anisotropie magnétique uniaxiale est principalement d'origine dipolaire.

Les couches minces de Fe/Si(111), évaporées en incidence oblique, ou celles déposées en incidence normale avec une couche de couverture évaporée en flux oblique présentent toutes un signal d'interface de type polaire du 1^{er} ordre, de périodicité 2π par rapport à l'orientation du champ φ et l'orientation de la couche θ . Nous avons montré qu'une partie de ce signal d'interface est généré par à une faible composante polaire de l'aimantation, liée au profil asymétrique des îlots dans le plan d'incidence et induit par une évaporation oblique. L'autre contribution à ce signal polaire est d'origine magnéto-structurale : une interférence entre l'aimantation et le tenseur diélectrique décrivant les propriétés optique de surface qui, de part la réduction de symétrie en surface générée par l'évaporation oblique, n'est plus de symétrie cubique. Cette dernière contribution correspond à celle observée pour des couches ferromagnétiques déposées sur des substrats vicinaux. L'étude et l'analyse de ce signal magnéto-optique d'interface sur l'ensemble des systèmes étudiés (Ge($\perp$)/Fe(d_{Fe} , θ_{Fe})/Si(111), Si(d_{Si} , θ_{Si})/Fe($\perp$)/Si(111), Au(d_{Au} , θ_{Au})/Fe($\perp$)/Si(111), Si($\perp$)/Fe(θ_{Fe})/Si(001)) permettent de conclure que les deux contributions d'origine polaire magnétique et magnéto-structurale sont toujours présentes simultanément dans le signal d'interface pour des croissances sur substrats vicinaux ou lors de croissance en flux oblique induisant une dissymétrie équivalente à une surface vicinale.

L'ensemble de ces résultats scientifiques a pu être obtenu grâce à la synergie entre les compétences de croissance, d'analyses structurales globale, de caractérisation à l'échelle locale et le développement d'un outil d'investigation des propriétés d'énergie d'anisotropie magnétiques et magnéto-optiques combiné aux calculs et aux simulations. Ma démarche de recherche n'est pas appliquée ou technologique mais plutôt fondamentale et c'est dans cette direction que je compte poursuivre mon travail dans les années à venir avec les chercheurs du laboratoire. Je dispose d'un outils expérimentales de caractérisation magnéto-optique qui a démontré toute sa potentialité sur les couches minces dans le cadre des corrélations entre les propriétés magnétiques – magnéto-optiques et les propriétés structurales et morphologiques de couches minces.

Perspectives

L'ensemble des mesures magnéto-optiques Kerr sont actuellement réalisées à température ambiante. Nous avons pratiquement achevé la mise en place d'une chambre ultra vide équipée d'une tête froide, permettant d'effectuer ces mesures à basses températures. La mise en place de ce nouveau dispositif expérimentale a été motivée par l'étude des couches ultra minces de germaniure de fer $FeGe_2$. Ce matériau est antiferromagnétique à l'état massif mais est supposé être ferromagnétique en couches minces. Le groupe «microscopie champ proche» (C. Pirri, G. Garreau, et J.L. Bumbendorff) travaille actuellement à la croissance et l'étude structurale de ce nouveau système. Les mesures SQUID, à basses températures, effectuées à l'IPCMS à Strasbourg par Eric Beaupaire, montrent que les premières couches $FeGe_2$ élaborées sont ferromagnétiques avec une température de Curie de $\cong 50$ K. Une étude des propriétés magnétiques de ces films $FeGe_2$ corrélées à leurs propriétés structurales et morphologiques, est une des perspectives de recherche avec les chercheurs du groupe «champ proche» directement en continuité avec les travaux que j'ai menés jusqu'à présent.

Un second axe de recherche, plus personnel et me permettant de m'ouvrir à de nouveaux domaines de la physique, est l'étude des propriétés magnétiques et magnéto-optiques de réseaux organisés de nano-structures de tailles contrôlées et de formes définies.

L'étude des objets de taille nanométrique présente un intérêt tant d'un point de vue technologique que fondamental. La réduction de taille des systèmes magnétiques donne lieu à des modifications et/ou à l'apparition de nouvelles propriétés physiques par rapport à celles existantes pour le matériau à l'état massif. Les propriétés magnétiques d'un nano-objet sont gouvernées, d'une part, par l'énergie d'échange et l'énergie magnéto-cristalline favorisant respectivement l'alignement des spins entre eux et selon une direction cristallographique spécifique, et d'autre part par l'énergie du champ démagnétisant. Dans ces nano-objets, comme dans les couches minces, les anisotropies magnétiques sont d'origine magnéto-cristalline, de forme, de surface et d'interface ou encore induites par les contraintes. De part leurs tailles réduites et leurs facteurs de forme, l'anisotropie de surface et d'interface et plus particulièrement l'anisotropie de forme peuvent être bien plus importantes que l'anisotropie intrinsèque magnéto-cristalline et dominer leurs propriétés magnétiques.

Pour un réseau de nanostructures, l'interaction entre les objets peut jouer un rôle important. Effectivement l'interaction dipolaire ($\propto 1/r^3$) dépend de la distance entre les objets et elle est donc négligeable à grande distance ($\propto \mu\text{m}$). Par contre,

pour des nano-objets séparés d'une distance typiquement inférieure à une centaine de nm l'interaction dipolaire n'est pas une simple fonction de la distance entre les centres des nanostructures mais elle dépend aussi de leur taille, de leur forme, des distances entre les surfaces latérales consécutives, du nombre de leurs voisins, ou encore du type et du motif du réseau. Il n'y a pas que des considérations géométriques qui influencent sur l'interaction dipolaire, l'état de l'aimantation (orientation du moment magnétique, présence de domaines) conduit dans ces nanostructures à une modification des interactions dipolaires qui sont alors assujetties au processus d'aimantation.

Contrôler la forme et la taille des nanostructures sur une surface ainsi que leur organisation spatiale en modifiant le nature du réseau et son paramètre de maille met a disposition un vaste jeu de paramètre à corrélérer aux propriétés magnétiques.

Mon projet s'articule principalement autour de 3 axes :

1. la réalisation des réseaux nanostructurés,
2. la caractérisation des propriétés magnétiques de ces réseaux de nano-objets organisés qui reste un approche globale,
3. et, le développement au LPSE d'un «*nano-Kerr magnéto-optique*» permettant de sonder les propriétés locales d'un objet individuel ou d'une petite collection d'objets .

-1-Élaboration de réseaux nanostructurés

Avec le professeur G. Leggieri (Dipartimento di Fisica – Université de Lecce (Italie)), j'ai initié une collaboration pour la réalisation des réseaux nanostructurés. Nous avons opté pour la technique dite top-down : on réalise les nanostructures à partir d'une couche mince par lithographie. L'élaboration des couches minces épitaxiées ou amorphes sur silicium (Si(001) et Si(111)) sera réalisée au LPSE par épitaxie par jets moléculaires (EJM) et au département de physique par ablation laser (AL). Cette dernière technique est beaucoup plus versatile que EJM pour la réalisation de films à composition complexe puisque le dépôt est réalisé à partir d'une cible de stoechiométrie bien définie, qui est transférée sur le substrat, contrairement à EJM pour laquelle les taux d'évaporation de plusieurs cellules doivent être contrôlés simultanément. Comme nous avons acquis une très bonne connaissance des propriétés magnétique et structurales des couches de Fe, ce matériau Fe a été retenu pour la réalisation des premières nanostructures.

L'élaboration des réseaux de structures de tailles nanométriques ne peut être réalisée directement par des techniques de lithographie optique standard. Elle se fera

donc en deux étapes : -1) obtention d'un réseau de plots sub-micrométrique (limite $\cong 0.5 \mu\text{m}$) par lithographie optique UV, -2) lithographie par faisceau d'ions focalisés (FIB) des plots sub-micrométrique en réseau d'objets de tailles caractéristiques de l'ordre de quelques dizaines de nm : couramment une résolution de $\approx 50 \text{ nm}$ est obtenue mais l'appareillage expérimental devrait permettre d'atteindre une limite inférieure de $\approx 25 \text{ nm}$. Les deux méthodes de lithographie seront effectuées à l'institut pour la micro-électronique et les micro-systèmes du CNR (Consiglio Nazionale delle Ricerche – Lecce - Italie) par P. Siciliano.

-2- Propriétés magnétiques à l'échelle macroscopiques

Avant les opérations de lithographie des couches, l'ensemble des films élaborés par EJM ou AL seront caractérisés, par effet Kerr magnéto-optique au LPSE, à l'aide de la méthode TBIIST (anisotropie magnétique et magnéto-optique) et par des mesures classiques de cycles d'hystérésis $M(H)$ en configuration longitudinale.

Suite aux processus de lithographies par UV et FIB, nous disposerons de deux collections d'objets auto-organisés, la première de taille sub-micrométrique et la seconde de taille nano-métrique. Les propriétés d'anisotropie magnétiques et magnéto-optique *globales, collectives et macroscopiques* seront étudiées en fonction des caractéristiques géométriques des nanostructures (forme, tailles, facteur d'aspect,...) et de la nature des réseaux (motif, paramètre de maille).

Des informations complémentaires sur les mécanismes de retournement de l'aimantation et sur les interactions dipolaires entre les objets pourront être obtenues par magnétométrie Kerr (mesure des trois composante de l'aimantation en fonction de H) et par une étude détaillée des propriétés des cycles d'hystérésis $M(H)$ Kerr (H_C , H_S , M_R) mesurés avec un champ magnétique appliqué selon les trois directions : longitudinale, transverse et polaire.

-3- Approche à l'échelle nanométrique des propriétés magnétiques

Il n'existe que peu de méthodes de caractérisation des propriétés magnétiques d'un nano-objet. Du fait de leur faible volume il est nécessaire de recourir à des techniques d'une grande sensibilité. L'effet Kerr magnéto-optique est potentiellement une des méthodes permettant de sonder les propriétés locales. Il est utilisé, par exemple, en microscopie Kerr pour étudier les configurations en domaines magnétiques, la dynamique de déplacement de parois... En champ optique lointain, la résolution spatiale est imposée par la limite de diffraction qui, typiquement, dans le domaine visible ($\lambda = 600 \text{ nm}$) est de l'ordre du μm . Il est aussi possible de mesurer des cycles

d'hystérésis $M(H)$ «localisés» en focalisant le faisceau incident Kerr, sur la surface d'un film minces, à une taille à la limite de diffraction. L'utilisation de la microscopie en champ proche optique, faisant passer la lumière à travers une ouverture sub-microscopique, permet de s'affranchir de la limite de diffraction classique. Ainsi, les résolutions latérales sont 10 à 15 fois meilleurs qu'en champ lointain (≤ 100 nm).

O. Soppera, chercheur au Département de Photochimie Générale (DPG – UHA), utilise une source lumineuse nano-focalisée pour réaliser de la photo-polymérisation à l'échelle nanométrique. Sa source est une fibre optique avec une microlentille qu'il réalise directement sur l'une des extrémités. Le diamètre du faisceau dans le plan focal est typiquement de l'ordre de 30 nm.

Cette source lumineuse pourrait être utilisée pour réaliser un nano-Kerr, fonctionnant en champ proche optique, et capable de mesurer des cycles d'hystérésis sur des objets individuels de taille nanométrique. La réalisation d'un tel dispositif offrira, de plus, la possibilité de réaliser de l'imagerie Kerr avec une résolution proche des microscopes à force magnétique (10 nm), tout en offrant la possibilité de travailler sous champ magnétique. J'ai pris contact avec O. Soppera, et nous envisageons de nous associer au Laboratoire de Nanotechnologie et d'Instrumentation Optique (LNIO - Troyes).

Cette troisième partie de mon projet, est ambitieuse, mais elle s'inscrit tout naturellement dans les nouvelles orientations du laboratoire qui ces dernières années s'est progressivement doté d'outils d'analyse (STM basse température, STM-AFM, STM à Température variable) permettant de sonder les propriétés locales. Dans le cadre de mon projet mais aussi de l'activité couches minces magnétiques du laboratoire le nano-Kerr sera un outil complémentaire de choix capable d'étudier à l'échelle locale les propriétés magnétiques de nanostructures ou de couches minces.

Annexe A

Anisotropie magnétique et magnéto-optique

Sommaire

A.1 Anisotropie magnétique	116
A.1.1 Introduction - définition	116
A.1.2 Cas d'un film de symétrie cubique	117
A.1.2.a La surface (001)	118
A.1.2.b La surface (111)	120
A.1.2.c Généralisation de l'expression de E_a	120
A.2 Réponse magnéto-optique d'une couche	121
A.2.1 Effet Kerr magnéto-optique	121
A.2.2 Montage magnéto-optique expérimental	121
A.2.3 Rotation Kerr complexe	123
A.2.4 Cas d'un système ferromagnétique de symétrie cubique.	124
A.2.4.a Le tenseur de permittivité.	124
A.2.4.b Réponse du première ordre en aimantation.	125
A.2.4.c Réponse du second ordre en aimantation.	126
A.2.5 Expression générale du signal Kerr	128
A.3 Détermination expérimentale de l'anisotropie magnéto-optique et magnétique	129
A.3.1 La méthode du champ tournant	129
A.3.2 La méthode « <i>TBIIST</i> »	130
A.3.2.a Les considérations théoriques	130
A.3.2.b Exemple de mesure TBIIST	133

A.1 Anisotropie magnétique

A.1.1 Introduction - définition

Généralement, l'aimantation tend à s'orienter selon une direction privilégiée du fait de la symétrie du cristal et/ou de la forme de l'échantillon : cette propriété est connue sous le terme d'anisotropie magnétique. L'énergie mise en jeu pour amener l'aimantation de l'axe de facile aimantation le long d'un axe de difficile aimantation est de l'ordre de $\sim 10^5$ à $\sim 10^8 \text{ erg/cm}^3$ ($\sim 10^6$ à $\sim 10^3 \text{ eV/atome}$). L'énergie associée à l'interaction d'échange entre deux atomes voisins, de nature électromagnétique et de courte portée, dans laquelle interviennent les moments magnétiques, est de l'ordre de 10^{10} erg/cm^3 ($\sim 0.1 \text{ eV/atome}$) pour les métaux de transition $3d$ ferromagnétiques. L'énergie d'anisotropie est donc une petite correction à l'énergie magnétique totale.

Les deux principales sources d'anisotropie magnétique sont :

- L'anisotropie dipolaire (ou de forme) : elle est due à l'interaction dipolaire magnétique. Elle est beaucoup plus faible que l'interaction d'échange entre deux moments voisins, mais devient prépondérante à grande distance.
- L'anisotropie magnéto-cristalline : elle est due au couplage entre le spin de l'électron et le champ magnétique créé par son propre mouvement orbital autour du noyau (couplage spin-orbite, petit devant $k_B \times T_C$ pour les métaux de transition). Le mouvement orbital lui-même est couplé au réseau par le potentiel électrostatique des ions métalliques. Ce couplage, caractérisé par une constante de couplage spin-orbite λ , est sensible à la structure cristallographique et de fait traduit la symétrie du système.

Pour un système sous contrainte, l'anisotropie magnétique est fortement affectée par l'intermédiaire du couplage spin-orbite qui donne lieu aux effets magnéto-élastiques et à la magnétostriction. Pour les couches minces, la rupture de symétrie due à la surface implique l'existence d'une contribution de surface non négligeable qui s'ajoute à la contribution de volume. Toute réduction de symétrie génère de nouvelles contributions de plus faible symétrie à l'énergie d'anisotropie.

Les différentes contributions à l'anisotropie magnétique observées peuvent être décrites phénoménologiquement par des constantes d'anisotropie effective K_n , associées à une anisotropie magnétique de symétrie $2\pi/m$, qui tiennent compte de la symétrie en volume, des brisures de symétrie aux surfaces et interfaces, et éventuellement de la modification de la morphologie du fait d'une rugosité importante. La constante effective K_n est la somme d'un terme de volume K_n^{Vol} et d'une contri-

bution d'interface K_n^{int} :

$$K_n = K_n^{Vol} + \frac{K_n^{Int}}{Nd} \quad (\text{A.1})$$

où N et d sont respectivement l'épaisseur du film exprimée en monocouche atomique et la distance inter-plan dans la direction normale à la surface [104, 109, 111–113, 142]. L'expression générale de la densité d'anisotropie magnétique E_a s'écrit alors :

$$E_a = E_0 + \sum_n [K_n \times f_n(\alpha_i)] \quad (\text{A.2})$$

E_0 est une contribution isotropique et les fonctions f_n décrivent la dépendance de l'anisotropie magnétique d'ordre n par rapport à l'orientation de l'aimantation $\vec{M}$ qui est exprimée à l'aide des cosinus directeurs (α_i) dans un repère donné.

A.1.2 Cas d'un film de symétrie cubique

Considérons un film de symétrie intrinsèque cubique dont la densité d'énergie libre d'anisotropie magnétique contient, en plus de la contribution magnéto-cristalline ($E_{m.c}$) et dipolaire, une contribution uniaxiale (K_U) et magnéto-élastique $E_{m.é}$:

$$E_a = E_{m.c} + K_u \left(\frac{\vec{M}_S \cdot \vec{u}}{M_S} \right)^2 + 2\pi \left(\vec{M}_S \cdot \vec{n} \right)^2 + E_{m.é} \quad (\text{A.3})$$

Les vecteurs unitaires $\vec{u}$ et $\vec{n}$ correspondent respectivement à la direction de l'anisotropie uniaxiale et à la normal à la surface du film.

L'énergie magnéto-cristalline de volume $E_{m.c}^{Vol}$ d'un système de structure cubique s'exprime par un développement en puissance des cosinus directeurs (α_i) de $\vec{M}$. Si les axes de référence coïncident avec les arêtes du cube ($x_1 \equiv [100]$, $x_2 \equiv [010]$, $x_3 \equiv [001]$) alors $E_{m.c}^{Vol}$ s'écrit par convention [200] :

$$\begin{aligned} E_{m.c}^{Vol}(\alpha_i) = & K_0^{Vol} + K_1^{Vol} \cdot s + K_2^{Vol} \cdot p + K_3^{Vol} \cdot s^2 + K_4^{Vol} \cdot s \cdot p + K_5^{Vol} \cdot (s^3 + p^2) \\ & + K_6^{Vol} \cdot s^2 \cdot p + K_7^{Vol} \cdot (s^4 + s \cdot p^2) + K_8^{Vol} \cdot (s^3 \cdot p + p^3) + \dots \end{aligned} \quad (\text{A.4})$$

avec $s = \alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2$, $p = \alpha_1^2 \cdot \alpha_2^2 \cdot \alpha_3^2$

où $\alpha_1 = \cos(\theta) \sin(\psi)$, $\alpha_2 = \sin(\theta) \sin(\psi)$, $\alpha_3 = \cos(\psi)$ si θ est l'angle polaire dans le plan (001) et ψ l'angle que fait $\vec{M}$ avec l'axe x_3 ,

et K_n^{Vol} les constantes d'anisotropie de volume.

De même, la densité d'énergie d'anisotropie magnéto-cristalline d'interface $E_{m.c}^{Int}$ s'écrit :

$$E_{m.c}^{Int}(\alpha_i) = \frac{K_0^{Int}}{Nd} + \frac{K_1^{Int}}{Nd} \cdot (\alpha_1^2 \alpha_2^2) + \frac{K_2^{Int}}{Nd} \cdot (\alpha_3^2) + \frac{K_3^{Int}}{Nd} \cdot (\alpha_3^4) + \dots \quad (\text{A.5})$$

A.1.2.a La surface (001)

Cristal non déformé :

Pour un film mince non déformé, et en se limitant aux premiers termes du développement de $E_{m.c.}$ en $\vec{M}$ (ou α_i), l'énergie d'anisotropie s'écrit :

$$E_{m.c.}(\alpha_i) = K_0 + \underbrace{\left(\frac{K_2^{Int}}{Nd} + 2\pi\vec{M}_S \right) \alpha_3^2}_1 + \underbrace{\frac{K_1^{Int}}{Nd} \alpha_1^2 \alpha_2^2}_2 + \underbrace{\frac{K_3^{Int}}{Nd} \cdot \alpha_3^4}_3 + \underbrace{\left(K_1^{Vol} + \right) (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2)}_4 \quad (A.6)$$

Dans cette expression, c'est le premier terme (1) qui domine : lorsque la quantité $\left(\frac{K_2^{Int}}{Nd} + 2\pi\vec{M}_S \right)$ est positive, la densité d'énergie est maximale pour $\alpha_3 = \pm 0$, *i.e.*, l'aimantation est dans le plan du film. Par contre, si $\left(\frac{K_2^{Int}}{Nd} + 2\pi\vec{M}_S \right) < 0$ alors l'aimantation rémanente peut être dirigée hors du plan. Ce dernier cas se produit en général pour des films ne dépassant pas quelques angströms [74, 82, 90–103, 109, 114].

Les trois autres termes sont du quatrième ordre en couplage spin-orbite λ et font intervenir les constantes d'interface K_1^{Int} , K_3^{Int} et de volume K_1^{Vol} . Pour une aimantation dans le plan des films ($\alpha_3 = \pm 0$) et en tenant compte d'une anisotropie uniaxiale induite dans le plan (001) :

$$E_{m.c.}(\alpha_i) = K_0 + K_1 \cdot \alpha_1^2 \alpha_2^2 = K_0 + K_1 \cos^2(2\theta) \quad (A.7)$$

$$E_U = K_U \sin^2(\theta)$$

et la densité d'énergie libre d'anisotropie magnétique s'écrit :

$$E_a = K_0 - \frac{K_1}{8} \cdot \cos(4 \cdot \theta) - \frac{K_U}{2} \cdot \cos(2 \cdot (\theta - \theta_U)) \quad (A.8)$$

θ est l'angle polaire dans le plan des couches, repéré par rapport à la direction [100] et θ_U est l'angle entre l'axe de facile aimantation uniaxiale et la direction [100].

Si la contribution uniaxiale est nulle ($K_U = 0$), l'énergie d'anisotropie magnéto-cristalline présente une symétrie d'ordre 4. Pour $K_1 > 0$, les minima (maxima) d'énergie correspondent aux directions $\langle 100 \rangle$ ($\langle 110 \rangle$), ce sont les axes de facile aimantation selon lesquels l'aimantation tend spontanément à s'aligner.

Par contre si $K_1 < 0$, les axes de facile (difficile) aimantation tournent de 45° et correspondent aux directions $\langle 110 \rangle$ ($\langle 100 \rangle$).

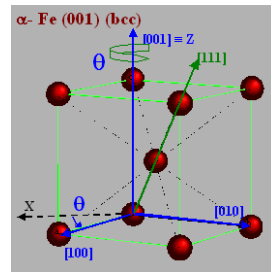


FIG. A.1 – Structure Fe (001)

Énergie magnéto-élastique d'un cristal sous contrainte :

Pour un film mince soumis à une contrainte son tenseur de déformation est :

$$\bar{\bar{e}} = \begin{pmatrix} e_{11} & e_{12} & e_{13} \\ e_{12} & e_{11} & e_{23} \\ e_{31} & e_{23} & e_{33} \end{pmatrix} \quad (\text{A.9})$$

L'indice 3 réfère à la direction perpendiculaire au plan du film. La densité d'énergie magnéto-élastique, pour le cristal dont l'aimantation est orientée dans une direction $\vec{\alpha} = (\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3)$, au deuxième ordre en couplage spin-orbite (ou $\vec{\alpha}$) s'écrit :

$$E_{m.\epsilon} = B_1(\alpha_1^2 e_{11} + \alpha_2^2 e_{22} + \alpha_3^2 e_{33}) + 2B_2(\alpha_1 \alpha_2 e_{12} + \alpha_2 \alpha_3 e_{23} + \alpha_3 \alpha_1 e_{31}) \quad (\text{A.10})$$

B_1 et B_2 sont les coefficients magnéto-élastiques usuels du second ordre.

Si le film est soumis à une contrainte biaxiale planaire (distorsion tétragonale) la densité d'énergie totale E du film, somme des contributions magnéto-cristallines, magnéto-élastiques et de l'énergie élastique $E_{Elast.}$ est donnée par :

$$E = \underbrace{K_4^{Vol} \times (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2)}_{E_{m.c}} + \underbrace{B_1 \times (\alpha_1^2 e_{11} + \alpha_2^2 e_{22} + \alpha_3^2 e_{33}) + 2 \times B_2(\alpha_1 \alpha_2 e_{12} + \alpha_2 \alpha_3 e_{23} + \alpha_3 \alpha_1 e_{31})}_{E_{m.\epsilon}} + E_{Elast.} \quad (\text{A.11})$$

Pour une aimantation planaire ($\alpha_3 = 0$), l'expression précédente se réduit à :

$$E = K_4^{Vol} \times \alpha_1^2 \alpha_2^2 + B_1 \times e_{11} + E_{Elast.} \quad (\text{A.12})$$

Dans ce cas, il est nécessaire de tenir compte d'une contribution des termes magnéto-élastiques du quatrième ordre en $\vec{\alpha}$, pour mettre en évidence l'effet des contraintes. Un développement de l'énergie en série de Taylor par rapport aux composantes e_{ij} du tenseur de déformations donne [127, 200] (sous une forme similaire avec une base différente voir [201]) :

$$\begin{aligned} E_{m.\epsilon} = & B_1 \times (\alpha_1^2 e_{11} + \alpha_2^2 e_{22} + \alpha_3^2 e_{33}) + 2B_2 \times (\alpha_1 \alpha_2 e_{12} + \alpha_2 \alpha_3 e_{23} + \alpha_3 \alpha_1 e_{31}) \\ & + C_1 \times (\alpha_1^4 e_{11} + \alpha_2^4 e_{22} + \alpha_3^4 e_{33}) + C_2 \times (\alpha_1^2 \alpha_2^2 e_{33} + \alpha_2^2 \alpha_3^2 e_{11} + \alpha_3^2 \alpha_1^2 e_{22}) \\ & + 2C_3 \times (\alpha_3^2 \alpha_1 \alpha_2 e_{12} + \alpha_1^2 \alpha_2 \alpha_3 e_{23} + \alpha_2^2 \alpha_3 \alpha_1 e_{31}) \end{aligned} \quad (\text{A.13})$$

Pour une aimantation dans le plan des films, l'énergie totale est alors :

$$E = \left[K_4^{Vol} + (C_2 e_{33} + 2C_1 e_{11}) \right] \times \alpha_1^2 \alpha_2^2 + \underbrace{B_1 \times e_{11} + E_{Elast.}}_{\text{Constante}} \quad (\text{A.14})$$

C_1 , C_2 et C_3 sont les coefficients magnéto-élastiques du 4^e ordre.

A.1.2.b La surface (111)

Si l'aimantation est planaire, on choisit un nouveau système de référence pour exprimer l'énergie d'anisotropie magnétique d'une surface (111) : $x_1 \equiv [\bar{1}01]$, $x_2 \equiv [1\bar{2}1]$ et $x_3 \equiv [111]$. Dans ce cas

$$E_a(\theta) = K_0 - \frac{K_2}{108} \cdot \cos(6 \cdot \theta) - \frac{K_U}{2} \cdot \cos(2 \cdot (\theta - \theta_U)) \quad (\text{A.15})$$

En l'absence de contribution uniaxiale, les directions d'énergie minimale ($\langle \bar{1}01 \rangle$) définissent les axes de facile aimantation et les maximums ($\langle 1\bar{2}1 \rangle$) définissent quant à eux les axes de difficile aimantation pour $K_2 > 0$.

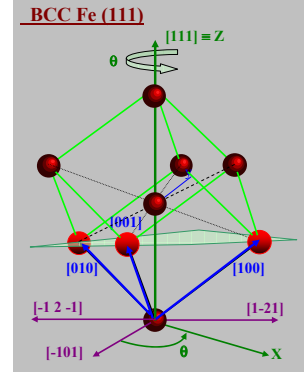


FIG. A.2 – Les axes de référence du Fe(111)

A.1.2.c Généralisation de l'expression de E_a

La forme la plus générale de la densité d'énergie d'anisotropie intégrant l'ensemble des contributions pour une aimantation planaire s'écrit sous forme d'une série de $\cos(m \times \theta)$:

$$E_a(\theta) = \sum_{m \geq 2} A_m \times \cos(m \times (\theta - \theta_m)) \quad (\text{A.16})$$

Les coefficients d'anisotropie A_m sont des combinaisons linéaires des constantes d'anisotropie K_n [142]. Expérimentalement, ce sont les coefficients d'anisotropie A_m qui sont déterminés et qui permettent d'obtenir les constantes K_n . Les angles θ_m donnent la position du minimum d'énergie associée à la contribution de symétrie magnétique $2\pi/m$. Une mesure de $E_a(\theta)$ en fonction de l'angle polaire θ dans le plan des films permet donc de déterminer les coefficients d'anisotropie A_m et l'angle θ_m correspondant respectivement à l'amplitude et à la position de l'axe facile de la contribution d'ordre m .

J'ai développé avec G. Gewinner une méthode de mesure par effet Kerr magnéto-optique, permettant de déterminer précisément les deux quantités A_m et θ_m . Nous l'avons dénommé **TBIIST** pour “*Transverse Bias Initial Inverse Susceptibility and Torque*”[142]. Les points principaux de la méthode sont donnée dans la dernière partie de l'annexe. Mais tous d'abord, je souhaiterais donner quelques considérations générales sur l'effet Kerr et le signal magnéto-optique Kerr mesuré en configuration longitudinale.

A.2 Réponse magnéto-optique d'une couche

A.2.1 Effet Kerr magnéto-optique

Les effets magnéto-optiques (MO) résultent de l'interaction entre la lumière et un matériau soumis à un champ magnétique extérieur. Dans le cas des milieux magnétiques ordonnés, à aimantation spontanée $\vec{M}$ non nulle (ferro- et ferrimagnétique), c'est l'aimantation qui induit, après réflexion ou transmission, une modification de l'onde électromagnétique. Ce phénomène, qui a été observé la première fois en réflexion sur un miroir de Fe, par John Kerr [202], est l'effet Kerr magnéto-optique (MOKE). Les effets MO sont classés en fonction des orientations relatives du vecteur d'onde $\vec{k}$ de l'onde incidente $\vec{E}_{inc}$, du champ magnétique $\vec{H}$ (ou $\vec{M}$) et du plan d'incidence [203, 204]. Le couplage magnéto-optique s'explique dans un modèle semi-classique par la force de Lorentz due au champ magnétique effectif qui modifie le rayon du nuage électronique, qui au 1^{er} ordre, provoque un rayonnement dipolaire $\vec{E}_{Kerr} \propto \vec{E}_{inc} \wedge \vec{M}$ [203, 204].

Pour une onde incidente transverse magnétique (polarisation s) ou électrique (p) et une aimantation dans le plan d'incidence on parle d'effet Kerr polaire et longitudinal si M est respectivement perpendiculaire et parallèle à la surface du film. Dans ce cas, on observe une modification de l'état de polarisation de l'onde réfléchie. Ces deux effets peuvent être regroupés sous la dénomination *configuration Kerr longitudinale*. L'état de polarisation de l'onde réfléchie est caractérisé par la rotation ϑ et l'ellipticité ε Kerr. La troisième configuration Kerr dite transverse, pour laquelle l'aimantation est planaire et perpendiculaire au plan d'incidence, n'existe que pour une onde incidente polarisée p et donne lieu à une modification de l'intensité réfléchie sans modification de l'état de polarisation (Fig. A.3).

C'est depuis les années quatre-vingt, avec les travaux de Bader et al. [107, 108, 205, 206] que l'effet Kerr s'est imposé comme une technique de caractérisation magnétique, largement utilisée, pour caractériser les propriétés magnétiques des couches minces et ultra minces ferromagnétiques.

A.2.2 Montage magnéto-optique expérimental

La mesure expérimentale de la réponse MO requière un dispositif expérimental particulièrement sensible, spécialement si l'on s'intéresse aux contributions non linéaires en aimantation (quadratique). Effectivement les angles de rotation Kerr ϑ (ou l'ellipticité ε) sont faibles dans le cas des métaux $\vartheta < 0.5$ degrés (page 432 [148] et pages 203-207 [204]). Notre dispositif expérimental Kerr fonctionne avec le prin-

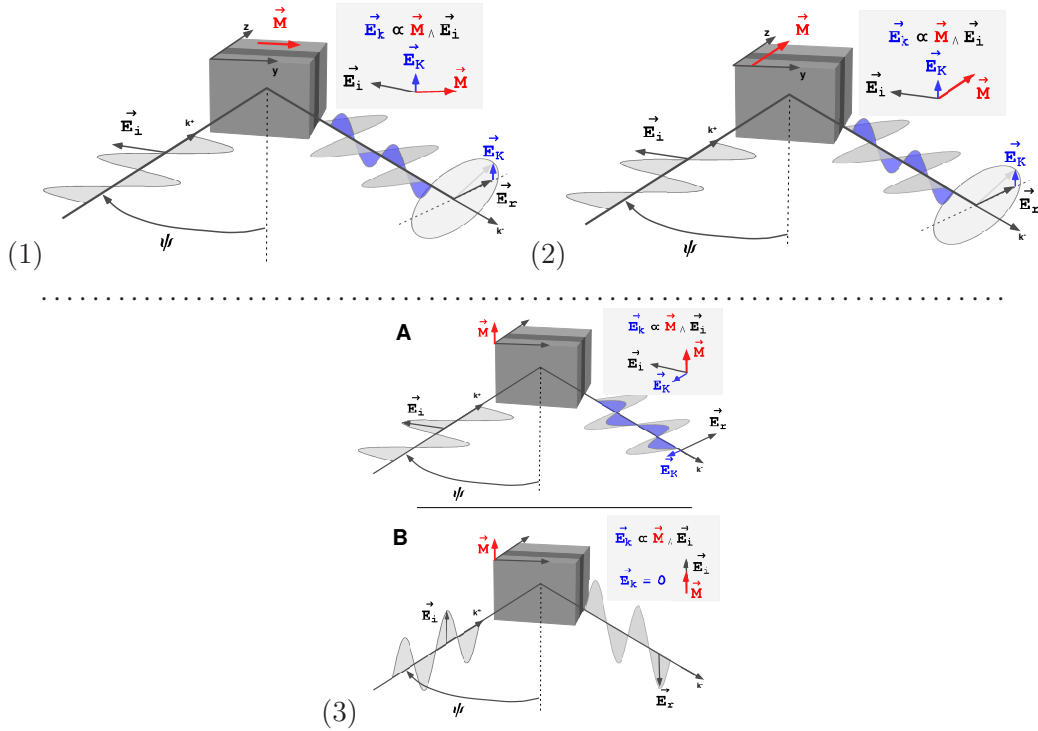


FIG. A.3 – Réponse MO Kerr (E_K) pour une configuration Kerr (1) longitudinale, (2) polaire avec une onde incidente polarisée p et (3) transverse pour une onde p (A) et s (B). Dans ce dernier cas il n'y a pas de réponse magnéto-optique Kerr.

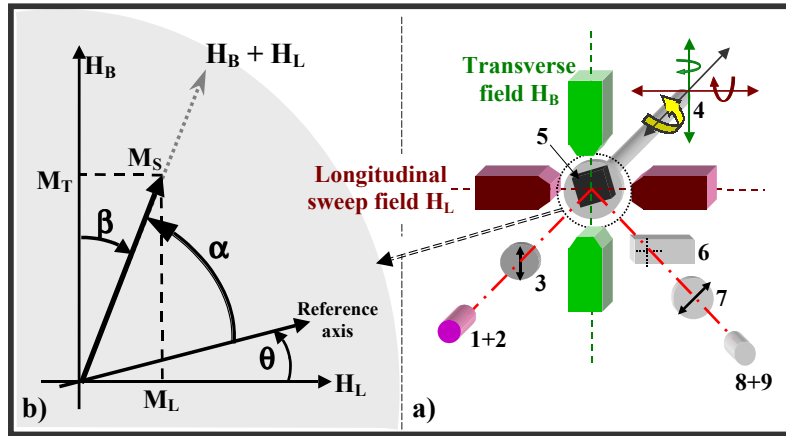


FIG. A.4 – a) Schéma du montage magnéto-optique fonctionnant en *configuration longitudinale* utilisé au LPSE : (1-2) Système diode laser stabilisé, (3) polariseur, (4) Porte échantillon avec Goniomètre, (5) Échantillon, (6) Modulateur Photo élastique, (7) Analyseur, (8+9) Photo-détecteur connecté à un Lock-in. -b) Définition de différents angles (voir *TBIIST*)

cipe de la technique de modulation de phase (modulateur photo élastique)[207–209] qui, couplé à une détection synchrone, offre un très bon rapport signal sur bruit et une très bonne sensibilité.

Le faisceau laser incident passe par un polariseur (en position s ou p) (Fig. A.4). Après réflexion sur l'échantillon, le modulateur photo-élastique (PEM), dont l'axe principal est perpendiculaire au plan d'incidence, assure une variation sinusoïdale de phase entre les vibrations s et p à une fréquence $f_0 = 50 \text{ kHz}$. Le faisceau réfléchi, après passage par un analyseur, est détecté par une photo-diode. Cette dernière est reliée à un amplificateur synchrone ("Lock-in") accordé sur la fréquence de modulation f_0 du PEM. Le signal détecté à la fréquence fondamentale f_0 est proportionnel à l'ellipticité Kerr ε alors que celui à la fréquence $2f_0$ est proportionnel à la rotation Kerr ϑ . Un champ de 3500 Oe peut être appliqué, dans le plan de l'échantillon, dans une direction arbitraire à l'aide de 2 paires d'électroaimants.

L'acquisition, le contrôle des champs magnétiques appliqués et la rotation de l'échantillon sont gérés par un programme informatique écrit en Visual Basic (D. Berling - G. Gewinner - A. Mehdaoui).

A.2.3 Rotation Kerr complexe

Le calcul de la réponse MO Kerr consiste à déterminer l'état de polarisation de l'onde (la rotation ϑ et l'ellipticité ε Kerr : cf. Fig A.5), après réflexion sur un matériau caractérisé par une matrice de réflexion $\bar{\bar{R}}$. Les éléments de la matrice $\bar{\bar{R}}$ dépendent des propriétés optiques du matériau, *i.e.*, son tenseur de permittivité électrique $\bar{\bar{\epsilon}}$. De nombreux auteurs [210–217] ont donné des expressions de la réponse MOKE pour des configurations spécifiques (angle d'incidence, configuration Kerr, ...). Ces calculs utilisent le formalisme matricielle (4×4) [218] permettant de déterminer les éléments de la matrice de réflexion $\bar{\bar{R}}$ de façon «*relativement simple*». Avec Stéphan Zabrocky (en thèse), nous avons utilisé ce formalisme et l'avons appliqué dans le cas le plus général, valable pour une incidence ψ quelconque de l'onde et quelque soit la géométrie Kerr (longitudinale, polaire ou

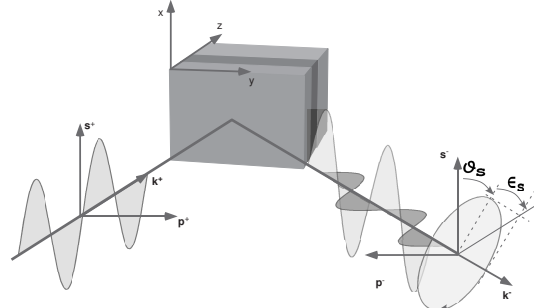


FIG. A.5 – Schéma de la propagation des ondes et les conventions adoptées pour les calculs de la réponse MO Kerr complexe.

transverse), avec une unique restriction sur les composantes diagonales du tenseur de permittivité diélectrique qui sont égales. Ceci se justifie par le fait que les matériaux étudiés, en l'absence d'aimantation, sont de symétrie cubique, *i.e.*, isotrope [193].

La matrice de réflexion et le tenseur diélectrique du matériau sont respectivement notés :

$$\bar{\bar{R}} = \begin{bmatrix} r_{ss} & r_{sp} \\ r_{ps} & r_{pp} \end{bmatrix} \quad \bar{\bar{\varepsilon}} = \begin{bmatrix} \varepsilon_f & \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{xz} \\ \varepsilon_{yx} & \varepsilon_f & \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{zx} & \varepsilon_{zy} & \varepsilon_f \end{bmatrix} \quad (\text{A.17})$$

Le calcul formel, pour une polarisation incidente s (p), de la réponse MO ou rotation Kerr complexe Φ_s (Φ_p) donne en utilisant les conventions pour les orientations des angles ϑ et ε données sur la figure A.5 :

$$\begin{aligned} \Phi_{s(p)} &= \vartheta_{s(p)} + i\varepsilon_{s(p)} = -(+) \frac{r_{ps(sp)}}{r_{ss(pp)}} \\ &= A_{s(p)}(\psi) \cdot \left(+(-) \frac{\varepsilon_{zx(xz)} \cdot \varepsilon_{yz(zy)}}{n_f^2} - \varepsilon_{yx(xy)} \right) - B_{s(p)}(\psi) (\varepsilon_{zx(xz)}) \end{aligned} \quad (\text{A.18})$$

$\vartheta_{s(p)} = \Im m[-(+) \Phi_{s(p)}]$ représente la rotation et $\varepsilon_{s(p)} = \Re el[-(+) \Phi_{s(p)}]$ l'ellipticité Kerr pour une onde incidente s (p).

$A_{s,p}$ et $B_{s,p}$ sont des fonctions des indices optiques complexes n_i de la multicouche (l'air, couche de couverture, couche ferromagnétique, substrat, ...) et de de l'angle d'incidence ψ de l'onde. Mentionnons que $B_{s,p}$ varie quasi-linéairement avec ψ (comportement longitudinal) alors que $A_{s,p}$ est une fonction constante de ψ (comportement polaire).

A.2.4 Cas d'un système ferromagnétique de symétrie cubique.

A.2.4.a Le tenseur de permittivité.

Pour un cristal de symétrie cubique en l'absence d'aimantation son tenseur de permittivité électrique $\bar{\bar{\varepsilon}}^{(0)}$ est isotrope et s'écrit :

$$\bar{\bar{\varepsilon}}^{(0)} = \begin{bmatrix} \varepsilon_f & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_f & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_f \end{bmatrix} \quad (\text{A.19})$$

Lorsqu'une aimantation $\vec{M} = (M_t, M_l, M_p)^1$ est présente dans le matériau cela conduit à une modification des composantes du tenseur $\bar{\bar{\varepsilon}}^{(0)}$. L'aimantation

¹Dans le plan de la couche les composantes parallèles et perpendiculaires au plan d'incidence sont notées respectivement M_t (transverse $\equiv x$) et M_l (longitudinale $\equiv y$). La composante de $\vec{M}$ perpendiculaire à la surface de réflexion est M_p (polaire $\equiv z$). Ces axes sont ceux du référentiel du laboratoire donnée sur la Fig. A.5

n'impose que de faibles perturbations. Les composantes du tenseur du milieu ferromagnétique $\bar{\varepsilon}^{(M)}$ s'écrivent alors sous forme d'un développement en puissance des composantes de l'aimantation $\vec{M} = (M_t, M_l, M_p)$, en supposant que l'aimantation dans le cristal est uniforme :

$$\varepsilon_{ij}^{(M)} = \varepsilon_{ij}^{(0)} + \varepsilon_{ij}^{(M)} \quad (\text{A.20})$$

avec

$$\varepsilon_{ij}^{(M)} = \underbrace{\sum_k K_{ijk} M_k}_{\varepsilon_{ij}^{(1)}} + \underbrace{\sum_{k,l} G_{ijkl} M_k M_l}_{\varepsilon_{ij}^{(2)}} + \dots \quad (\text{A.21})$$

où $\varepsilon_{ij}^{(1)}$ et $\varepsilon_{ij}^{(2)}$ sont les corrections, respectivement du 1^{er} et du 2^e ordre, de la composante $\varepsilon_{ij}^{(0)}$ du cristal non aimanté.

Le tenseur $\varepsilon_{ij}^{(M)}$ doit rester invariant par rapport aux symétries d'espace et respecter le principe d'Onsager-Casimir [219–221] qui impose $\varepsilon_{ij}(\vec{M}) = \varepsilon_{ij}(-\vec{M})$. En tenant compte des propriétés de symétrie (espace-temps) d'un cristal magnétique cubique [200], on réduit ainsi le nombre de composantes indépendantes des tenseurs $\varepsilon_{ij}^{(1)}(\vec{M})$ et $\varepsilon_{ij}^{(2)}(\vec{M})$. S. Visnovsky [222] a donné les expressions de ces tenseurs au 1^{er} et 2^e ordre en aimantation $\vec{M}$.

A.2.4.b Réponse du première ordre en aimantation.

Le tenseur de permittivité au premier ordre en $\vec{M}$, écrit dans le référentiel du laboratoire confondu avec celui du cristal de symétrie cubique et défini par les axes principaux de la maille cubique ($t \equiv x_1 \equiv x$, $l \equiv x_2 \equiv y$, $p \equiv x_3 \equiv z$) est :

$$\varepsilon_{ij}^{(1)}(\vec{M}) = \begin{pmatrix} 0 & K_{231} \cdot M_p & -K_{231} \cdot M_l \\ -K_{231} \cdot M_p & 0 & K_{231} \cdot M_t \\ K_{231} \cdot M_l & -K_{231} \cdot M_t & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{A.22})$$

Il ne dépend plus que d'un coefficient K_{231} , noté K par la suite, qui est proportionnel au coefficient de Voigt Q_V que l'on trouve habituellement dans la littérature : $K = -i \cdot \varepsilon_f \cdot Q_V$

Ce tenseur est invariant par une rotation des axes du cristal à $\vec{M}$ fixée, ce qui implique que la réponse MO (ϑ , ε) pour une couche mince exposant une face (001) ou (111) ne dépend que de la direction de $\vec{M}$, plus précisément de(s) composante(s) de l'aimantation mesurée(s).

A partir de l'expression du tenseur au 1^{er} ordre en $\vec{M}$ et de l'expression générale (A.18), la réponse MO Kerr linéaire en aimantation est donnée par :

$$\Phi_{s(p)} = \vartheta_{s(p)} + i\varepsilon_{s(p)} = \underbrace{A_{s(p)}(\psi) \cdot K \cdot M_p}_{\text{Polaire}} - (+) \underbrace{B_{s(p)}(\psi) K \cdot M_l}_{\text{longitudinal}} \quad (\text{A.23})$$

On note que pour un matériau de symétrie cubique : -1) l'orientation du cristal est sans influence, -2) Il n'y a pas de signal MO Kerr transverse (M_t), -3) Le signal «polaire» est proportionnel à $A_{s,p}(\psi)$, *i.e.*, il est indépendant de l'angle d'incidence ψ , et -4) Le signal «longitudinal» dépend de $B_{s,p}(\psi)$, *i.e.*, il varie quasi linéairement avec ψ , en particulier il est nul en incidence normale ($\psi = 0$).

A.2.4.c Réponse du second ordre en aimantation.

De même en utilisant les relations données dans [222] on obtient le tenseur de permittivité au second ordre ou quadratique en $\vec{M}$ pour un système de symétrie cubique :

$$\varepsilon_{ij}^{(2)}(\vec{M}) = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11}^2 & 2G_{2323} \cdot M_t M_l & 2G_{2323} \cdot M_t M_p \\ 2G_{2323} \cdot M_t M_l & \varepsilon_{22}^2 & 2G_{2323} \cdot M_l M_p \\ 2G_{2323} \cdot M_t M_p & 2G_{2323} \cdot M_l M_p & \varepsilon_{33}^2 \end{pmatrix} \quad (\text{A.24})$$

où

$$\begin{aligned} \varepsilon_{11}^2 &= G_{1111} \cdot M_t^2 + G_{1122} \cdot M_l^2 + G_{1122} \cdot M_p^2 \\ \varepsilon_{22}^2 &= G_{1122} \cdot M_t^2 + G_{1111} \cdot M_l^2 + G_{1122} \cdot M_p^2 \\ \varepsilon_{33}^2 &= G_{1122} \cdot M_t^2 + G_{1122} \cdot M_l^2 + G_{1111} \cdot M_p^2 \end{aligned} \quad (\text{A.25})$$

Contrairement au tenseur $\varepsilon_{ij}^{(1)}(\vec{M})$ linéaire en $(\vec{M})$ et invariant par rotation du cristal, le tenseur $\varepsilon_{ij}^{(2)}(\vec{M})$ quadratique en aimantation (ou «non linéaire»¹) et n'est pas isotrope sous l'effet d'une rotation de l'échantillon. Les composantes du tenseur $\varepsilon_{ij}^{(2)}(\vec{M})$ dépendent de la face du cristal exposée à l'onde incidente et de son orientation par rapport au référentiel (t, l, p) . Ce sont les réponses MO quadratique ou l'effet Cotton Mouton pour une couche mince de symétrie cubique dont l'axe [001] et [111] est perpendiculaire à sa surface qui nous intéressent plus particulièrement.

¹L'expression «non linéaire» utilisée peut prêter à confusion par rapport aux expériences d'optique non linéaire (de génération de seconde harmonique : MOSHG) et dans ce cas on parle de signal MO non linéaire relatif au champ $\vec{E}$

Réponse MO d'une surface (001) :

Pour une rotation autour de l'axe [001], d'un angle θ repéré par rapport à la direction [100] du cristal, on aboutit à l'expression suivante de la contribution du 2^e ordre en $\vec{M}$ au signal signal MO :

$$\begin{aligned} \Phi_{s(p)}^2 = & \underbrace{+(-) \left[A_{s(p)}(\psi) \frac{(-\Delta G)}{4} \sin(4\theta) \right]}_{(1)} (M_l^2 - M_t^2) \\ & + \underbrace{A_{s(p)}(\psi) \left[\frac{(\Delta G)}{2} \cos(4\theta) \right]}_{(2)} M_t M_l \\ & + \underbrace{A_{s(p)}(\psi) \left[\frac{(\Delta G_1)}{2} + \frac{K^2}{n_f^2} \right] M_t M_l + 2B_{s(p)}(\psi) [G_{2323}] M_t M_p}_{(3)} \end{aligned} \quad (\text{A.26})$$

avec : $\Delta G = G_{1111} - G_{1122} - 2G_{2323}$ et $\Delta G_1 = -G_{1111} + G_{1122} - 2G_{2323}$

Quelques auteurs [153, 223–225] ont présenté des expressions similaires pour une surface de type (001) mais pour des configurations d'aimantations particulières (aimantation polaire), et en incidence normale ou quasi normale ($\psi < \angle$). Équat Sur la surface de type (001) la contribution du 2^e ordre (Équat. (A.26)) au signal MO présente une symétrie d'ordre 4 reflétant la symétrie du cristal. La dépendance en θ se retrouve dans les termes (1) et (2) qui sont en quadrature de phase. Le signal correspondant aux contributions angulaires est de type polaire, *i.e.*, invariant par rapport à l'angle d'incidence.

Réponse MO d'une surface (111) :

L'angle θ pour la surface (111) est repéré par rapport à la direction $[\bar{1}01]$ du cristal. La contribution quadratique en aimantation à la réponse MO s'écrit alors :

$$\begin{aligned} \Phi_{s(p)}^2 = & \underbrace{\left[B_{s(p)}(\psi) \frac{(3\Delta G)}{\sqrt{2}} \sin(3\theta) \right]}_{(1)} (M_l^2 - M_t^2) + \underbrace{B_{s(p)}(\psi) \left[\frac{(-3\Delta G)}{2} \cos(3\theta) \right]}_{(2)} M_t M_l \\ & + \underbrace{+(-)A_{s(p)} \left[\frac{\Delta G_1}{3} + \frac{K^2}{n_f^2} \right]}_{(3)} M_t M_l + \underbrace{[\dots] M_l M_p + [\dots] M_t M_p}_{(4)} \end{aligned} \quad (\text{A.27})$$

Le quatrième terme (4) de l'équation A.27 peut être négligé dans le cas d'une aimantation planaire ($M_p = 0$) ou d'une aimantation à faible composante polaire, comme c'est le cas dans nos couches. La contribution du 2^e ordre au signal MO respecte la symétrie de la surface de type (111), symétrie d'ordre 3. Comme pour la face (001) le signal quadratique en $\vec{M}$ est anisotrope. La dépendance en θ se retrouve dans les termes (1) et (2) de l'équation A.27 qui sont comme sur la face (001) en quadrature de phase. Le signal correspondant à ces contributions quadratiques est de type longitudinal, *i.e.*, décroissant avec l'angle d'incidence et s'annulant pour $\psi = 0$, alors que pour la surface (001) il est de type polaire, *i.e.*, constant en fonction de l'angle d'incidence. L'effet Cotton-Mouton est donc plus aisément détecté sur la surface (001) et plus particulièrement pour les faibles angles d'incidence ψ .

A.2.5 Expression générale du signal Kerr

Des expressions précédentes (Équat. A.23, A.26, et A.27), pour une orientation θ donnée dans le plan de réflexion, les amplitudes des contributions linéaire et quadratique en $\vec{M}$ au signal Kerr sont caractérisées par des fonctions périodiques de l'orientation φ du champ H appliqué dans le plan de la couche.

La forme la plus générale du signal MO Kerr $I_{Kerr}(\theta, \varphi)$ doit être une fonction de période 2π en φ et (θ) :

$$I_{Kerr}(\theta, \varphi) = I_0(\theta) + \sum_{q \geq 1} [a_q(\theta) \times \cos(q \cdot \varphi)] + \sum_{q \geq 1} [b_q(\theta) \times \sin(q \cdot \varphi)] \quad (\text{A.28})$$

Les quantités $a_q(\theta)$ et $b_q(\theta)$ sont, elles aussi des fonctions de période 2π en θ :

$$a_q(\theta) = \sum_{p \geq 0} a_p^q \times \cos[p \cdot (\theta - \theta_a^p)]$$

$$b_q(\theta) = \sum_{p \geq 0} b_p^q \times \cos[p \cdot (\theta - \theta_b^p)] \quad (\text{A.29})$$

ainsi que $I_0(\theta)$ qui contient les termes de réflexion anisotrope optique d'une surface :

$$I_0(\theta) = \sum_{p \geq 0} I_p \times \cos[p \cdot (\theta - \theta_0^p)] \quad (\text{A.30})$$

De ce qui précède, concernant les différentes contributions au signal MO et de l'expression la plus générale de $I_{Kerr}(\theta, \varphi)$ (A.28), il est évident que la signal MO est anisotrope. La détermination des différentes contributions $a_p(\theta)$ et $b_p(\theta)$ (amplitudes

a_p^q , a_p^q et phases θ_a^p , θ_b^p) et leur analyse en rapport, d'une part, avec la structure cristallographique du système étudié et d'autre part avec des considérations physiques sur l'orientation de l'aimantation sont un outil de choix dans le cadre d'étude des propriétés magnétiques de couches minces en corrélation avec leurs propriétés structurales et morphologiques.

A.3 Détermination expérimentale de l'anisotropie magnéto-optique et magnétique

A.3.1 La méthode du champ tournant

La détermination des différentes contributions au signal magnéto-optique Kerr pour une couche se fait en deux étapes :

1. pour une orientation θ de la couche mince, on mesure les signaux MO Kerr $I_{Kerr}(\theta, \varphi_i)$ pour un champ magnétique d'amplitude fixé $H(\varphi_i)$ appliqué dans le plan de la couche selon m directions ($\varphi_i = (i-1)\frac{2\pi}{m}$). Une analyse de Fourier permet alors de déterminer les quantités $a_q(\theta)$ et $b_q(\theta)$.
2. On réitère l'opération pour une série de n orientations du cristal, et une décomposition de Fourier des n mesures $a_q(\theta)$ et $b_q(\theta)$ donne les amplitudes a_p^q et b_p^q ainsi que les phases θ_b^p et θ_a^p par rapport à l'axe de référence des mesures Kerr (axe du champ longitudinal).

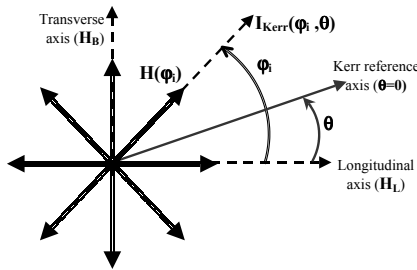


FIG. A.6 – Méthode du champ tournant $H(\varphi)$

Cette méthode est la généralisation de la méthode utilisée pour déterminer les contributions quadratiques en aimantation : les quantités $a_4(\theta)$ et $b_4(\theta)$ sur une surface (001) par R. Mattheis et G. Quednau [152] et Postova et al ; [153].

Notre approche par la double analyse de Fourier en θ et φ permet de déterminer l'ensemble des contributions à l'anisotropie du signal MO. Une vérification de la validité physique de ces quantités est possible par la confrontation des amplitudes a_p et b_p et des phases θ_b^p et θ_a^p .

A.3.2 La méthode «TBIIST»

A.3.2.a Les considérations théoriques

Considérons une couche mince soumise à deux champs magnétiques orthogonaux : l'un variable H_L et l'autre Statique H_B (voir Fig. A.4-b page 122) et vérifiant le modèle de rotation cohérente de Stoner-Wohlfart [226], *i.e.*, toute variation d'aimantation se traduit par une rotation à l'unisson des moments magnétiques. Cette hypothèse est en général vérifiée si H_B est assez grand. La densité d'énergie libre totale est la somme de l'énergie d'anisotropie magnétique $E_a(\alpha)$, à priori non connue, et de l'énergie Zeeman ($\vec{M} \cdot (\vec{H}_L + \vec{H}_B)$). En utilisant les angles α , θ définis par rapport à un axe de référence arbitraire et $\beta = \frac{\pi}{2} - \theta - \alpha$ (voir figure A.4-b), l'énergie totale s'écrit :

$$E = E_a(\alpha) - M_S H_L \sin(\beta) - M_S H_B \cos(\beta) \quad (\text{A.31})$$

où M_S est l'aimantation à saturation. Pour un champ $H = \vec{H}_L + \vec{H}_B$, on peut déterminer la position du vecteur aimantation $\vec{M}$ qui correspond à un minimum d'énergie :

$$\frac{\partial E_a(\alpha)}{\partial \alpha} = 0 \quad \Rightarrow \quad \frac{\partial E_a(\alpha)}{\partial \alpha} - M_S H_L \frac{\partial \sin(\beta)}{\partial \alpha} - M_S H_B \frac{\partial \cos(\beta)}{\partial \alpha} = 0 \quad (\text{A.32})$$

qui permet d'écrire l'équation paramétrique de $M_L(H_L)$ pour un champ transverse H_B donné :

$$\begin{cases} H_L = \frac{1}{M_S \cos \beta} \times \frac{\partial E_a(\frac{\pi}{2} - \theta - \beta)}{\partial \theta} + H_B \tan(\beta) \\ M_L = M_S \sin \beta \end{cases} \quad (\text{A.33})$$

Dans la suite, nous allons nous intéresser plus particulièrement aux solutions autour de $\beta = 0$. C'est la partie du cycle $M_L(H_L)$ autour de $M_L = 0$ qui est, dans notre cas, la composante de l'aimantation sur l'axe de balayage (H_L) mesurée par MOKE en configuration Kerr longitudinale, en 1^{er} approximation (rotation Kerr $\vartheta \propto M_L$). Pour un champ transverse H_B assez intense dans la direction $\pi/2 - \theta$, il existe une solution particulière $\beta = 0$ qui minimise l'énergie totale. La valeur du champ H_L associée à cette solution particulière est notée $\Delta H = H_L(M_L = 0)$:

$$\Delta H = H_L(M_L = 0) = \frac{1}{M_S} \frac{\partial E_a(\frac{\pi}{2} - \theta)}{\partial \theta} \quad (\text{A.34})$$

Le champ ΔH correspond au couple, normalisé par l'aimantation à saturation M_S , exercé par l'échantillon sur le vecteur $\vec{M}$ aligné avec $\vec{H}_B$. Lorsque H_L est balayé autour de ΔH l'aimantation reste pratiquement alignée avec H_B , β est très petit, ce

qui permet d'effectuer un développement de Taylor et donne la position d'équilibre pour une combinaison d'un champ H_L variable et H_B imposé :

$$H_L(m_L \approx 0) = \left[H_B + \frac{1}{M_S} \frac{\partial^2 E_a(\frac{\pi}{2} - \theta)}{\partial \theta^2} \right] m_L + \frac{1}{M_S} \frac{\partial E_a(\frac{\pi}{2} - \theta)}{\partial \theta} \quad (\text{A.35})$$

avec m_L l'aimantation longitudinale normalisée par M_S .

Le critère de stabilité du minimum d'énergie autour de $\beta = 0$:

$$\left(\frac{\partial^2 E}{\partial \alpha^2} \right)_{\beta=0} = \frac{\partial^2 E_a(\frac{\pi}{2} - \theta)}{\partial \theta^2} + M_S H_B > 0 \quad (\text{A.36})$$

est vérifiée si le champ statique H_B est supérieur au champ d'anisotropie $H_{anis} = \text{Max} \left| \frac{1}{M_S} \frac{\partial^2 E_a(\theta)}{\partial \theta^2} \right|$. L'équation A.35 de H_L est une fonction linéaire de m_L autour de $m_L = 0$. La pente χ^{-1} et l'intersection ΔH de la courbe $H_L(m_L)$ avec l'axe du champ de balayage correspondent respectivement à la susceptibilité inverse initiale et au couple, toutes deux en unité de champ (Oe)

$$\begin{cases} \chi^{-1}(\theta) = H_B + \frac{1}{M_S} \frac{\partial^2 E_a}{\partial \theta^2}(\frac{\pi}{2} - \theta) \\ \Delta H(\theta) = \frac{1}{M_S} \frac{\partial E_a}{\partial \theta}(\frac{\pi}{2} - \theta) \end{cases} \quad (\text{A.37})$$

Pour un angle θ la mesure de m_L en fonction de H_L , en présence d'un champ perpendiculaire H_B permet de déterminer ΔH et χ^{-1} respectivement proportionnels à la dérivée première et seconde de l'énergie d'anisotropie magnétique dans le plan d'une couche. Pour une série de mesures de ΔH et χ^{-1} effectuée à différents angles polaires θ une analyse de Fourier de des quantités $\Delta H(\theta)$ et $\chi^{-1}(\theta)$, permet de déterminer l'amplitude A_m (coefficient d'anisotropie) et la phase θ_m (position de l'axe de facile aimantation) correspondant aux contributions de symétrie d'ordre m ($2\pi/m$) (cf .A.1.2.c page 120).

Cette méthode de détermination de la fonction d'énergie d'anisotropie ne nécessite aucune hypothèse préalable sur les contributions éventuelles à $E_a(\theta)$. Un avantage supplémentaire est le fait d'amplifier m fois les contributions de symétrie $2\pi/m$ plus élevée par la mesure de la dérivée seconde (χ^{-1}) qui sont généralement plus faibles que les contributions de symétrie plus basse, et donc plus difficilement mesurable. De plus en appliquant la méthode du champ tournant décrite précédemment (A.3.1 page 129) le signal magnéto-optique Kerr est corrigé de toutes les contributions non linéaires en aimantation, ce qui est important pour obtenir une bonne précision des mesures [142]. L'ensemble de cette méthode que j'ai développé au laboratoire avec l'aide de G. Gewinner porte le nom de «**TBIIST**» pour «**T**ransverse **B**ias **I**nitial **I**nverse **S**usceptibility». Une expérience «TBIIST» faite typiquement avec 36 angles de mesure (12 orientations du champ pour chaque angle), dure 3 heures et donne, outre la fonction $E_a(\theta)$, l'ensemble des contributions au signal magnéto-optique.

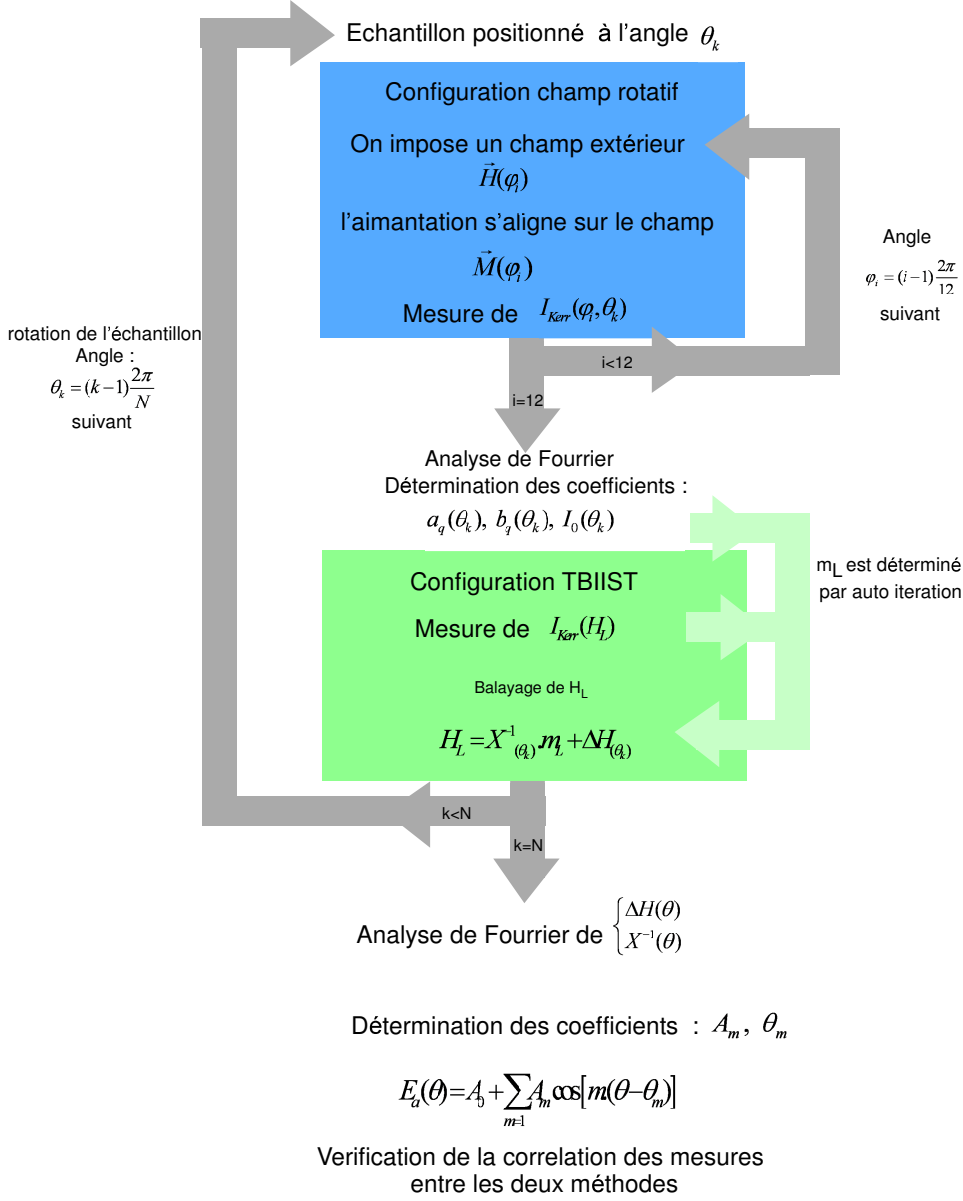


FIG. A.7 – Synoptique de la méthode de mesure *TBIIST*

A.3.2.b Exemple de mesure TBIIST

La contribution dominante au signal Kerr est la contribution linéaire en aimantation : a_0^1 les autres contributions au signal MO dans nos couches de Fe sont typiquement inférieures à 15%, pour un angle d'incidence du faisceau laser de $\approx 40^\circ$, dans le cas de la mesure de la rotation Kerr ϑ . Les mesures en ellipticité kerr ϵ sont en général plus sensibles aux contributions non linéaires en aimantation, qui peuvent même représenter plus de 50% du signal MO. Pour les mesures TBIIST, l'acquisition du signal se fera en rotation Kerr de façon à minimiser les signaux indésirables.

Sur la figure A.8 on constate l'effet de la correction sur la mesure de χ^{-1} et ΔH indispensable à une détermination précise des amplitudes A_m et des phases θ_m .

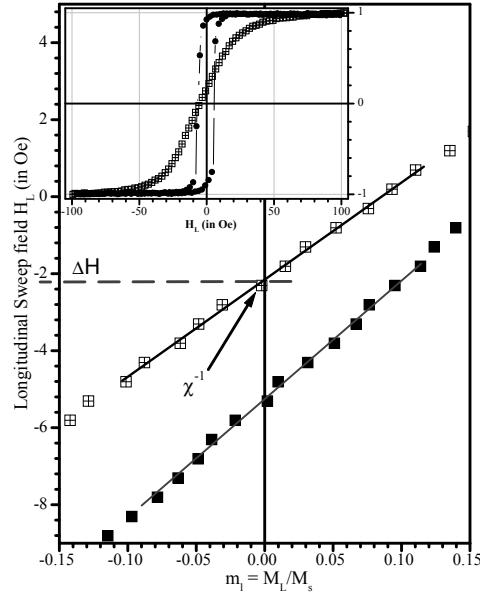
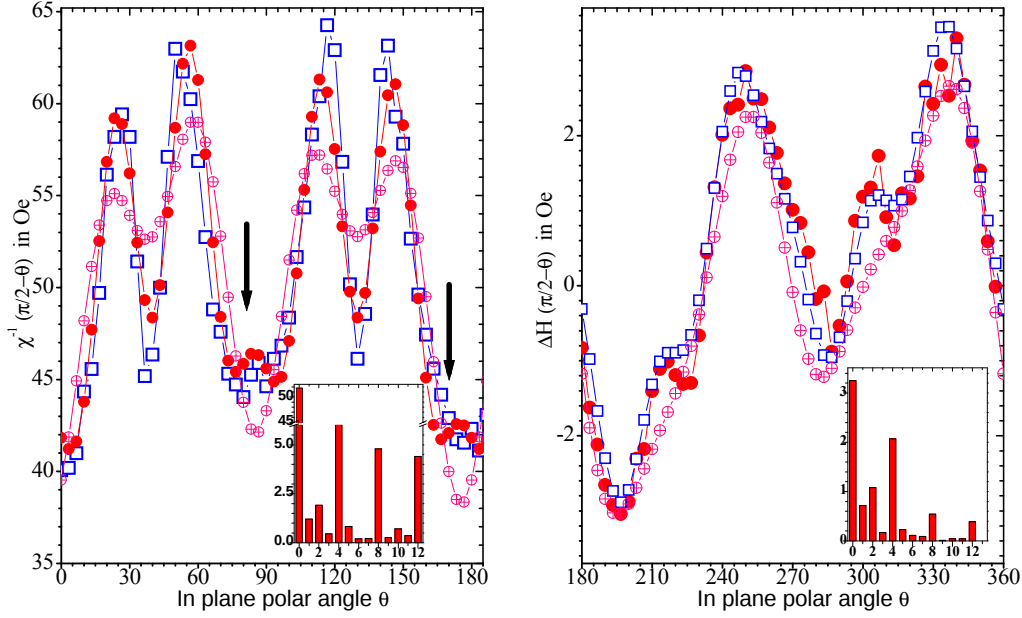


FIG. A.8 – Agrandissement de la variation linéaire de $H_L(m_L)$ autour de $m_L = 0$ en effectuant toute les corrections nécessaires (droite $\boxplus$) et sans aucune correction des signaux quadratiques et de type polaires (symboles $\blacksquare$). Les courbes ont été obtenues sur un film épitaxié de 90 MC Fe/Si(111). Un champ transverse de 30 Oe a été appliqué perpendiculaire au champ de balayage qui coïncide avec la direction $[\bar{1}2\bar{1}]$. Dans le coin supérieur gauche est représenté le cycle d'hystérésis complet pour $H_B = 0$ Oe (symboles $\bullet$) et pour $H_B = 30$ Oe (symboles $\boxplus$)

Un exemple de mesure TBIIST ($\Delta H(\theta)$ et $\chi^{-1}(\theta)$) pour une couches minces de 1.7 nm de Fe épitaxié sur Si(001) est donnée sur la figure A.9. Cette exemple illustre la potentialité de la méthode TBIIST où les contributions d'anisotropie magnétique d'ordre 12 sont résolues. La figure A.10 donne les simulations des différentes contributions à l'énergie d'anisotropie magnétique (magnéto-cristalline, uniaxiale) à partir des constantes d'anisotropie déterminées expérimentalement.



(a) Mesure expérimentale de χ^{-1} en fonction de θ : symboles $\square$. $\theta = 0^\circ$ correspond à la direction $\langle 100 \rangle_{Fe}$. On distingue les 4 pics principaux en $\theta \cong 30^\circ$, $\cong 60^\circ$, $\cong 120^\circ$ et $\cong 150^\circ$ et deux maxima secondaires situés à $\theta \cong 90^\circ$ et $\cong 180^\circ$ et indiqués par des flèches. L'histogramme représente les amplitudes des contributions $m^2 \times A_m$ de symétrie $2\pi/m$ déterminées à partir de l'analyse de Fourier de $\chi^{-1}(\theta)$

(b) Mesure expérimentale de ΔH en fonction de θ (symboles $\circ$) correspondant à la dérivée première de $E_a(\theta)$. Les oscillations d'ordre supérieures sont moins accentuées que sur la dérivée seconde χ^{-1} ci-contre. L'histogramme représente les amplitudes des contributions $m \times A_m$ de symétrie $2\pi/m$.

FIG. A.9 – Exemple de données TBIIST mesurées sur une couche mince de 20 MC de Fe (1.7 nm) épitaxiée sur Si(001) ($\square$). Les courbes en rouge correspondent à la simulation à partir des amplitudes A_m obtenues par décomposition de Fourier de $\chi^{-1}(\theta)$ et $\Delta H(\theta)$ mesurés. $\oplus$ et $\bullet$ correspondent respectivement aux spectres de Fourier pour $m \leq 8$ et $m \leq 12$. Pour cet échantillon : $K_U/M_S = 25.47$ Oe ($K_U = 0.44 \times 10^5$ erg/cm³), $K_1/M_S = 33.55$ Oe ($K_1 = 0.57 \times 10^5$ erg/cm³), $K_3/M_S = -43.29$ Oe ($K_3 = -0.74 \times 10^5$ erg/cm³) et $K_7/M_S = 40.22$ Oe ($K_7 = 0.69 \times 10^5$ erg/cm³). Pour les valeurs de K_n positives (négatives), l'axe de facile aimantation associé correspond à une direction $[100]$ ($[110]$).

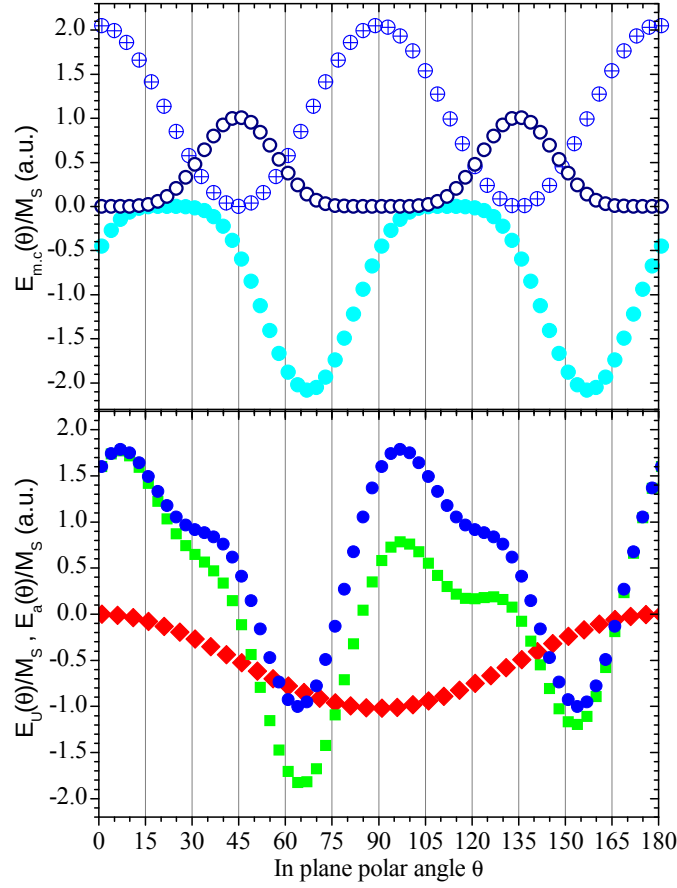


FIG. A.10 – Simulations des différentes contributions à la densité d'énergie d'anisotropie magnétique $E_a(\theta)/M_S$ (■) d'un film mince de 20 MC (1.7 nm) de Fe sur Si(001) réalisées à partir des constantes d'anisotropie K_n et des phases θ_n déterminées par TBIIST. Les courbes expérimentales sont celles données sur la figure A.9. L'angle polaire $\theta = 0$ correspond à la direction $[100]_{Fe}$.

* La contribution uniaxiale E_U/M_S est représentée par ♦ sur le graphe du bas.

* La densité d'énergie magnéto-cristalline totale (● graphe du bas) qui est la somme des contributions magnéto-cristalline (K_n) de symétrie $2\pi/m$ dont chacune est tracée séparément sur le graphe du haut :

- $m = 4 \mapsto n = 1 : (K_1)$ symbole ⊕
- $m = 8 \mapsto n = 3 : (K_3)$ symbole ●
- $m = 12 \mapsto n = 7 : (K_7)$ symbole ○.

Annexe B

Production Scientifique

Sommaire

B.1 Publications	138
B.1.1 Liste des Publications	138
B.2 Communications	141
B.2.1 Communications Orales Invitées	141
B.2.2 Communications Orales – Ecoles	141
B.2.3 Communications Orales	141
B.2.4 Communications «Poster»	142
B.2.4.a Congrès-Colloques internationaux	142
B.2.4.b Congrès-Colloques nationaux	145
B.3 Participation à GDR et des Journées d'étude	148
B.4 Participation à des Ecoles	149

B.1 Publications

B.1.1 Liste des Publications

- [P.1] *Fe_xNi_{100-x} nanometric films deposited by laser ablation on SiO₂/Si substrates.*
D. Berling, A. P. Caricato, E. Denys, M. Fernandez, G. Leggieri, S. Luby, A. Luches M. Martino, P. Mengucci
Applied Surface Science, Acceptée pour publication en Nov. 2006.
- [P.2] *Origin of the magnetic anisotropy in ferromagnetic layers deposited at oblique incidence.*
J. L. Bubendorff, S. Zabrocki, G. Garreau, S. Hajjar, R. Jaafar, **D. Berling**, A. Mehdaoui, C. Pirri, G. Gewinner
Europhysics Letters, Vol. 75 (1), (2006), 119-125.
- [P.3] *Strain state in bcc Fe films grown on Si(111).*
R. Stephan, S. Zabrocki, P. Wetzel, **D. Berling**, A. Mehdaoui, J.L. Bubendorff, G. Garreau, C. Pirri, G. Gewinner, N Boudet, J.F. Berer.
Surface Science, Vol. 600, (2006), 3003-3007.
- [P.4] *Accurate measurement of the in plane magnetic anisotropy energyfunction Ea(θ) in ultra-thin films by magneto-optics.*
D. Berling, S. Zabrocki, R. Stephan, A. Mehdaoui, P. Wetzel, D. Bolmont, and G. Gewinner.
Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 297, (2006), 118-140.
- [P.5] *In-plane uniaxial magnetic anisotropy induced by manipulating the nano-roughness of thin Fe layers on Si(111) with a Si capping layer.*
R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, D. Bolmont, G. Gewinner, P. Wetzel, S. Zabrocki, S. Hajjar, G. Garreau, J.L. Bubendorff, C. Pirri
Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 293, (2005), 746-753.
- [P.6] *Growth and magnetic anisotropies of Fe films deposited on Si(111) using an ultrathin iron silicide template.*
G. Garreau, S. Hajjar, J.L. Bubendorff, and C.Pirri, **D. Berling**, A. Mehdaoui, R. Stephan, P. Wetzel, S. Zabrocki, and G. Gewinner.
S. Boukari and E. Beaurepaire.
Physical Review B, Vol. 71, (2005), 094430.
- [P.7] *Structure of Clean and H-satured epitaxial two-dimensional Er Silicide on Si(111) studied by EXAFS.*
M.H. Tuillier, C. Pirri, **D. Berling**, D. Bolmont, G. Gewinner and P. Wetzel.
Surface Science, Vol. 555, (2004), 94-100.
- [P.8] *Sixth order contribution to the cubic anisotropy in Fe(111) thin films on Si(111).*
M. Kak, R. Stephan, **D. Berling**, A. Mehdaoui, D. Bolmont, G. Gewinner and P. Wetzel.
Surface Science, Vol. 566-568, (2004), 278-284.
- [P.9] *Magnetic anisotropy versus morphology in Fe films deposited on ultrathin iron silicide.*
G. Garreau, J.L. Bubbendorff, S. Hajjar, and C. Pirri **D. Berling**, S. Zabrocki, A. Mehdaoui, R. Stephan, P. Wetzel and G. Gewinner.
Physic Status Solidi C, Vol. 1, No.12 (2004) 3726-3730.
- [P.10] *Strain determination in ultrathin bcc Fe layers on Si(001).*
P. Wetzel, P. Bertoncini, **D. Berling**, A. Mehdaoui, B. Loegel, J. C. Peruchetti, G. Gewinner,

- V. Pierron-Bohnès, J. F. Béarar, H. Renevier.
Physical Review B, Vol.65, (2002), 155425.
- [P.11] *Growth of ultrathin Fe_xCo_{1-x} alloys films on Si(001) : Stabilization of metastable bcc Co.*
P. Wetzel, P. Bertoncini, **D. Berling**, A. Mehdaoui, B. Loegel, D. Bolmont, G. Gewinner, C. Ulhap-Bouillet, V. Pierron-Bohnès.
Surface Science, Vol. 499, (2002), 210-218.
- [P.12] *Evidence of ternary $Co_{1-x}Fe_xSi_2$ phase with a CaF_2 -type structure. A High Resolution Transmission Electron Microscopy and Diffraction Anomalous fine Structure study.*
O. Ersen, C. Ulhap-Bouillet, M.H. Tuillier, **D. Berling**, P. Bertoncini, M. Gailhamou, D. Thiaudière V. Pierron-Bohnès, C. Pirri.
Applied Physics Letters, Vol. 81, (2002), 2346-2348.
- [P.13] *Epitaxial Stabilised CaF_2 -type Ternary $Co_{1-x}Fe_xSi_2$ Silicides on Si(111) : DAFS and HRTEM Mesurments.*
O. Ersen, C. Ulhap-Bouillet, M.H. Tuillier, **D. Berling**, P. Bertoncini, M. Gailhamou, D. Thiaudière, V. Pierron-Bohnès, C. Pirri.
Applied Surface Science, Vol.188, (2002), 146-150.
- [P.14] *Magnetization reversal mechanisms in epitaxial Fe/Si(001) layers with twofold and Fourfold magnetic anisotropies.*
D. Berling, P. Bertoncini, A. Mehdaoui, P. Wetzel, G. Gewinner, B. Loegel.
Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 237, (2001), 181-190.
- [P.15] *Magnetic anisotropy of epitaxial Fe layers grown on Si(001).*
P. Bertoncini, **D. Berling**, P. Wetzel, A. Mehdaoui, B. Loegel, G. Gewinner, R. Poinot and V. Pierron-Bohnès.
Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 237, (2001),191-205.
- [P.16] *Magnetic properties in epitaxial binary iron and ternary iron-cobalt silicide thin films grown on Si(111).*
D. Berling, P. Bertoncini, M.C. Hanf, A. Mehdaoui, C. Pirri, P. Wetzel, G. Gewinner and B. Loegel.
Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 212, (2000), 323-336.
- [P.17] *Epitaxial magnetic Fe layers grown on Si(100) by means of a template method.*
P. Bertoncini, **D. Berling**, P. Wetzel, A. Mehdaoui, B. Loegel, G. Gewinner, C. Ulhap-Bouillet and V. Pierron-Bohnès.
Surface Science, Vol. 454-456, (2000), 755-760.
- [P.18] *Magnetic properties of epitaxial $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ films grown on Si(111).*
D. Berling, G. Gewinner, M.C. Hanf, K. Hricovini, S. Hong, B. Loegel, A. Mehdaoui, C. Pirri, M. H. Tuillier and P. Wetzel.
Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 191, (1999), 331-338.
- [P.19] *Epitaxial growth of Fe(001) on $CoSi_2(001)/Si(001)$: Structural and electronic properties.*
P. Bertoncini, P. Wetzel, **D. Berling**, G. Gewinner, C. Ulhap-Bouillet and V. Pierron-Bohnès.
Physical Review B, Vol. 60, (1999), 11123-11130.
- [P.20] *Magnetic properties of high quality superconducting laser ablated thin films.*
D. Berling, S. Acquaviva, A. Del Vecchio, G. Leggieri, B. Loegel, A. Luches, A. Mehdaoui, L. Tapfer.
Superlattices and Microstructures, Vol. 23, N°6, (1998), 1343-1346

- [P.21] *The influence of texturing through zone melting or hot pressing under magnetic fields on the magnetic susceptibility of high temperature superconducting ceramics.*
A. Mehdaoui, J. Beille, **D. Berling**, D. Bourgault, B. Loegel, J. G. Noudem, L. Porcar, R. Tournier.
Superlattices and Microstructures, Vol. 23, N°5, (1998), 1161-1164.
- [P.22] *Epitaxy of thin ternary $\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Si}_2$ silicide films on Si(111).*
L. Khouchaf, **D. Berling**, V. Pierron-Bohnès, C. Pirri, S. Hong, P. Wetzel, G. Gewinner, M. H. Tuilier, S. Lefebvre and R. Cortes.
Mechanisms and Principles of Epitaxial Growth in Metallic Systems,
Ed : L.T. Wille, C.P. Burmester, K. Terakura, G. Comsa and E.D. William,
Mater. Res. Soc. Symp. Proc. N°528 (1998), 75-82.
- [P.23] *Caractérisation des composites supraconducteurs par susceptibilité complexe.*
D. Berling, A. Mehdaoui, B. Loegel, L. Richard, et J. Rabier.
J. Phys. IV France, Vol. 8, (1998), 57-61.
- [P.24] *Investigation of intra - and intergranular coupling of ferroelectric - superconducting composites $\text{Pb}_2\text{ScTaO}_6$ - $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.*
D. Berling, A. Mehdaoui, B. Loegel, S. Regnier, C. Caranoni and J. Marfaing.
Superconductor Science and Technology, Vol. 11, (1998), 1292-1299.
- [P.25] *AC irreversibility line of Bismuth based high temperature superconductors.*
A. Mehdaoui, J. Beille, **D. Berling**, B. Loegel, J. G. Noudem and R. Tournier.
Journal of Material Reseach, Vol. 12 N°8, (1997), 2226.
- [P.26] *AC Susceptibility measurements of films with different structural qualities.*
D. Berling, A. Mehdaoui, B. Loegel, G. Leggieri, M. Luisa de Giorgi, A. Luches, A. Del Vecchio, L. Tapfer.
Journal of Alloys and Compounds, Vol. 251, (1997), 179-184.
- [P.27] *AC susceptibility of HTSC in the low field limit.*
D. Berling, D. Bolmont, B. Loegel and A. Mehdaoui.
Solid State Communications, Vol. 97 N°8, (1996), 731-735.
- [P.28] *Superconducting properties of epitaxial laser ablated thin films.*
D. Berling, A. Del Vecchio, G. Leggieri, B. Loegel, A. Luches, A. Mehdaoui and L. Tapfer.
Solid State Communications, Vol. 97 N°8, (1996), 657-661.
- [P.29] *Complex susceptibility of superconducting BiPbSrCaCuO ceramics fabricated through combined magnetic melt texturing and hot pressing.*
D. Berling, J. Beille, B. Loegel, A. Mehdaoui, J. G. Noudem and R. Tournier.
Superconductor Science and Technology Vol. 9, (1996), 205-210.
- [P.30] *Reactive laser deposition of YBaCuO and ErBaCuO films.*
D. Berling, A. Del Vecchio, S. Acquaviva, D. Bolmont, G. Leggieri, B. Loegel, M. Luisa de Giorgi, A. Luches, A. Mehdaoui and L. Tapfer.
Applied Surface Science, Vol. 96-98, (1996), 739-743.
- [P.31] *Slow laser deposition of high quality $\text{ErBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ thin films.*
A. Del Vecchio, L. Tapfer, **D. Berling**, B. Loegel, G. Leggieri, A. Luches, S. Acquaviva.
Journal of Vacuum Science and Technology A, Vol. 14, N°5, (1996), 2854.

- [P.32] *Activation energies in superconducting High Temperature Ceramics.*
A. Mehdaoui, **D. Berling**, D. Bolmont and B. Loegel.
Material Science and Engineering B, Vol. 34, (1995), 132-137.
- [P.33] *A comparative study of intergranular pinning Strengths in high temperature superconductors.*
D. Berling, D. Bolmont, A. Mehdaoui and B. Loegel.
Physica C, Vol. 235 (1994) 2737-2738
- [P.34] *Low field ac susceptibility in Hg-1223 polycrystals.*
D. Berling, E. V. Antipov, J. J. Caponi, M. F. Gorius, B. Loegel, A. Mehdaoui, J. L. Tholence.
Physica C, Vol.225 (1994) 212-217.

B.2 Communications

B.2.1 Communications Orales Invitées

- [CI.1] *Croissance de couches minces de fer épitaxiées sur silicium (001) - Propriétés magnétiques.*
D. Berling – 45 minutes
15^{ème} Journées Surfaces - Interfaces (JSI 2001) – Thème Magnétisme, 25–26 Janvier 2001, Rennes (France)

B.2.2 Communications Orales – Ecoles

- [CE.1] *Magneto-optical Kerr effect of thin epitaxial magnetic Fe layers grown on Si(111) : Fine analysis of the different contributions to the signal.*
D. Berling – 1 heure
International School of Solid State Physics, 33rd course : EPItaxy and OPTics and Semiconductors (EPIOPTICS 8), 20–26 Juillet 2004, Erice - Sicile (Italie)

B.2.3 Communications Orales

- [CO.1] *Is the Surface Roughness the Main Origin of the Uniaxial Magnetic Anisotropy Induced in Ferromagnetic Thin Films Deposited at Oblique Incidence ?*
J.L. Bubendorff, S. Zabrocki, **D. Berling**, G. Garreau, S. Hajjar, R. Jaafar, A. Mehdaoui, C. Pirri, G. Gewinner.
International Conference on Nanoscience and Technology : NANO9 meets STM06 (ICN&T2006), 30 Juillet-4 Août 2006, Bâle (Suisse).
- [CO.2] *Growth and magnetic properties of Co-2MnSi Heusler alloy thin films on Si(001).*
R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, S. Zabrocki, P. Wetzel, G. Gewinner, G. Garreau, J.L. Bubendorff, C. Pirri.
24th European Conference on Surface Science (ECOSS 24), 4-8 Septembre 2006, Paris.
- [CO.3] *Modifying the magnetic properties by manipulating the surface morphology in the Fe/Si(111) and Fe/Si(001) systems.*
R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, S. Zabrocki, P. Wetzel, G. Gewinner, G. Garreau, J.L. Bubendorff, C. Pirri.
24th European Conference on Surface Science (ECOSS 24), 4-8 Septembre 2006, Paris.

- [CO.4] *Corrélation entre propriétés magnétiques et morphologies de surfaces.*
D. Berling
Journée Nanostructure , 26 Mai 2005, Mulhouse (France).
- [CO.5] *Effect of oblique evaporation onto morphology and magnetic anisotropy in iron films deposited on ultrathin iron silicides.*
J.L. Bubendorff, G. Garreau, S. Zabroki, S. Hajjar, **D. Berling**, A. Mehdaoui, G. Gewinner, C. Pirri.
European Materials Research Society - E-MRS 2005 Spring meeting, Symposium B : Spintronics, 31 Mai- 3 Juin 2005, Strasbourg (France).
- [CO.6] *Growth and spin reorientation transition in thin iron films.*
G. Garreau, J.L. Bubendorff, S. Hajjar, **D. Berling**, A. Mehdaoui, S. Zabrocki, G. Gewinner and P. Pirri
8th International Conference on the Structure of Surface, 18-22 Juillet 2005, Munich (Allemagne).
- [CO.7] *Epitaxial magnetic Fe layers grown on Si(001) by means of a template method.*
P. Bertocini, **D. Berling**, P. Wetzel, A. Mehdaoui, B. Loegel, G. Gewinner, C. Ulhaq-Bouillet, V. Pierron-Bohnès.
European Materials Research Society - E-MRS 2000 Spring meeting
Symposium F : Epitaxial nanometer, Juin 2000, Strasbourg (France).
- [CO.8] *Epitaxie d'aliages $Fe_{1-x}Co_x$ BCC sur Si(001).*
P. Wetzel, P. Bertocini, **D. Berling**, G. Gewinner, C. Ulhaq-Bouillet, V. Pierron-Bohnès.
7ème Journée de la Matière Condensée (JMC7 2000), 29 Août - 1 Septembre 2000, Poitiers (France)
Minicolloque 2 : Physique de la croissance et ordre dans les couches minces.

B.2.4 Communications «Poster»

B.2.4.a Congrès-Colloques internationaux

- [CI.1] *Fe_xNi_{100-x} nanometric films deposited by laser ablation on SiO_2/Si substrates.*
G. Leggieri, **D. Berling**, A. P. Caricato, E. Denys, M. Fernandez, S. Luby, A. Luches M. Martino, P. Mengucci
5th International Conference on Photo-Excited Processes and Applications (5-ICPEPA), 3-7 Septembre 2006, Charlottesville (Virginia - USA).
- [CI.2] *Origin of the uniaxial magnetic anisotropy induced in ferromagnetic thin films deposited at oblique incidence.*
J.L. Bubendorff, S. Zabrocki, **D. Berling**, G. Garreau, S. Hajjar, A. Mehdaoui, R. Jaafar, C. Pirri, G. Gewinner.
24th European Conference on Surface Science (ECOSS 24), 4-8 Septembre 2006, Paris.
- [CI.3] *Accurate measurement of the in-plane magnetic anisotropy energy function in ultra thin films by magneto-optics.*
R. Stephan, **D. Berling**, A. Mehdaoui, S. Zabrocki, P. Wetzel, G. Gewinner.
24th European Conference on Surface Science (ECOSS 24), 4-8 Septembre 2006, Paris.

- [CI.4] *Strain state in bcc Fe films grown on Si(111).*
R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, P. Wetzel, G. Gewinner, S. Zabrocki, G. Garreau, J.L. Bubendorff, C. Pirri, N Boudet, J.F. Berer.
24th European Conference on Surface Science (ECOSS 24), 4-8 Septembre 2006, Paris.
- [CI.5] *Effect of oblique evaporation onto morphology and magnetic anisotropy in iron films deposited on ultrathin iron silicides.*
J.L. Bubendorff, G. Garreau, S. Zabrocki, S. Hajjar, **D. Berling**, A. Mehdaoui, G. Gewinner, C. Pirri.
European Materials Research Society - E-MRS 2005 Spring meeting, Symposium B : Spintronics, 31 Mai- 3 Juin 2005, Strasbourg (France).
- [CI.6] *Control of the magnetic anisotropy in thin Fe films by geometry deposition.*
J.L. Bubendorff, G. Garreau, S. Hajjar, **D. Berling**, A. Mehdaoui, S. Zabrocki, G. Gewinner, C. Pirri.
23th European Conference on Surface Science (ECOSS 23), 4-9 Septembre 2004, Berlin (Allemagne).
- [CI.7] *Magnetic anisotropy versus morphology in Fe films deposited on ultrathin iron silicide.*
G. Garreau, J.L. Bubendorff, S. Hajjar, and C. Pirri
D. Berling, S. Zabrocki, A. Mehdaoui, R. Stephan, P. Wetzel and G. Gewinner.
Second Seeheim Conference on Magnetisme, 27 Juin – 1 Juillet 2004, Seeheim (Allemagne).
- [CI.8] *Anisotropie magnétocristalline et uniaxial de couches minces de Fe épitaxiés sur Si(111) et Si(001).*
R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, D. Bolmont, G. Gewinner and P. Wetzel.
Trends in Materials and Nanosciences, 1-3 Octobre 2003, Strasbourg. (France)
- [CI.9] *Magnetic Anisotropies versus Morphology in Fe films deposited on ultra thin Iron Silicides.*
G. Garreau, S. Hajjar, J.L. Bubendorff, **D. Berling**, A. Mehdaoui, D. Bolmont, G. Gewinner and C. Pirri.
Trends in Materials and Nanosciences, 1-3 Octobre 2003, Strasbourg (France).
- [CI.10] *Diffraction Anomalous Fine Structure.*
V. Pierron-Bohnès, O. Ersen, C. Ulhaq-Bouillet, M. Gailhanou, H. Renevier, A. Marty, D. Haley, C. Pirri, M. H. Tuillier, **D. Berling**
Trends in Materials and Nanosciences, 1-3 Octobre 2003, Strasbourg (France).
- [CI.11] *Sixth-order contribution to the cubic anisotropy in epitaxial Fe(111) thin film grown on Si(111).*
M. Kak, R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, D. Bolmont, G. Gewinner and P. Wetzel.
22th European Conference on Surface Science (ECOSS 22), 7-13 Septembre 2003, Prague (République Tchèque).
- [CI.12] *DAFS experiments in CoFeSi and CoPt alloy layers.*
O. Ersen, c. Ulhaq-Bouillet, M.C. Cadeville, V. Pierron-Bohnès, C. Pirri, M. H. Tuillier, **D. Berling**, M. Gailhamou, R. Renivier, A. Marty, B. Gilles, D. Halley.
European Materials Research Society - E-MRS 2002 Spring meeting, Symposium M : Stress and strain in heteroepitaxy, 18-21 Juin 2002, Strasbourg (France).
- [CI.13] *Crystallographic structure of ternary silicide nanocrystallites in thin films epitaxy on Si(111) : A DAFS and HRTEM Study.*

- O. Ersen, V. Pierron-Bohnès, C. Ulhaq-Bouillet, C. Pirri, M. H. Tuillier, **D. Berling**, M. Gailhamou, D. Thiaudière.
Conference on Nanometer-Scale Science and Technology and 21st European Conference on Surface Science (NANO-7/ECOSS-21) : Diffusion and Growth, 24-28 Juin 2002, Malmö (Sweden).
- [CI.14] *Role of strain in the magnetic anisotropy of Fe films epitaxially grown on Si(001).*
P. Bertoncini, P. Wetzel, A. Mehdaoui, B. Loegel, **D. Berling**, G. Gewinner, V. Pierron-Bohnès, H. Renevier and J. F. Béar.
European Materials Research Society - E-MRS 2001 Spring meeting, 5-8 Juin 2001, Strasbourg (France).
- [CI.15] *Epitaxy stabilized CaF₂-type ternary Co_xFe_{1-x}Si₂ Silicides on Si(111) - DAFS and HRTEM Measurements.*
O. Ersen, V. Pierron-Bohnès, C. Ulhaq-Bouillet, C. Pirri, M. H. Tuillier and **D. Berling**.
European Materials Research Society - E-MRS 2001 Spring meeting, Symposium M : Stress and strain in heteroepitaxy, 5-8 Juin 2001, Strasbourg (France).
- [CI.16] *DAFS Study of ternary Cobalt and Iron silicides epitaxied on Si(111).*
O. Ersen, V. Pierron-Bohnès, C. Pirri, M. H. Tuillier, **D. Berling**, M. Gailhanou.
European Materials Research Society - E-MRS 2001 Spring meeting, Symposium D : Second international conference on silicon epitaxy and heterostructure, 5-8 Juin 2001, Strasbourg (France).
- [CI.17] *DAFS Study of ternary Cobalt and Iron silicides epitaxied on Si(111).*
O. Ersen, C. Ulhaq-Bouillet, C. Pirri, M. H. Tuillier, **D. Berling**, P. Bertoncini M. Gailhanou, D. Thiaudière and V. Pierron-Bohnès.
Conférence sur la diffusion réactive DIFTRANS 2001, Juin 2001 (Ukraine)
- [CI.18] *Rotation of in plane magnetic anisotropie of epitaxial bcc Fe on Si(001).*
P. Bertoncini, P. Wetzel, **D. Berling**, A. Mehdaoui, B. Loegel, D. Bolmont, G. Gewinner.
Condensed Matter Division de la Société Européenne de Physique (EPS - CMD18), 13-17 Mars 2000, Montreux (Suisse).
- [CI.19] *Epitaxial magnetic Fe layers grown on Si(001) by means of a template method.*
P. Bertoncini, **D. Berling**, P. Wetzel, C. Pirri, A. Mehdaoui, B. Loegel, G. Gewinner, C. Ulhaq-Bouillet, V. Pierron-Bohnès.
European Conference on Surface Science (ECOSS-18) : Diffusion and Growth, 21-24 Septembre 1999, Vienne (Autriche).
- [CI.20] *Magnetic properties of epitaxial Fe_{1+x}Si_{1-x} films grown on Si(111).*
D. Berling, P. Wetzel, C. Pirri, S. Hong, M.C. Hanf, A. Mehdaoui, B. Loegel, M. H. Tuillier and G. Gewinner.
17th General Conference of the Condensed Matter Division de la société Européenne de Physique (CDM 17 - EPS), 24-28 Août 1998, Grenoble (France).
- [CI.21] *Epitaxy of thin ternary Fe_xCo_{1-x}Si₂ silicide films on Si(111).*
L. Khouchaf, **D. Berling**, V. Pierron-Bohnès, C. Pirri, S. Hong, P. Wetzel, G. Gewinner, M. H. Tuillier, and R. Cortes.
Materials Research Society Spring Meeting (MRS 98), 13-17 Avril 1998, San Fransisco-Ca (USA).
- [CI.22] *Electrical and magnetic study of the Isolating - Superconducting transition of PbScTaO - YBaCuO composites.*
S. Regnier, C. Caranoni and J. Marfaing, **D. Berling**, B. Loegel, A. Mehdaoui, B. Czyzak,

B. Andrejewski, J. Stankowski and B. Hilczer
XIII^{ème} Séminaire : " Structural and Ferroelectric Phase Transitions ", 13-18 Mai 1998, Liblice (Rép. Tchèque).

- [CI.23] *Correlation between laser ablated superconducting films and ac susceptibility.*
D. Berling, A. Del Vecchio, A. Mehdaoui, G. Leggieri, M. Luisa de Giorgi, A. Luches, L. Tapfer, B. Loegel.
European Materials Research Society, E-MRS 1996 Spring meeting - Symposium F : High Temperature Superconducting Thin Films : Growth Mechanisms - Interfaces -Multilayers, 4-7 Juin 1996, Strasbourg (France).
- [CI.24] *Magnetic properties of high quality superconducting laser ablated thin films.*
D. Berling, S. Acquaviva, A. Del Vecchio, G. Leggieri, B. Loegel, A. Luches, A. Mehdaoui, L. Tapfer.
5th World Congres on Superconductivity. 7-11 Juillet 1996, Budapest (Hongrie).
- [CI.25] *The influence of texturing through zone melting or hot pressing under magnetic fields on the magnetic susceptibility of high temperature superconding ceramics.*
A. Mehdaoui, J. Beille, **D. Berling**, D. Bourgault, B. Loegel, J. G. Noudem, L. Porcar, R. Tournier.
5th World Congres on Superconductivity. 7-11 Juillet 1996, Budapest (Hongrie)
- [CI.26] *Reactive laser deposition of YBaCuO and ErBaCuO films : a complete XRD structural study and magnetic characterization.*
D. Berling, A. Mehdaoui, D. Bolmont, B. Loegel, G. Leggieri, M. Luisa de Giorgi, S. Acquaviva, A. Luches, A. Del Vecchio.
European Materials Research Society, E-MRS 1995 Spring meeting Symposium F : Third International Conference on Laser Ablation - COLA'95 : 22-26 Mai 1995, Strasbourg (France).
- [CI.27] *Laser reactive ablation deposition of YBaCuO and ErBaCuO films.*
G. Leggieri, A. Luches, S. Acquaviva, **D. Berling**, D. Bolmont, B. Loegel, A. Mehdaoui, A. Del Vecchio, F. De Riccardis.
Società Italiana di Fisica - Congresso Nazionale, 28 Octobre–2 Novembre 1995, Naple (Italie).
- [CI.28] *A comparative study of intergranular pinning strengths in high temperature superconductors.*
D. Berling, D. Bolmont, A. Mehdaoui and B. Loegel.
International Conference on Magnetism and Mechanisms of Superconductivity in High Temperature Superconductors (M2SHTSC IV), 5-9 Juillet 1994, Grenoble (France).
- [CI.29] *Influence of Processing on the irreversibility line and the anisotropy of high temperature superconductors in the low field limit.*
D. Berling, D. Bolmont, D. Bourgault, P. Danesi, B. Loegel, A. Mehdaoui, R. Tournier.
International Conference on Modern Aspects of Superconductivity (ICMAS 93), 13-15 Décembre 1993, Paris - Marne La Vallée (France).

B.2.4.b Congrès–Colloques nationaux

- [CN.1] *Corrélation entre morphologie, structure et propriétés magnétiques du système Si/Fe/Si(111).*
R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, D. Bolmont, G. Gewinner, P. Wetzels, S. Zabrocki, S. Hajjar, G. Garreau, J.L. Bubendorff, C. Pirri.
10^{ème} Colloque Louis Neel, 21-23 Septembre 2005, Dourdan.

- [CN.2] *Corrélation entre morphologie, structure et propriétés magnétiques du système Fe/Si(111).*
R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, D. Bolmont, G. Gewinner, P. Wetzel, S. Zabrocki, S. Hajjar, G. Garreau, J.L. Bubendorff.
Conférence générale de la Société française de Physique (SFP) 29 Aout - 2 Septembre 2005, Lille.
- [CN.3] *Anisotropie uniaxiale induite par la couche de couverture : Etude du système Fe/Si(111).*
R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, D. Bolmont, G. Gewinner and P. Wetzel.
Journée de la Matière Condensée (JMC9) 30 Août – 3 Septembre 2004, Nancy.
- [CN.4] *Détermination précise de la fonction d'énergie d'anisotropie de couches minces par mesures magnéto – optiques : Méthode (TBIIST).*
S. Zabrocki, R. Stephan, A. Mehdaoui, P. Wetzel, D. Bolmont, G. Gewinner and **D. Berling**.
9^{ème} Colloque Louis Neel, 17-19 Mars 2004, Autrans.
- [CN.5] *Corrélation entre l'anisotropie magnétique et la morphologie de couches minces de fer épitaxiées sur silicium (111).*
S. Zabrocki, S. Hajjar, G. Garreau, J.L. Bubendorff, D. Bolmont, C. Pirri, G. Gewinner and **D. Berling**.
9^{ème} Colloque Louis Neel, 17-19 Mars 2004, Autrans.
- [CN.6] *Influence de la couche de couverture sur les propriétés d'anisotropie magnétique de couches minces de Fe sur Si(111).*
R. Stephan, **D. Berling**, A. Mehdaoui, P. Wetzel, D. Bolmont, and G. Gewinner.
9^{ème} Colloque Louis Neel, 17-19 mars 2004, Autrans.
- [CN.7] *Manipulation de l'anisotropie magnétique de films minces de Fe épitaxiés sur Si(111) par dépôt de Silicium.*
R. Stephan, P. Wetzel, **D. Berling**, A. Mehdaoui D. Bolmont et, G. Gewinner.
18^{ème} Journée Surfaces – Interfaces (JSI 2004), 28-30 Janvier 2004, Mulhouse.
- [CN.8] *Mesure précise de l'anisotropie magnétique dans des films minces de Fe épitaxiés sur Si(111).*
R. Stephan, A. Mehdaoui, P. Wetzel, D. Bolmont, G. Gewinner et **D. Berling**.
18^{ème} Journée Surfaces – Interfaces (JSI 2004), 28-30 Janvier 2004, Mulhouse.
- [CN.9] *Croissance et anisotropie magnétique de couches minces de Fe épitaxiées sur une couches tampon de siliciure de Fe.*
D. Berling, G. Garreau, J.L. Bubbendorff, S. Hajjar, A. Mehdaoui, S. Zabrocki, G. Gewinner, S. Boukari, E. Beaurepaire et C. Pirri.
18^{ème} Journée Surfaces – Interfaces (JSI 2004), 28-30 Janvier 2004, Mulhouse.
- [CN.10] *Anisotropies magnétocristallines et uniaxiales dans des films minces de Fe épitaxiés sur substrat de Si(111).*
M. Kak, R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, D. Bolmont, G. Gewinner and P. Wetzel.
Conférence générale de la Société française de Physique (SFP) Juillet 2003, Lyon.
- [CN.11] *Contraintes dans des couches minces de fer épitaxiées sur Si(001).*
M. Kak, P. Bertoncini, **D. Berling**, A. Mehdaoui, B. Loegel, P. Wetzel, G. Gewinner and V. Pierron-Bohnès.
Conférence générale de la Société française de Physique (SFP) et 8^{ème} Journées de la Matière Condensée juillet 2002, Marseille.

- [CN.12] *Etude de couches minces d'alliages par DAFS.*
O. Ersen, V. Pierron-Bohnès, **D. Berling**, C. Pirri, M. H. Tuillier, R. Renivier, M. Gailhamou.
Conférence générale de la Société française de Physique (SFP), 9-13 Juillet 2001, Strasbourg
- [CN.13] *Structure et magnétisme de couches ultra minces d'alliages $Fe_{1-x}Co_x$ épitaxiées sur $Si(001)$.*
P. Bertoncini, P. Wetzel, **D. Berling**, A. Mehdaoui, B. Loegel, G. Gewinner, C. Ulhaq-Bouillet, V. Pierron-Bohnès.
7^{ème} Colloque Louis Neel : Couches minces et nanostructures magnétiques, 6-9 Mars 2001, Dourdan.
- [CN.14] *Influence des contraintes sur les propriétés d'anisotropie magnétique de couches de fer en épitaxies sur $Si(001)$.*
P. Bertoncini, P. Wetzel, **D. Berling**, A. Mehdaoui, B. Loegel, G. Gewinner, V. Pierron-Bohnès.
7^{ème} Journée de la Matière Condensée (JMC7 2000), 29 Août–1 Septembre 2000, Poitiers.
- [CN.15] *Influence de la géométrie d'évaporation sur les caractéristiques magnétique de couches de fer épitaxiées sur silicium (100).*
D. Berling, A. Mehdaoui, P. Bertoncini, P. Wetzel, B. Loegel and G. Gewinner.
6^{ème} Colloque Louis Neel : Couches minces et nanostructures magnétiques, 3-5 Juin 1999, Dieppe.
- [CN.16] *Magnetic properties of epitaxial $Fe_{1+x}Si_{1-x}$ films grown on $Si(111)$.*
D. Berling, P. Wetzel, C. Pirri, S. Hong, M.C. Hanf, A. Mehdaoui, B. Loegel, M. H. Tuillier and G. Gewinner.
6^{ème} Journée de la Matière Condensée de la Société Française de Physique (JMC6 - SFP), 24-28 Août 1998, Grenoble.
- [CN.17] *Observation de couches minces d'alliages ternaires $(Co,Fe)Si_2$ épitaxiées sur silicium (111).*
P. Bertoncini, C. Ulhaq-Bouillet, V. Pierron-Bohnès, **D. Berling**, C. Pirri, S. Hong, P. Wetzel, G. Gewinner.
Trinoculaire 98 des microscopies, 29 Juin – 3 Juillet 1998, Illkirch Graffenstaden.
- [CN.18] *Propriétés magnétiques de couches $Fe(Si_{1-x}Fex)$ épitaxiées sur $Si(111)$.*
D. Berling, G. Gewinner, S. Hong, M.C. Hanf, B. Loegel, A. Mehdaoui, C. Pirri, M. H. Tuillier, P. Wetzel.
Journée Surfaces Interfaces 1999 (JSI 99), 28-29 Janvier 1999, Paris Sud - Orsay.
- [CN.19] *Etude structurale de siliciures ternaires $Fe_xCo_{1-x}Si_2$ épitaxiées sur $Si(111)$.*
D. Berling, L. Khouchaf, M. H. Tuillier, S. Hong, P. Wetzel, G. Gewinner et C. Pirri.
Congrès Général de la Société Française de Physique (SFP), 7-10 Juillet 1997, Paris.
- [CN.20] *Couplage inter-granulaire dans les céramiques supraconductrices haute température critique en relation avec leur technique de fabrication.*
D. Berling B. Loegel, A. Mehdaoui.
Joints inter-granulaires et inter-phases dans les matériaux, 8-10 Octobre 1997, Les Issambres.
- [CN.21] *Caractérisation de composites supraconducteurs par susceptibilité complexe.*
D. Berling, A. Mehdaoui et B. Loegel, L. Richard et J. Rabier.
1^{er} colloque sur les composites Actifs, Supraconducteur, 11-12 Septembre 1996, Toulon-La Garde.

- [CN.22] *La susceptibilité alternative : Effet de la fréquence et énergie d'activation dans les SHTC.*
D. Berling, D. Bolmont, A. Mehdaoui and B. Loegel.
3^{ème} Journée de la Matière Condensée (SFP), 29 Août–3 Septembre 1994, Rennes.
- [CN.23] *Shift of irreversibility lines and anisotropy in textured high temperature superconductors.*
D. Berling B. Loegel, A. Mehdaoui, P. Danesi, D. Bolmont.
Congrès Physique en Herbe (PeH 93), 28 Juin–2 Juillet 1993, Paris.

B.3 Participation à GDR et des Journées d'étude

- [GDR1] *La rugosité de surface est-elle à l'origine de l'anisotropie magnétique dans des couches minces ferromagnétique déposées à incidence oblique ?*
J.L. Bubendorff, S. Zabrocki, G. Garreau, S. Hajjar, R. Jaafar, **D. Berling**, A. Mehdaoui, C. Pirri and G. Gewinner.
GDR Nano Mulhouse, 31 Mars 2006, Mulhouse (France).
- [GDR2] *Influence de la morphologie de l'interface Au/Fe sur les propriétés magnétiques du système Au/Fe/Si(111)*
R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, P. Wetzel, G. Gewinner, S. Zabrocki, G. Garreau, J.L. Bubendorff, C. Pirri.
GDR Nano Mulhouse, 31 Mars 2006, Mulhouse (France).
- [GDR3] *Correlation between morphology, structure and magnetic properties in the Fe/Si(111) system.*
R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, D. Bolmont, G. Gewinner, P. Wetzel, S. Zabrocki, S. Hajjar, G. Garreau, J.L. Bubendorff, C. Pirri.
GDR-SESAME, 6-7 Décembre 2005, Grenoble (France).
- [GDR4] *Morphologie, structure et propriétés d'anisotropie magnétique des systèmes Si/Fe/Si(111) et Au/Fe/Si(111).*
R. Stephan, A. Mehdaoui, **D. Berling**, D. Bolmont, G. Gewinner, P. Wetzel, S. Zabrocki, S. Hajjar, G. Garreau, J.L. Bubendorff, C. Pirri.
École thématique CNRS – GDR-SESAME "Spin dans les semi-conducteurs", 2-7 Octobre 2005, La Grande-Motte (France).
- [GDR5] *Accurate magneto-optical kerr signal analysis : correlation with iron thin films nano – morphology.*
D. Berling, S. Zabrocki, G. Garreau, J.L. Bubendorff, A. Mehdaoui, R. Stephan, P. Wetzel, C. Pirri and G. Gewinner.
Journées Nano Grand Est 8-9 Février 2005, Nancy (France).
- [GDR6] *Magnetic anisotropies versus morphology in Fe films deposited on ultra thin iron silicides.*
G. Garreau, S. Hajjar, J.L. Bubendorff, **D. Berling**, A. Mehdaoui, D. Bolmont, G. Gewinner and C. Pirri.
Journées Nano Grand Est 8-9 Février 2005, Nancy (France).
- [GDR7] *Anisotropie uniaxiale corrélée à la nanorugosité induite par la couche de couverture : Etude du système Fe/Si(111).*
R. Stephan, **D. Berling**, A. Mehdaoui, D. Bolmont, G. Gewinner and P. Wetzel.
GDR SESAM, 22-23 Novembre 2004 Strasbourg (France).

- [GDR8] *Modification de l'anisotropie magnétique par manipulation de la nano-rugosité de couches minces de Fe épitaxiées sur Si(111) induite par la couche de couverture.*
R. Stephan, **D. Berling**, A. Mehdaoui, D. Bolmont, G. Gewinner et P. Wetzel.
GDR Relax SESAM, 1-2 Mars 2004 Paris (France).
- [GDR9] *Anisotropies magnéto-cristallines et uniaxiales dans des films minces de Fe épitaxiés sur Si(111).*
D. Berling, R. Stephan, A. Mehdaoui, D. Bolmont, G. Gewinner et P. Wetzel.
GDR Relax Spintronique, 13-14 Octobre 2003 Nice (France).
- [GDR10] *Etude structurale et magnétique de couches de fer épitaxiées sur silicium (100).*
P. Bertoncini, P. Wetzel, C. Pirri, **D. Berling**, A. Mehdaoui, B. Loegel, C. Ulhaq-Bouillet, V. Pierron-Bohnès et G. Gewinner.
GDR Relaxation : Relaxation des contraintes dans les couches nanométriques épitaxiées, 17-19 mars 1999, Autrans (France).
- [GDR11] *Influence de la méthode de fabrication sur la ligne d'irréversibilité et l'anisotropie des supraconducteurs haute T_c massifs.*
D. Berling, D. Bolmont, D. Bourgault, P. Danesi, B. Loegel, A. Mehdaoui, R. Tournier.
Troisième Journées Nationales d'Etude sur les Supraconducteurs Haute Température Critique, 16-17 Novembre 1993, Caen (France).

B.4 Participation à des Ecoles

- [E.1] *Les fondements de l'électronique de spin.*
Ecole d'été de Cargèse (Corse) du 10 au 22 septembre 2001
- [E.2] *EPitaxy Optics and Semiconductors (EPIOPTICS 8)*
International School of Solid State Physics, 33rd course : 20 au 26 juillet 2004, Erice - Sicile (Italie)

Références

- [1] S. P. Murarka, Silicide thin films and their applications in microelectronics, *Intermetallics* **3**(3), 173–186 (1995).
- [2] C. Calandra, O. Bisi, and G. Ottaviani, Electronic properties on silicon-transition metal interface compounds, *Surf. Sci. Rep.* **4**(5-6), 271–364 (May 1985).
- [3] J. Poate and J. TU, K.N.and Mayer, *Thin films-interdiffusion and reaction*, Willey, New York, 1978.
- [4] J. Derrien and F. A. d’Avitaya, Thin metallic silicide films epitaxially grown on Si(111) and their role in Si–metal–Si devices, *J. Vac. Sci. Technol. A* **5**(4), 2111–2120 (1987).
- [5] J. Tersoff and D. R. Hamann, Bonding and structure of CoSi_2 and NiSi_2 , *Phys. Rev. B* **28**(2), 1168 (July 1983).
- [6] R. T. Tung, J. C. Bean, J. M. Gibson, J. M. Poate, and D. C. Jacobson, Growth of single-crystal CoSi_2 on Si(111), *Appl. Phys. Lett.* **40**(8), 684–686 (Apr. 1982).
- [7] F. A. D’Avitaya, S. Delage, E. Rosencher, and J. Derrien, Kinetics of formation and properties of epitaxial CoSi_2 films on $\text{Si}(111)$, *J. Vac. Sci. Technol. B* **3**(2), 770–773 (1985).
- [8] S. Saitoh, H. Ishiwara, and S. Furukawa, Double heteroepitaxy in the Si (111)/ CoSi_2 /Si structure, *Appl. Phys. Lett.* **37**(2), 203–205 (July 1980).
- [9] E. Rosencher, S. Delage, Y. Campidelli, and F. A. Davitaya, Transistor effects in monolithic Si/ CoSi_2 /Si epitaxial structures, *Electronic Letters* **20**(19), 762–764 (1984).
- [10] H. von Känel, K. A. Mäder, E. Müller, N. Onda, and H. Sirringhaus, Structural and electronic properties of metastable epitaxial FeSi_{1+x} films on Si(111), *Phys. Rev. B* **45**(23), 13807 (June 1992).
- [11] J. Tavares, H. Bender, M. F. Wu, A. Vantomme, G. Langouche, and C. Lin, Ion beam synthesis of ternary phase CoFe-silicide in (111) silicon, *Appl. Phys. Lett.* **67**(7), 986–988 (Aug. 1995).
- [12] S. Hong, C. Pirri, P. Wetzel, D. Bolmont, G. Gewinner, S. Boukari, and E. Beaurepaire, Magneto-optic Kerr effect measurements on $\text{Fe}_{3-x}\text{Co}_x\text{Si}$ ($0 \leq x \leq 2.5$) epitaxially stabilized on Si(111), *J. Magn. Magn. Mater.* **165**(1-3), 212–215 (Jan. 1997).

- [13] U. Kafader, M. H. Tuilier, C. Pirri, P. Wetzel, G. Gewinner, D. Bolmont, O. Heckmann, D. Chanderis, and H. Magnan, Formation of epitaxial *CsCl*-Type iron silicide on Si(111), *Europhys. Lett.* **22**(7), 529–535 (1993).
- [14] J. Chevrier, P. Stocker, L. Vinh, J. M. Gay, and J. Derrien, Epitaxial-Growth of α -*FeSi₂* on Si(111) at low temperature, *Europhys. Lett.* **22**(6), 449–454 (1993).
- [15] Z. Tan, F. Namavar, S. M. Heald, and J. I. Budnick, Sequential-ion-implantation synthesis of ternary metal silicides, *Appl. Phys. Lett.* **63**(6), 791–793 (Aug. 1993).
- [16] J. Derrien, J. Chevrier, V. Le Thahn, T. E. Crumbaker, J. Y. Natoli, and I. Berbezier, Silicide Epilayers Recent Developments and Prospects for Si-Compatible Technology, *Appl. Surf. Sci.* **70-1**, 546–558 (1993).
- [17] X. W. Lin, M. Behar, J. Desimoni, H. Bernas, J. Washburn, and Z. Liliental-Weber, Low-temperature ion-induced epitaxial growth of α -FeSi₂ and cubic FeSi₂ in Si, *Appl. Phys. Lett.* **63**(1), 105–107 (July 1993).
- [18] N. Jedrecy, A. Waldhauer, M. Sauvage-Simkin, R. Pinchaux, and Y. Zheng, Structural characterization of epitaxial α -derived *FeSi₂* on Si(111), *Phys. Rev. B* **49**(7), 4725 (Feb. 1994).
- [19] I. Berbezier, J. Chevrier, and J. Derrien, High-resolution electron microscopy study of α -*FeSi₂* heteroepitaxy on Si(111), *Surf. Sci.* **315**(1-2), 27–39 (Aug. 1994).
- [20] O. Kubaschewski, *Monograph Series on Alloy Phase Diagrams 9*, Number 9 in Phase diagrams of binary iron alloys, H. Okamoto (ASM), 1982.
- [21] O. Kubaschewski, *Iron binary phase diagrams*, volume 27, Springer Verlag, édité par Okamoto, H., 1992.
- [22] C. Hong, *Croissance épitaxiale de siliciures binaires et ternaire métastables de fer et cobalt sur Si(111) par co-évaporation à température ambiante*, PhD thesis, Université de Haute Alsace Mulhouse, 1996.
- [23] L. Kouchaff, D. Berling, V. Pierron-Bohnes, C. Pirri, S. Hong, P. Wetzel, G. Gewinner, R. Lefevre, and G. Cortès, *Epitaxy of thin ternary Co_{1-x}Fe_xSi₂ silicide films on Si(111)*, volume 528 of *Mechanisms and Principles of Epitaxial Growth in Metallic Systems*, édité par L. T. Wille, C. P. Burmester, K. Terakura, G. Comsa, and E. D. Williams, Material Research Society, 1998, Spring Metting (MRS98).
- [24] O. Ersen, C. Ulhaq-Bouillet, V. Pierron-Bohnes, M. H. Tuilier, D. Berling, P. Bertoncini, C. Pirri, M. Gailhanou, and D. Thiaudiere, Evidence of a ternary *Co_{1-x}Fe_xSi₂* phase with a *CaF₂*-type structure : High-resolution transmission electron microscopy and diffraction anomalous fine structure study, *Appl. Phys. Lett.* **81**(13), 2346–2348 (2002).
- [25] O. Ersen, V. Pierron-Bohnes, C. Ulhaq-Bouillet, C. Pirri, M. H. Tuilier, D. Berling, P. Bertoncini, M. Gailhanou, and D. Thiaudiere, Epitaxy stabilised *CaF₂*-type ternary *Co_{1-x}Fe_xSi₂* silicides on Si(111) : DAFS and HRTEM measurements, *Appl. Surf. Sci.* **188**(1-2), 146–150 (2002).

- [26] H. Stragier, J. O. Cross, J. J. Rehr, L. B. Sorensen, C. E. Bouldin, and J. C. Woicik, Diffraction anomalous fine structure : A new x-ray structural technique, *Phys. Rev. Lett.* **69**(21), 3064 (Nov. 1992).
- [27] O. Ersen, V. Pierron-Bohnes, M. H. Tuilier, , C. Pirri, L. Kouchaff, and M. Gailhanou, Short- and long-range order in iron and cobalt disilicides thin films investigated by the diffraction anomalous fine structure technique, *Phys. Rev. B* **67**(13), 0944116 (2003).
- [28] G. Raynor and V. Rivlin, *Phase Equilibria in Iron Ternary Alloys*, Wiley, 1988.
- [29] U. Kafader, P. Wetzel, C. Pirri, and G. Gewinner, *Appl. Surf. Sci.* **70**, 573 (1993).
- [30] S. Hong, P. Wetzel, G. Gewinner, D. Bolmont, and C. Pirri, Formation of epitaxial $\text{Fe}_{3-x}\text{Si}_{1+x}$ ($0 \leq x \leq 1$) silicides on Si(111), *J. Appl. Phys.* **78**(9), 5404–5411 (Nov. 1995).
- [31] J. J. Krebs, B. T. Jonker, and G. A. Prinz, Properties of Fe single-crystal films grown on (100)GaAs by molecular-beam epitaxy, *J. Appl. Phys.* **61**(7), 2596–2599 (1987).
- [32] E. Gu, J. Bland, C. Daboo, M. Gester, L. Brown, R. Ploessl, and J. Chapman, Microscopic magnetization reversal processes and magnetic domain structure in epitaxial Fe/GaAs(001) films, *Phys. Rev. B* **51**(6), 3596–3604 (1995).
- [33] C. Daboo, R. Hicken, E. Gu, M. Gester, S. Gray, D. Eley, E. Ahmad, J. Bland, R. Ploessl, and a. Chapman et, Anisotropy and orientational dependence of magnetization reversal processes in epitaxial ferromagnetic thin films, *Phys. Rev. B* **51**(22), 15964–15973 (1995).
- [34] Q. M. Zhong, A. S. Arrott, B. Heinrich, and Z. Celinski, Magneto-optic response in ultrathin Ni—Fe bilayers, *J. Magn. Magn. Mater.* **104–107**(Part 3), 1837–1839 (Feb. 1992).
- [35] R. Cowburn, S. Gray, and J. Bland, Multijump magnetic switching in in-plane magnetized ultrathin epitaxial $\text{Ag}/\text{Fe}/\text{Ag}$ (001) films, *Phys. Rev. Lett.* **79**(20), 4018–4021 (1997).
- [36] K. Postava, H. Jaffres, A. Schuhl, F. Nguyen Van Dau, M. Goiran, and A. R. Fert, Linear and quadratic magneto-optical measurements of the spin reorientation in epitaxial Fe films on MgO, *J. Magn. Magn. Mater.* **172**(3), 199–208 (Aug. 1997).
- [37] J. R. Childress, R. Kergoat, O. Durand, J. M. George, P. Galtier, J. Miltat, and A. Schuhl, Magnetic properties and domain structure of epitaxial (001) Fe/Pd superlattices, *J. Magn. Magn. Mater.* **130**(1-3), 13–22 (Feb. 1994).
- [38] J. Kudrnovsky, N. E. Christensen, and O. K. Andersen, Electronic structures and magnetic moments of $\text{Fe}_{3+y}\text{Si}_{1-y}$ and $\text{Fe}_{3-x}\text{V}_x\text{Si}$ alloys with DO_3 -derived structure, *Phys. Rev. B* **43**(7), 5924 (Mar. 1991).
- [39] W. A. Hines, A. H. Menotti, J. I. Budnick, T. J. Burch, T. Litrenta, V. Niculescu, and K. Raj, Magnetization studies of binary and ternary alloys based on Fe_3Si , *Phys. Rev. B* **13**(9), 4060 (May 1976).
- [40] J. Moss and P. Brown, *J. Phys. F : Met. Phys.* **2**, 358 (1972).

- [41] D. Berling, G. Gewinner, M. C. Hanf, K. Hricovini, S. Hong, B. Loegel, A. Mehdaoui, C. Pirri, M. H. Tuilier, and P. Wetzel, Magnetic properties of epitaxial $Fe(Si_{1-x}Fe_x)$ films grown on $Si(1\ 1\ 1)$, J. Magn. Magn. Mater. **191**(3), 331–338 (Jan. 1999).
- [42] D. Berling, P. Bertoncini, M. C. Hanf, A. Mehdaoui, C. Pirri, P. Wetzel, G. Gewinner, and B. Loegel, Magnetic properties in epitaxial binary iron and ternary iron-cobalt silicide thin films grown on $Si(1\ 1\ 1)$, J. Magn. Magn. Mater. **212**(3), 323–336 (Apr. 2000).
- [43] M. Fallot, Ann. Phys. **6**, 305 (1936).
- [44] M. Brockmann, S. Miethaner, R. Onderka, M. Kohler, F. Himmelhuber, H. Regensburger, F. Bensch, T. Schweinbock, and G. Bayreuther, In-plane spin reorientation transition in ultrathin epitaxial $Fe(001)$ films, J. Appl. Phys. **81**(8), 5047–5049 (1997).
- [45] T. G. Knorr and R. W. Hoffman, Dependence of Geometric Magnetic Anisotropy in Thin Iron Films, Phys. Rev. **113**(4), 1039–1046 (Feb. 1959).
- [46] D. O. Smith, Anisotropy in Permalloy Films, J. Appl. Phys. **30**(4), S264–S265 (Apr. 1959).
- [47] J. A. C. Bland, M. J. Baird, H. T. Leung, A. J. R. Ives, K. D. Mackay, and H. P. Hughes, Magnetic anisotropies and magnetic switching in Co films, J. Magn. Magn. Mater. **113**(1-3), 178–186 (July 1992).
- [48] H. Jaffres, L. Ressler, K. Postava, A. Schuhl, F. Nguyen Van Dau, M. Goiran, J. P. Redoules, J. P. Peyrade, and A. R. Fert, Uniaxial magnetic anisotropy of thin epitaxial Fe films nanostructured by the atomic saw method, J. Magn. Magn. Mater. **184**(1), 19–27 (Apr. 1998).
- [49] P. Krams, B. Hillebrands, G. Guntherodt, and H. Oepen, Magnetic anisotropies of ultrathin Co films on $Cu(1113)$ substrates, Phys. Rev. B **49**(5), 3633–3636 (1994).
- [50] H. Oepen, C. Schneider, D. Chuang, C. Ballentine, and R. O’Handley, Magnetic anisotropy in epitaxial FCC Co/Cu ($1\ 1\ 13$), J. Appl. Phys. **73**(10, Part 2B), 6186–6188 (1993).
- [51] J. Chen and J. L. Erskine, Surface-step-induced magnetic anisotropy in thin epitaxial Fe films on $W(001)$, Phys. Rev. Lett. **68**(8), 1212 (Feb. 1992).
- [52] O. Durand, J. R. Childress, P. Galtier, R. Bisaro, and A. Schuhl, Origin of the uniaxial magnetic anisotropy in Fe films grown by molecular beam epitaxy, J. Magn. Magn. Mater. **145**(1-2), 111–117 (Mar. 1995).
- [53] L. Abelmann and C. Lodder, Oblique evaporation and surface diffusion, Thin Solid Films **305**(1-2), 1–21 (Aug. 1997).
- [54] P. Bertoncini, D. Berling, P. Wetzel, A. Mehdaoui, B. Loegel, G. Gewinner, C. Ulhaq-Bouillet, and V. Pierron-Bohnes, Epitaxial magnetic Fe layers grown on $Si(001)$ by means of a template method, Surf. Sci. **454-456**, 755–760 (May 2000).
- [55] V. Niculescu, J. I. Budnick, W. A. Hines, K. Raj, S. Pickart, and S. Skalski, Relating structural, magnetic-moment, and hyperfine-field behavior to a local-environment model in $Fe_{3-x}Co_xSi$, Phys. Rev. B **19**(1), 452 (Jan. 1979).

- [56] T. Massalski, *Binary Alloy Phase Diagrams*, volume 2, American Society for Metals, Metals Park, OH, 1986.
- [57] G. A. Prinz, Magnetoelectronics applications, *J. Magn. Magn. Mater.* **200**(1-3), 57–68 (Oct. 1999).
- [58] R. Fiederling, M. Keim, G. Reuscher, W. Ossau, G. Schmidt, A. Waag, and L. W. Molenkamp, Injection and detection of a spin-polarized current in a light-emitting diode, *Nature* **402**(6763), 787–790 (Dec. 1999).
- [59] Y. Ohno, D. K. Young, B. Beschoten, F. Matsukura, H. Ohno, and D. D. Awschalom, Electrical spin injection in a ferromagnetic semiconductor heterostructure, *Nature* **402**(6763), 790–792 (Dec. 1999).
- [60] B. Heinrich and J. Bland, editors, *Ultra thin magnetic structures II : Measurement techniques and novel magnetic properties*, volume II, Springer Verlag, 1994.
- [61] C. L. Foiles, Inplane structure and properties of Fe multilayers, *Metall. Mater. Trans. A* **23**(4), 1105–1109 (1992).
- [62] G. A. Prinz and J. J. Krebs, Molecular beam epitaxial growth of single-crystal Fe films on GaAs, *Appl. Phys. Lett.* **39**(5), 397–399 (1981).
- [63] G. W. Anderson, M. C. Hanf, and P. R. Norton, Growth and Magnetic Properties of Epitaxial *Fe*(100) on S-Passivated *GaAs*(100), *Phys. Rev. Lett.* **74**(14), 2764 (Apr. 1995).
- [64] M. Zolff, M. Brockmann, M. Kohler, S. Kreuzer, T. Schweinbock, S. Miethaner, F. Bensch, and G. Bayreuther, Magnetic films epitaxially grown on semiconductors, *J. Magn. Magn. Mater.* **175**(1-2), 16–22 (Nov. 1997).
- [65] E. M. Kneedler, B. T. Jonker, P. M. Thibado, R. J. Wagner, B. V. Shanabrook, and L. J. Whitman, Influence of substrate surface reconstruction on the growth and magnetic properties of Fe on GaAs(001), *Phys. Rev. B* **56**(13), 8163 (Oct. 1997).
- [66] A. Filipe, A. Schuhl, and P. Galtier, Structure and magnetism of the Fe/GaAs interface, *Appl. Phys. Lett.* **70**(1), 129–131 (Jan. 1997).
- [67] Y. B. Xu, E. T. M. Kernohan, M. Tselepi, J. A. C. Bland, and S. Holmes, Single crystal Fe films grown on InAs(100) by molecular beam epitaxy, *Appl. Phys. Lett.* **73**(3), 399–401 (July 1998).
- [68] B. T. Jonker, J. J. Krebs, G. A. Prinz, and S. B. Qadri, MBE growth of single crystal α -Fe films on ZnSe (001) and (110), *J. Cryst. Growth* **81**(1-4), 524–529 (Feb. 1987).
- [69] J. M. Gallego, J. M. Garc a, J. Alvarez, and R. Miranda, Metallization-induced spontaneous silicide formation at room temperature : The Fe/Si case, *Phys. Rev. B* **46**(20), 13339 (Nov. 1992).
- [70] J. Alvarez, A. L. V  zquez de Parga, J. J. Hinarejos, J. de la Figuera, E. G. Michel, C. Ocal, and R. Miranda, Initial stages of the growth of *Fe* on *Si*(111) 7×7 , *Phys. Rev. B* **47**(23), 16048 (June 1993).

- [71] S. M. Rezende, J. A. S. Moura, F. M. de Aguiar, and W. H. Schreiner, Ferromagnetic resonance of Fe(111) thin films and Fe(111)/Cu(111) multilayers, *Phys. Rev. B* **49**(21), 15105 (June 1994).
- [72] Z. H. Nazir, C. K. Lo, and M. Hardiman, Magnetization of ultra thin Fe deposits on Si(111) and Si(100), *J. Magn. Magn. Mater.* **156**(1-3), 435–436 (Apr. 1996).
- [73] C. Dufoue, A. BRUSON, B. George, G. Marchal, and P. Mangin, Mossbauer-effect study of *Fe – Si* multilayers, *Journal of Physique* **49**(C-8), 1781–1782 (1988).
- [74] M. Fanciulli, S. Degroote, G. Weyer, and G. Langouche, Investigation of the Fe/Si interface and its phase transformations, *Surf. Sci.* **377-379**, 529–533 (Apr. 1997).
- [75] R. Klases, C. Carbone, W. Eberhardt, C. Pampuch, O. Rader, T. Kachel, and W. Gudat, Formation of a ferromagnetic silicide at the Fe/Si(100) interface, *Phys. Rev. B* **56**(17), 10801–10804 (1997).
- [76] J. Alvarez, J. J. Hinarejos, E. G. Michel, G. R. Castro, and R. Miranda, Electronic structure of iron silicides grown on Si(100) determined by photoelectron spectroscopies, *Phys. Rev. B* **45**(24), 14042 (June 1992).
- [77] K. Ruhrschof, D. Borgmann, and G. Wedler, Growth of Fe on Si (100) at room temperature and formation of iron silicide, *Thin Solid Films* **280**(1-2), 171–177 (July 1996).
- [78] H. J. Kim, D. Y. Noh, J. H. Je, and Y. Hwu, Evolution of surface morphology during Fe/Si(111) and Fe/Si(001) heteroepitaxy, *Phys. Rev. B* **59**(7), 4650 (Feb. 1999).
- [79] H. Wijn, editor, *Magnetic properties of metal d-elements, alloys and compounds*, Data in science and technology, Springer Verlag, 1991, p. 152.
- [80] E. Kneller, *Ferromagnetismus*, Springer Verlag Berlin, Berlin, 1963, p. 536, p.156-167, p 224.
- [81] G. Gubbiotti, G. Carlotti, F. D’Orazio, F. Lucari, R. Gunnella, and M. De Crescenzi, Perpendicular magnetization in epitaxial Cu/Fe/Cu/Si(111) ultrathin films, *Surf. Sci.* **454-456**, 891–895 (May 2000).
- [82] P. Castrucci, R. Gunnella, R. Bernardini, P. Falcioni, and M. D. Crescenzi, Magnetic force microscopy study of perpendicular magnetization reorientation for Fe grown on *Cu/Si*(111), *Phys. Rev. B* **65**(23), 235435 (June 2002).
- [83] K. R. Heim, G. G. Hembree, and M. R. Scheinfein, Ultrahigh-vacuum scanning electron microscopy characterization of the growth of Fe on $\text{CaF}_2/\text{Si}(111)$: Selective nucleation on electron-beam modified surfaces, *J. Appl. Phys.* **76**(12), 8105–8112 (Dec. 1994).
- [84] N. Mattoso, D. H. Mosca, W. H. Schreiner, I. Mazzaro, and S. R. Teixeira, Epitaxial growth of α -Fe films on $\text{CaF}_2(111)/\text{Si}(111)$ structures, *Thin Solid Films* **272**(1), 83–86 (Jan. 1996).
- [85] Y.-T. Cheng, Y.-L. Chen, W.-J. Meng, and Y. Li, Formation of twins during epitaxial growth of α -iron films on silicon (111), *Phys. Rev. B* **48**(19), 14729 (Nov. 1993).

- [86] Y.-T. Cheng, Y.-L. Chen, M. M. Karmarkar, and W.-J. Meng, Epitaxial growth of $\alpha - Fe$ films on $Si(111)$ substrates, *Appl. Phys. Lett.* **59**(8), 953–955 (Aug. 1991).
- [87] C. Pirri, M. Tuilier, P. Wetzel, S. Hong, D. Bolmont, G. Gewinner, R. Cortes, O. Heckmann, and H. von Kinel, Iron environment in pseudomorphic iron silicides epitaxially grown on $Si(111)$, *Phys. Rev. B* **51**(4), 2302–2310 (1995).
- [88] S. Hong, U. Kafader, P. Wetzel, G. Gewinner, and C. Pirri, High-resolution x-ray-photoemission study of metastable Fe silicide core-electron states, *Phys. Rev. B* **51**(24), 17667– (June 1995).
- [89] H. Di-Jing, G. Jaeyong Lee, Mulhollan, and J. Erskine, Influence of surface atomic steps on in-plane magnetic anisotropy of ultrathin Fe films on $W(001)$, *J. Appl. Phys.* **73**(10, Part 2B), 6751–6753 (1993).
- [90] C. M. Schneider, P. Bressler, P. Schuster, J. Kirschner, J. J. de Miguel, and R. Miranda, Curie temperature of ultrathin films of fcc-cobalt epitaxially grown on atomically flat $Cu(100)$ surfaces, *Phys. Rev. Lett.* **64**(9), 1059– (Feb. 1990).
- [91] C. A. Ballentine, R. L. Fink, J. Araya-Pochet, and J. L. Erskine, Magnetic phase transition in a two-dimensional system : $p(1 \times 1)-Ni$ on $Cu(111)$, *Phys. Rev. B* **41**(4), 2631 (Feb. 1990).
- [92] M. Farle, K. Baberschke, U. Stetter, A. Aspelmeier, and F. Gerhardter, Thickness-dependent Curie temperature of $Gd(0001)/W(110)$ and its dependence on the growth conditions, *Phys. Rev. B* **47**(17), 11571 (May 1993).
- [93] R. Bergholz and U. Gradmann, Structure and magnetism of oligatomic $Ni(111)$ -films on $Re(0001)$, *J. Magn. Magn. Mater.* **45**(2-3), 389–398 (Nov. 1984).
- [94] U. Bovensiepen, P. Pouloupoulos, M. Farle, and K. Baberschke, The Curie temperature in ultrathin $Ni/Cu(001)$ films determined by ac susceptibility and MOKE, *Surf. Sci.* **402-404**, 396–400 (May 1998).
- [95] H. J. Elmers and J. Hauschild, Magnetism and growth in pseudomorphic Fe films on $W(100)$, *Surf. Sci.* **320**(1-2), 134–144 (1994).
- [96] M. Henkel, S. Andrieu, P. Bauer, and M. Piecuch, Finite-Size Scaling in Thin $Fe/Ir(100)$ Layers, *Phys. Rev. Lett.* **80**(21), 4783 (May 1998).
- [97] H. J. Elmers, J. Hauschild, H. HÃache, U. Gradmann, H. Bethge, D. Heuer, and U. KÃhler, Submonolayer Magnetism of $Fe(110)$ on $W(110)$: Finite Width Scaling of Stripes and Percolation between Islands, *Phys. Rev. Lett.* **73**(6), 898 (Aug. 1994).
- [98] G. Garreau, M. Farle, E. Beaurepaire, and K. Baberschke, Curie temperature and morphology in ultrathin $Co/W(110)$ films, *Phys. Rev. B* **55**(1), 330 (Jan. 1997).
- [99] Z. Q. Qiu, J. Pearson, and S. D. Bader, Asymmetry of the spin reorientation transition in ultrathin Fe films and wedges grown on $Ag(100)$, *Phys. Rev. Lett.* **70**(7), 1006 (Feb. 1993).

- [100] C. Liu and S. D. Bader, Magnetic properties of ultrathin fcc Fe(111)/Ru(0001) films, *Phys. Rev. B* **41**(1), 553 (Jan. 1990).
- [101] C. Liu, E. R. Moog, and S. D. Bader, Polar Kerr-Effect Observation of Perpendicular Surface Anisotropy for Ultrathin fcc Fe Grown on Cu(100), *Phys. Rev. Lett.* **60**(23), 2422 (June 1988).
- [102] B. N. Engel, C. D. England, R. A. Van Leeuwen, M. H. Wiedmann, and C. M. Falco, Interface magnetic anisotropy in epitaxial superlattices, *Phys. Rev. Lett.* **67**(14), 1910 (Sept. 1991).
- [103] P. Ohresser, J. Shen, J. Barthel, M. Zheng, C. V. Mohan, M. Klaua, and J. Kirschner, Growth, structure, and magnetism of fcc Fe ultrathin films on Cu(111) by pulsed laser deposition, *Phys. Rev. B* **59**(5), 3696 (Feb. 1999).
- [104] F. J. A. den Broeder, W. Hoving, and P. J. H. Bloemen, Magnetic anisotropy of multilayers, *J. Magn. Magn. Mater.* **93**, 562–570 (Feb. 1991).
- [105] P. Escudier, Magnetization anisotropy important parameter for study of magnetocrystalline anisotropy, *Annales de Physique* **9**(3), 125–173 (1975).
- [106] B. Heinrich and J. Bland, editors, *Ultra thin magnetic structures I : An introduction to electronic, magnetic and structural properties*, volume I, Springer Verlag, 1994.
- [107] Z. Q. Qiu and S. D. Bader, Symmetry breaking at magnetic surfaces and interfaces, *Surf. Sci.* **438**(1-3), 319–328 (Sept. 1999).
- [108] Z. Q. Qiu and S. D. Bader, Surface magneto-optic Kerr effect (SMOKE), *J. Magn. Magn. Mater.* **200**(1-3), 664–678 (Oct. 1999).
- [109] B. Heinrich and J. Cochran, Ultrathin metallic magnetic films : magnetic anisotropies and exchange interactions, *Advances in Physics* **42**(5), 523–639 (1993).
- [110] D. Chuang, C. Ballentine, and R. O’Handley, Surface and step magnetic anisotropy, *Phys. Rev. B* **49**(21), 15084–15095 (1994).
- [111] D. Sander, The correlation between mechanical stress and magnetic anisotropy in ultrathin films, *Reports on Progress in Physics* **62**(5), 809–858 (1999).
- [112] D. Sander, A. Enders, and J. Kirschner, Stress and magnetic properties of surfaces and ultrathin films, *J. Magn. Magn. Mater.* **200**(1-3), 439–455 (Oct. 1999).
- [113] P. Bruno, *Physical origine and theoretical models of magnetic anisotropy - Ferienkurse des Forschungszentrum Julich, 24.*, IFF-Ferienkurs, 1993.
- [114] M. T. Johnson, P. J. H. Bloemen, F. J. A. d. Broeder, and J. J. de Vries, Magnetic anisotropy in metallic multilayers, *Reports on Progress in Physics* **59**(11), 1409–1458 (1996).
- [115] D. Loretto, J. M. Gibson, and S. M. Yalisove, Reconstruction of hetero-interfaces in MBE : CoSi₂(001) on Si(001), *Thin Solid Films* **184**(1-2), 309–315 (Jan. 1990).

- [116] W. Weiss, U. Starke, K. Heinz, G. Rangelov, T. Fauster, and G. R. Castro, LEED structure determination of the (100)-surface of a CoSi_2 crystal and a CoSi_2 film grown epitaxially on $\text{Si}(100)$, *Surf. Sci.* **347**(1-2), 117–127 (Feb. 1996).
- [117] R. Stalder, C. Schwarz, H. Sirringhaus, and H. von Kanel, Surface study of thin epitaxial $\text{CoSi}_2/\text{Si}(100)$ layers by scanning tunneling microscopy and reflection high-energy electron diffraction, *Surf. Sci.* **271**(3), 355–375 (1992).
- [118] S. M. Yalisove, R. T. Tung, and D. Loretto, Epitaxial orientation and morphology of thin CoSi_2 films grown on $\text{Si}(111)$ effects of growth-parameters, *J. Vac. Sci. Technol. A* **7**(3), 1472–1474 (1989).
- [119] J. R. Jimenez, L. M. Hsiung, K. Rajan, L. J. Schowalter, S. Hashimoto, R. D. Thompson, and S. S. Iyer, Control of misoriented grains and pinholes in CoSi_2 grown on $\text{Si}(001)$, *Appl. Phys. Lett.* **57**(26), 2811–2813 (Dec. 1990).
- [120] J. Chrost, J. J. Hinarejos, P. Segovia, E. G. Michel, and R. Miranda, Iron silicides grown on $\text{Si}(100)$: metastable and stable phases, *Surf. Sci.* **371**(2-3), 297–306 (Feb. 1997).
- [121] J. Alvarez, J. J. Hinarejos, E. G. Michel, J. M. Gallego, A. L. V. de Parga, J. de la Figuera, C. Ocal, and R. Miranda, Surface characterization of epitaxial, semiconducting, FeSi_2 grown on $\text{Si}(100)$, *Appl. Phys. Lett.* **59**(1), 99–101 (July 1991).
- [122] M. Liberati, G. Panaccione, F. Sirotti, P. Prieto, and G. Rossi, Surface magnetometry with photoemission dichroism : Ultrathin epitaxial Fe-Co bcc alloys on $\text{Fe}(100)$, *Phys. Rev. B* **59**(6), 4201– (Feb. 1999).
- [123] C. S. Fadley, Angle-resolved x-ray photoelectron spectroscopy, *Prog. Surf. Sci.* **16**(3), 275–388 (1984).
- [124] S. Kevan, editor, *Angle resolved photoemission : Theory and current applications*, volume 74 of *Studies in surface science and catalyse*, Elsevier Amsterdam-London-New york-Tokyo, 1992.
- [125] M. van Hove, W. Weinberg, and M.-C. Chan, editors, *Low-Energy Electron Diffraction : Experiment Theory and Surface determination*, volume 6 of *Serie in surface science*, Springer Verlag Berlin - Heidelberg - New York - London - Paris - Tokio, 1986.
- [126] S. A. Chambers, Elastic scattering and interference of backscattered primary, Auger and X-ray photoelectrons at high kinetic energy : principles and applications, *Surf. Sci. Rep.* **16**(6), 261–331 (Oct. 1992).
- [127] P. Bertoncini, *Structure et propriétés magnétique de couches minces de fer et d'alliage de fer-cobalt epitaxiées sur $\text{Si}(111)$* , PhD thesis, Université de Haute Alsace Mulhouse, 2001.
- [128] P. Bertoncini, P. Wetzel, D. Berling, G. Gewinner, C. Ulhaq-Bouillet, and V. P. Bohnes, Epitaxial growth of $\text{Fe}(001)$ on $\text{CoSi}_2(001)/\text{Si}(001)$ surfaces : Structural and electronic properties, *Phys. Rev. B* **60**(15), 11123–11130 (1999).
- [129] M. Henzler, Capabilities of LEED for defect analysis, *Surf. Rev. Lett.* **4**(3), 489–500 (1997).

- [130] G. Garreau, S. Hajjar, J. L. Bubendorff, C. Pirri, D. Berling, A. Mehdaoui, R. Stephan, P. Wetzel, S. Zabrocki, G. Gewinner, S. Boukari, and E. Beaurepaire, Growth and magnetic anisotropy of Fe films deposited on Si(111) using an ultrathin iron silicide template, *Phys. Rev. B* **71**(9), 094430 (2005).
- [131] P. Bertoncini, P. Wetzel, D. Berling, A. Mehdaoui, B. Loegel, J. C. Peruchetti, G. Gewinner, V. Pierron-Bohnes, J. F. Berar, and H. Renevier, Strain determination in ultrathin bcc *Fe* layers on *Si*(001) by x-ray diffraction, *Phys. Rev. B* **65**(15), 155425 (2002).
- [132] L. Neel, *J. Phys. Rad.* **15**, 225 (1954).
- [133] Y. F. Lu, M. Przybylski, M. Nyvlt, A. Winkelmann, L. Yan, Y. Shi, J. Barthel, and J. Kirschner, Growth and magnetism of Co films on a Pd monolayer on Cu(001), *Phys. Rev. B* **73**(3), 035429 (2006).
- [134] M. Przybylski, L. Yan, J. Zukrowski, M. Nyvlt, Y. Shi, A. Winkelmann, J. Barthel, M. Wasniowska, and J. Kirschner, Topology-dependent interface contribution to magneto-optical response from ultrathin Co films grown on the (001), (110), and (111) surfaces of Pd, *Phys. Rev. B* **73**(8), 085413 (2006).
- [135] G. A. Prinz, Stabilization of bcc Co via Epitaxial Growth on GaAs, *Phys. Rev. Lett.* **54**(10), 1051 (Mar. 1985).
- [136] G. A. Prinz, C. Vittoria, J. J. Krebs, and K. B. Hathaway, FMR of cubic cobalt grown by molecular beam epitaxy on GaAs (abstract), *J. Appl. Phys.* **57**(8), 3672–3672 (Apr. 1985).
- [137] Y. U. Idzerda, W. T. Elam, B. T. Jonker, and G. A. Prinz, Structure determination of metastable cobalt films, *Phys. Rev. Lett.* **62**(21), 2480 (May 1989).
- [138] S. J. Blundell, M. Gester, J. A. C. Bland, C. Daboo, E. Gu, M. J. Baird, and A. J. R. Ives, Structure induced magnetic anisotropy behavior in *Co/GaAs*(001) films, in *J. Appl. Phys.*, volume 73, pages 5948–5950, Houston, Texas (USA), May 1993, AIP.
- [139] Y. Z. Wu, H. F. Ding, C. Jing, D. Wu, G. L. Liu, V. Gordon, G. S. Dong, X. F. Jin, S. Zhu, and K. Sun, In-plane magnetic anisotropy of bcc Co on GaAs(001), *Phys. Rev. B* **57**(19), 11935 (May 1998).
- [140] M. Henzler, LEED from epitaxial surfaces, *Surf. Sci.* **298**(2-3), 369–377 (Dec. 1993).
- [141] P. Wetzel, P. Bertoncini, D. Berling, A. Mehdaoui, B. Loegel, D. Bolmont, G. Gewinner, C. Ulhaq-Bouillet, and V. Pierron-Bohnes, Growth of ultrathin epitaxial $\text{Fe}_x\text{Co}_{1-x}$ alloy films on Si(0 0 1) : stabilization of metastable bcc Co, *Surf. Sci.* **499**(2-3), 210–218 (Mar. 2002).
- [142] D. Berling, S. Zabrocki, R. Stephan, G. Garreau, J. Bubendorff, A. Mehdaoui, D. Bolmont, P. Wetzel, C. Pirri, and G. Gewinner, Accurate measurement of the in-plane magnetic anisotropy energy function $E_a(\theta)$ in ultrathin films by magneto-optics, *J. Magn. Mater.* **297**(2), 118–140 (Feb. 2006).

- [143] P. Ma and P. R. Norton, Growth of ultrathin Fe films on Ge(100) : Structure and magnetic properties, *Phys. Rev. B* **56**(15), 9881 (Oct. 1997).
- [144] G. W. Anderson, M. C. Hanf, P. R. Norton, M. Kowalewski, K. Myrtle, and B. Heinrich, The growth of magnetic Fe overlayers on sulphur passivated *GaAs*(100), in *J. Appl. Phys.*, volume 79, pages 4954–4956, Philadelphia, Pennsylvania (USA), Apr. 1996, AIP.
- [145] P. Ma, G. W. Anderson, and P. R. Norton, An in-situ study of structure and magnetic properties of Fe films on the sulphur passivated Ge(100) surface at 150°C, *Surf. Sci.* **420**(2-3), 134–141 (Jan. 1999).
- [146] Y. B. Xu, E. T. M. Kernohan, D. J. Freeland, A. Ercole, M. Tselepi, and J. A. C. Bland, Evolution of the ferromagnetic phase of ultrathin Fe films grown on *GaAs*(100)-(4 x 6), *Phys. Rev. B* **58**(2), 890 (July 1998).
- [147] E. Kneller, *Ferromagnetismus*, Springer Verlag Berlin, Berlin, 1963.
- [148] T. de Lacheisserie, *Magnétisme II - Matériaux et applications*, Collection Grenoble Science - CNRS, 1999.
- [149] W. Weber, C. H. Back, A. Bischof, C. Wärsch, and R. Allenspach, Morphology-Induced Oscillations of the Magnetic Anisotropy in Ultrathin Co Films, *Phys. Rev. Lett.* **76**(11), 1940– (Mar. 1996).
- [150] W. Weber, R. Allenspach, and A. Bischof, Determining magnetic anisotropies from hysteresis loops, *Appl. Phys. Lett.* **70**(4), 520–522 (Jan. 1997).
- [151] R. M. Osgood III, S. D. Bader, B. M. Clemens, R. L. White, and H. Matsuyama, Second-order magneto-optic effects in anisotropic thin films, *J. Magn. Magn. Mater.* **182**(3), 297–323 (Mar. 1998).
- [152] R. Mattheis and G. Quednau, Separation of the Voigt effect in longitudinal Kerr magnetometry, *Phys. Status Solidi A* **172**(2), R7–R8 (1999).
- [153] K. Postava, D. Hrabovsky, J. Pistora, A. R. Fert, S. Visnovsky, and T. Yamaguchi, Anisotropy of quadratic magneto-optic effects in reflection, in *J. Appl. Phys.*, volume 91, pages 7293–7295, AIP, May 2002.
- [154] R. P. Cowburn, J. FerrÅ©and, J.-P. Jamet, S. J. Gray, and J. A. C. Bland, Role of remanent domain structure and cubic anisotropy in the reorientation phase transition of ultrathin *Ag/Fe/Ag*(001) epitaxial films, *Phys. Rev. B* **55**(17), 11593 (May 1997).
- [155] S.-s. Yan, R. Schreiber, P. Grunberg, and R. Schafer, Magnetization reversal in (0 0 1)Fe thin films studied by combining domain images and MOKE hysteresis loops, *J. Magn. Magn. Mater.* **210**(1-3), 309–315 (Feb. 2000).
- [156] T. Leeb, M. Brockmann, F. Bensch, S. Miethaner, and G. Bayreuther, In-plane magnetic anisotropies in Fe films on vicinal *Ag*(001) and *Au*(001) surfaces, in *J. Appl. Phys.*, volume 85, pages 4964–4966, AIP, Apr. 1999.

- [157] A. Enders, D. Sander, and J. Kirschner, Strain dependence of the magnetic properties of nm Fe films on $W(100)$, in *J. Appl. Phys.*, volume 85, pages 5279–5281, AIP, Apr. 1999.
- [158] D. Sander, A. Enders, and J. Kirschner, Magnetoelastic coupling and epitaxial misfit stress in ultrathin $Fe(1\ 0\ 0)$ -films on $W(1\ 0\ 0)$, *J. Magn. Magn. Mater.* **198-199**, 519–521 (June 1999).
- [159] P. Bertoncini, P. Wetzel, D. Berling, A. Mehdaoui, B. Loegel, G. Gewinner, R. Poinot, and V. Pierron-Bohnes, Magnetic anisotropy of epitaxial Fe layers grown on $Si(001)$, *J. Magn. Magn. Mater.* **237**(2), 191–205 (Dec. 2001).
- [160] Y. T. Millev, R. Skomski, and J. Kirschner, Higher-order and next-nearest-neighbor Néel anisotropies, *Phys. Rev. B* **58**(10), 6305 (Sept. 1998).
- [161] T. Muhge, T. Zeidler, Q. Wang, C. Morawe, N. Metoki, and H. Zabel, Structural and magnetic studies of $Fe_{[sub\ x]}Co_{[sub\ 1-x]}(001)$ alloy films on $MgO(001)$ substrates, *J. Appl. Phys.* **77**(3), 1055–1060 (Feb. 1995).
- [162] C. J. Gutierrez, G. A. Prinz, J. J. Krebs, M. E. Filipkowski, V. G. Harris, and W. T. Elam, Magnetic and structural studies of epitaxial (001) Fe and (001) Fe_xCo_{1-x} alloy film structures, *J. Magn. Magn. Mater.* **126**(1-3), 232–238 (Sept. 1993).
- [163] C. J. Gutierrez, J. J. Krebs, and G. A. Prinz, Epitaxial bcc Fe_xCo_{1-x} alloy films on $ZnSe(001)$, *Appl. Phys. Lett.* **61**(20), 2476–2478 (Nov. 1992).
- [164] X. Liu, R. Sooryakumar, C. J. Gutierrez, and G. A. Prinz, Exchange stiffness and magnetic anisotropies in bcc $Fe_{[sub\ 1-x]}Co_{[sub\ x]}$ alloys, in *J. Appl. Phys.*, volume 75, pages 7021–7023, Minneapolis, Minnesota (USA), May 1994, AIP.
- [165] A. Berger, U. Linke, and H. P. Oepen, Symmetry-induced uniaxial anisotropy in ultrathin epitaxial cobalt films grown on $Cu(1\ 1\ 13)$, *Phys. Rev. Lett.* **68**(6), 839– (Feb. 1992).
- [166] Y. Z. Wu, C. Won, and Z. Q. Qiu, Magnetic uniaxial anisotropy of Fe films grown on vicinal $Ag(001)$, *Phys. Rev. B* **65**(18), 184419– (Apr. 2002).
- [167] B. Schulz and K. Baberschke, Crossover from in-plane to perpendicular magnetization in ultrathin $Ni/Cu(001)$ films, *Phys. Rev. B* **50**(18), 13467 (Nov. 1994).
- [168] P. Bruno, Magnetic surface anisotropy of cobalt and surface roughness effects within Néel’s model, *J. Phys. F : Met. Phys.* **18**, 1291–1298 (1988).
- [169] P. Bruno, Dipolar magnetic surface anisotropy in ferromagnetic thin films with interfacial roughness, *J. Appl. Phys.* **64**(6), 3153–3156 (Sept. 1988).
- [170] R. Moroni, D. Sekiba, F. B. de Mongeot, G. Gonella, C. Boragno, L. Mattera, and U. Valbusa, Uniaxial Magnetic Anisotropy in Nanostructured $Co/Cu(001)$: From Surface Ripples to Nanowires, *Phys. Rev. Lett.* **91**(16), 167207–4 (Oct. 2003).
- [171] F. Bisio, R. Moroni, F. B. de Mongeot, M. Canepa, and L. Mattera, Tuning the magnetic anisotropy of ultrathin $Fe/Ag(001)$ films from biaxial to uniaxial by ion sculpting, *Applied Physics Letters* **89**(5), 052507 (2006).

- [172] F. Bisio, R. Moroni, F. B. de Mongeot, M. Canepa, and L. Mattera, Isolating the Step Contribution to the Uniaxial Magnetic Anisotropy in Nanostructured Fe/Ag(001) Films, *Phys. Rev. Lett.* **96**(5), 057204 (2006).
- [173] J. H. Wolfe, R. K. Kawakami, W. L. Ling, Z. Q. Qiu, R. Arias, and D. L. Mills, Roughness induced in plane uniaxial anisotropy in ultrathin Fe films, *J. Magn. Magn. Mater.* **232**(1-2), 36–45 (June 2001).
- [174] Y. Park, E. E. Fullerton, and S. D. Bader, Growth-induced uniaxial in-plane magnetic anisotropy for ultrathin Fe deposited on MgO(001) by oblique-incidence molecular beam epitaxy, *Appl. Phys. Lett.* **66**(16), 2140–2142 (Apr. 1995).
- [175] S. van Dijken, G. Di Santo, and B. Poelsema, Influence of the deposition angle on the magnetic anisotropy in thin *Co* films on *Cu*(001), *Phys. Rev. B* **63**(10), 104431 (Feb. 2001).
- [176] R. Arias and D. Mills, Theory of roughness-induced anisotropy in ferromagnetic films : the dipolar mechanism., *Phys. Rev. B* **59**(18), 11871–11881 (1999).
- [177] S. Hajjar, G. Garreau, S. Pelletier, D. Bolmont, and C. Pirri, $p(1 \times 1)$ to $c(4 \times 8)$ periodicity change in ultrathin iron silicide on Si(111), *Phys. Rev. B* **68**(3), 033302–4 (July 2003).
- [178] M. Krause, F. Blobner, L. Hammer, K. Heinz, and U. Starke, Homogeneous surface iron silicide formation on Si(111) : The $c(8 \times 4)$ phase, *Phys. Rev. B* **68**(12), 125306–11 (Sept. 2003).
- [179] S. Hajjar, PhD thesis, Université de Haute Alsace, 2004.
- [180] M. Cougos dos Santos, J. Geshev, J. Schmidt, S. Teixeira, and L. Pereira, *Phys. Rev. B* **61**, 1311 (2000).
- [181] S. B. Ubizskii, Orientational states of magnetization in epitaxial (1 1 1)-oriented iron garnet films, *J. Magn. Magn. Mater.* **195**(3), 575–582 (June 1999).
- [182] S. B. Ubizskii, Magnetization reversal modelling for (1 1 1)-oriented epitaxial films of iron garnets with mixed anisotropy, *J. Magn. Magn. Mater.* **219**(1), 127–141 (Aug. 2000).
- [183] H. F. Ding, S. P $\tilde{A}$ $\frac{1}{4}$ ttter, H. P. Oepen, and J. Kirschner, Spin-reorientation transition in thin films studied by the component-resolved Kerr effect, *Phys. Rev. B* **63**(13), 134425 (Mar. 2001).
- [184] S. Rusponi, G. Costantini, C. Boragno, and U. Valbusa, Ripple Wave Vector Rotation in Anisotropic Crystal Sputtering, *Phys. Rev. Lett.* **81**(13), 2735– (Sept. 1998).
- [185] S. van Dijken, L. C. Jorritsma, and B. Poelsema, Steering-Enhanced Roughening during Metal Deposition at Grazing Incidence, *Phys. Rev. Lett.* **82**(20), 4038– (May 1999).
- [186] W. D. Luedtke and U. Landman, Molecular-dynamics studies of the growth modes and structure of amorphous silicon films via atom deposition, *Phys. Rev. B* **40**(17), 11733– (Dec. 1989).

- [187] J. G. Amar, Effects of long-range interactions in metal epitaxial growth, *Phys. Rev. B* **67**(16), 165425–5 (Apr. 2003).
- [188] J. Seo, S.-M. Kwon, H.-Y. Kim, and J.-S. Kim, Steering effect on the shape of islands for homoepitaxial growth of Cu on Cu(001), *Phys. Rev. B* **67**(12), 121402–4 (Mar. 2003).
- [189] G. Garreau, J. L. Bubendorff, S. Hajjar, D. Berling, S. Zabroki, A. Mehdaoui, R. Stephan, P. Wetzel, G. Gewinner, and C. Pirri, Magnetic anisotropy versus morphology in Fe films deposited on ultrathin iron silicides, *Phys. Status Solidi C* **1**(12), 3726–3730 (2004).
- [190] J. L. Bubendorff, S. Zabrocki, G. Garreau, , S. Hajjar, R. Jaafar, D. Berling, A. Mehdaoui, C. Pirri, and G. Gewinner, Origine of the magnétic anisotropy in ferromagnetic layers deposited at oblique incidence, *Europhys. Lett* **75**, 1–7 (2006).
- [191] A. V. Petukhov, A. Kirilyuk, and T. Rasing, Surface-induced transverse magneto-optical Kerr effect, *Phys. Rev. B* **59**(6), 4211 (Feb. 1999).
- [192] J. Hamrle, J. Ferre, J. P. Jamet, V. Repain, G. Baudot, and S. Rousset, Vicinal interface sensitive magneto-optical Kerr effect : Application to Co/Au(322), *Phys. Rev. B* **67**(15), 155411–7 (Apr. 2003).
- [193] A. Sommerfeld, *Optics*, volume IV of *Lectures on theoretical physics*, Academic Press Inc. New York, 1954, page 154-158.
- [194] R. Stephan, A. Mehdaoui, D. Berling, D. Bolmont, G. Gewinner, P. Wetzel, S. Zabrocki, S. Hajjar, G. Garreau, J. Bubendorff, and C. Pirri, In-plane uniaxial magnetic anisotropy of thin Fe layers on Si(1 1 1) induced upon grazing deposition of a Si capping layer, *J. Magn. Magn. Mater.* **293**(2), 746–753 (May 2005).
- [195] W. Felsch, *Angew. Phys. E.* **29**, 217 (1970).
- [196] K. W. Kim, Y. Hyun, R. Gontarz, Y. Kudryavtsev, and Y. P. Lee, Peculiar magneto-optical and magnetic properties of Au-Fe alloy films and Au/Fe multilayered films, *Phys. Status Solidi A* **196**(1), 197–200 (2003).
- [197] Q. Sun, A. K. Kandalam, Q. Wang, P. Jena, Y. Kawazoe, and M. Marquez, Effect of Au coating on the magnetic and structural properties of Fe nanoclusters for use in biomedical applications : A density-functional theory study, *Phys. Rev. B* **73**(13), 134409–6 (Apr. 2006).
- [198] Y. Wu, C. Won, H. Zhao, and Z. Qiu, Surface magneto-optic Kerr effect study of Co thin films grown on double curved Cu(111), *Phys. Rev. B* **67**, 094409 (2003).
- [199] N. Mikuszeit, S. Putter, and H. Oepen, Thickness dependent magnetization canting in Co on Cu(1 1 13), **268**, 340–347 (2004).
- [200] R. Birrs, *Symmetry and Magnetism*, volume III of *Monographs on Related Topics in Solid State Physics*, North Holland Amsterdam, 1964.
- [201] E. Trémolet de Lacheisserie, P. Morin, and J. Rouchy, *Annales de Physique* **3**, 419 (1978).

- [202] J. Kerr, *Philos.Mag* **3**, 321 (1877).
- [203] S. R. Hubert Alex, *Magnetic Domains : The Analysis of Magnetic Microstructures*, Springer, 1969.
- [204] A. Zvesdin and V. Kotov, *Modern magnetooptics and magneto-optical materials*, Studies in condensed matter physics, Taylor and Francis Group LLC, 1997.
- [205] S. D. Bader, E. R. Moog, and P. Grunberg, Magnetic hysteresis of epitaxially-deposited iron in the monolayer range kerr effect experiment in surface magnetism, *J. Magn. Magn. Mater.* **53**(4), L295–L298 (1986).
- [206] E. R. Moog and S. D. Bader, Smoke signals from ferromagnetic monolayers $(1 \times 1) \text{ Fe/Au}(100)$, *Superlattices And Microstructures* **1**(6), 543–552 (1985).
- [207] J. Badoz, M. Billardon, J. C. Canit, and M. F. Russel, Sensitive Devices to determine state and degrees of polarization of a light-beam using birefringence modulator, *Journal of Optics-Nouvelle Revue d’optique* **8**(6), 373–384 (1977).
- [208] P. Q. J. Nederpel and J. W. D. Martens, Magneto-Optical Ellipsometer, *Rev. Sci. Instrum.* **56**(5), 687–690 (1985).
- [209] K. Sato, Measurement of magneto-optic kerr effect using piezo-birefringent modulator, *Japanese Journal of Applied Physics* **20**(12), 2403–2409 (1981).
- [210] C. Y. You and S. C. Shin, Generalized analytic formulae for magneto-optical Kerr effects, *J. Appl. Phys.* **84**(1), 541–546 (1998).
- [211] C. Y. You and S. C. Shin, Derivation of simplified analytic formulae for magneto-optical Kerr effects, *Appl. Phys. Lett.* **69**(9), 1315–1317 (1996).
- [212] A. Hubert and G. Traeger, Magneto-optical sensitivity functions of thin-film systems, *J. Magn. Magn. Mater.* **124**(1-2), 185–202 (1993).
- [213] S. Visnovsky, Magneto-optic effects in ultrathin structures at longitudinal and polar magnetizations, *Czechoslovak Journal of Physics* **48**(9), 1083–1104 (Sept. 1998).
- [214] S. Visnovsky, Magneto-optical ellipsometry, *Czech. J. Phys.* **36**, 625–650 (1986).
- [215] Z. Q. Qiu, J. Pearson, and S. D. Bader, Magneto-optic kerr ellipticity of epitaxial Co/Cu overlayers and superlattices, *Phys. Rev. B* **46**(13), 8195–8200 (1992).
- [216] J. Zak, E. R. Moog, C. Liu, and S. D. Bader, Magneto-optics of multilayers with arbitrary magnetization directions, *Phys. Rev. B* **43**(8), 6423–6429 (Mar. 1991).
- [217] S. Visnovsky, M. Nyvlt, V. Prosser, R. Lopusnik, R. Urban, J. Ferre, G. Penissard, D. Renard, and R. Krishnan, Polar magneto-optics in simple ultrathin-magnetic-film structures, *Phys. Rev. B* **52**(2), 1090–1106 (July 1995).
- [218] P. Yeh, Optics of anisotropic layered media a new 4×4 matrix algebra, *Surf Sci* **96**(1-3), 41–53 (1980).

- [219] L. Onsager, Reciprocal relations in irreversible processes. II, *Phys. Rev.* **37**, 405–426 (1931).
- [220] L. Onsager, Reciprocal relations in irreversible processes. I, *Phys. Rev.* **38**, 2265–2279 (1931).
- [221] H. B. G. Casimir, On Onsager’s Principle of Microscopic Reversibility, *Rev. Mod. Phys.* **17**, 343–350 (1945).
- [222] S. Visnovsky, Magneto-optical permittivity tensor in crystals, *Czech.J.Phys* **B36**, 1424–1433 (1986).
- [223] K. Postava, J. Pistora, D. Ciprian, D. Hrabovsky, M. Lesnak, and A. Fert, Linear and quadratic magneto-optical effects in reflection from a medium with an arbitrary direction of magnetization, *Proc. SPIE* **3820**, 421–422 (1999).
- [224] I. Kopriva, D. Hrabovsky, D. Postava, K. Ciprian, F. Pistora, and A. Fert, Anisotropy of the quadratic magneto-optical effects in a cubic crystal, *Proc. SPIE* **4016**, 54–59 (1999).
- [225] B. Sepulveda, Y. Huttel, C. M. Boubeta, A. Cebollada, and G. Armelles, Linear and quadratic magneto-optical Kerr effects in continuous and granular ultrathin monocrystalline Fe films, *Phys. Rev. B* **68**(6), 064401 (2003).
- [226] E. C. Stoner and E. P. Wohlfarth, *Philos. Trans. R. Soc. London Ser. A* **240**, 599 (1948).