



HAL
open science

Microscopie magnétique locale par intégration de nanocapteurs magnéto-résistifs

Julien Moulin

► **To cite this version:**

Julien Moulin. Microscopie magnétique locale par intégration de nanocapteurs magnéto-résistifs. Electromagnétisme. Université Paris-Saclay, 2020. Français. NNT : 2020UPASP025 . tel-02976807

HAL Id: tel-02976807

<https://theses.hal.science/tel-02976807>

Submitted on 23 Oct 2020

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.

Microscopie magnétique locale par intégration de nanocapteurs magnétorésistifs

Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay

École doctorale n° 564, Physique en Île-de-France (EDPIF)

Spécialité de doctorat : Physique

Unité de recherche : Service de physique de l'état condensé, Université Paris-Saclay,
CEA, CNRS, SPEC, 91191, Gif-sur-Yvette, France

Référent : Faculté des sciences d'Orsay

**Thèse présentée et soutenue à Gif-sur-Yvette, le
25/09/2020, par**

Julien MOULIN

Composition du Jury

Vincent CROS

Directeur de recherche, Laboratoire CNRS/Thalès

Président du Jury

Thomas HAUET

Maître de Conférence (HDR), Institut Jean Lamour

Rapporteur & Examineur

Olivier KLEIN

Cadre scientifique des EPIC, SPINTEC

Rapporteur & Examineur

Gaël SEBALD

Professeur, INSA Lyon

Examineur

Nicolas VUKADINOVIC

Ingénieur de recherche, Dassault Aviation

Examineur

Myriam PANNETIER-LECOEUR

Cadre scientifique des EPIC, CEA SPEC

Directrice de thèse

Aurélié SOLIGNAC

Cadre scientifique des EPIC, CEA SPEC

Co-encadrante de thèse

Natalia SERGEEVA-CHOLLET

Cadre scientifique des EPIC, CEA LIST

Co-encadrante de thèse

Remerciements

La majorité des expériences présentées dans ce manuscrit ayant été conduites au Service de Physique de la Matière Condensée sur le site CEA d'Orme des Merisiers, je souhaite remercier en tout premier lieu François Daviaud puis Patrice Roche de m'avoir accueilli dans leur service, ainsi que Claude Fermon, puis Michel Viret dans leur laboratoire.

Mes remerciements s'adressent aussi et tout particulièrement à mon trio d'encadrantes de stage. En premier lieu, je remercie Aurélie, pour sa patience, sa disponibilité et la confiance qu'elle m'a accordée au quotidien tout au long de ce projet. J'espère que ton premier thésard t'a donné envie d'en encadrer plein d'autres ! Merci aussi à Natalia, ma seconde encadrante, pour sa terrible gentillesse et pour la fraîcheur de cette vision plus appliquée qu'elle a insufflée au projet. Enfin, un grand merci à ma directrice de thèse, Myriam, en particulier pour toutes ces discussions souvent éclairantes et son regard toujours bienvenu et pertinent sur mon travail.

Vient maintenant le moment de remercier chaleureusement tous ceux qui m'ont épaulé de près ou de loin et qui ont fait de cette thèse de doctorat une belle expérience. Un immense merci à Andrin pour sa bonne humeur, son humour, son aide précieuse à tout moment et ses longs cheveux blonds. Un grand bravo à Chloé qui a réussi à survivre plus de 3 ans à ma présence dans le même bureau et pour tous ces petits instants « Python » qui rendent la vie plus belle. Un grand merci à Elo et Greg' pour tous ces coups de mains (toujours gratuits !) et sans qui je ne serais probablement pas allé bien loin non plus. Merci à Claude pour ses lumières quand les questions se faisaient plus retorses. J'ai aussi une pensée amicale pour les différents stagiaires qui ont apporté leur pierre à l'édifice et en particulier Charlélie (avec son efficacité et son humour décapant), Léo-Paul, Antoine mais aussi Benjamin et Mélénie, du côté de la DRT. Je souhaite à Wanissa une bonne continuation en thèse avec Aurélie. Et si celle-ci est en visio, dis-toi que tu as déjà un spectateur d'acquis.

Je remercie les membres du jury qui ont accepté d'examiner ce travail de thèse : Vincent Cros (CNRS/Thalès), Thomas Hauet (Institut Jean Lamour), Olivier Klein (SPINTEC), Gaël Sebald (INSA Lyon) et Nicolas Vukadinovic (Dassault Aviation). L'attention qu'ils ont consacré à mes travaux, leur culture scientifique et la richesse des échanges notamment à l'issue de la soutenance que nous avons eu m'ont permis de finaliser ce manuscrit pour un résultat qui, je l'espère, trouvera grâce à leurs yeux. Je retiendrai aussi de cette soutenance, « en conditions COVID » leur regard très juste et bienveillant sur ma façon de faire de la science. J'en sors avec un mantra, partagé parmi nous à l'unanimité et formulé par l'un d'entre vous : « C'est pas parce qu'on parle de choses sérieuses qu'il faut trop se prendre au sérieux ».

Un grand merci au gens du labo pour leur accueil et les bons moments qui ont jalonné ces 3 années. Merci aux tauliers, les permanents de la boutique : Michel, J-B, Jean-Yves, Grégoire, Gwen, Dana, Corinne, Antoine, Hélène, Anne, Dorothée, Gérard... Merci aux membres plus « volatils » du labo, et ils sont nombreux : Théophile, Vincent, Manon, F-D, Nathanaël, Maïkane, Mathieu, Romain, Fawaz, Noël « El Condor » Montebianco, Jacob, Olivier, Victoria, Laurence, Sylvio, Xavier, Samson, Paul, Anas, Pamela, Steeve, Igor, Titiksha. La salle café et ses habitués me manqueront aussi tout particulièrement. Je repenserai avec nostalgie à toutes ces discussions « Cognac et Politique » avec Yannick qui a également eu la gentillesse d'accepter d'être mon parrain de thèse, les « instants culturels » avec Sylvain et tous les autres ; La Team Cryo : (Aurélia, Patrick, Philippe, Mathieu), Les théoriciens de l'extrême (Ludo, Adel, Ramon, Shuangying, Cyrille, Geneviève, Sacha), Vishal, Fernanda, Daniela...

Cette thèse s'est aussi enrichie des interactions et le cas échéant des collaborations avec de nombreuses personnes. Je pense en particulier à Stephen, Mafalda et Vincent Cros de l'unité mixte CNRS/Thalès pour ces manips et toutes ces discussions plus que passionnantes. Je remercie chaleureusement les équipes de Brüker (Mikaël Febvre et Jérôme Beaumale) et CSI (Louis Pacheco) pour m'avoir autorisé à utiliser dans ce manuscrit les mesures réalisées ensemble avec leurs appareils de microscopie. Je remercie également les deux membres de mon comité de suivi pour l'école doctorale : Yannick (merci une fois de plus) et Loïc Rondin pour la pertinence de ses questions et son regard expert. Merci aussi Loïc pour cette visite de ton labo (le LAC) qui m'a permis d'entrevoir un peu mieux ces jolis systèmes que sont les centres NV.

La décision de faire une thèse est venue progressivement au gré des rencontres qui ont balisé ma formation et mes débuts timides en tant que scientifique. La première à avoir détecté quelque chose et à m'avoir poussé dans cette voie à sûrement été ma professeure de physique de terminal Mme Flaugère. Je la remercie d'avoir su avec ses mots m'expliquer que la physique c'était quand même quelque chose de super sympa à faire. Au milieu de la période complexe que constitue le passage par les classes prépa, M. Jousset, Mme Ringot et M. Puyhaubert ont compris que le côté très expérimental de l'ESPCI était probablement ce qu'il me fallait. Aujourd'hui je pense dire sans me tromper qu'ils avaient raison et je les remercie pour m'avoir guidé dans cette direction. Parmi les passionnés qui ont aussi contribué à me donner le goût de la recherche je tiens à remercier Mme Dominique Coquillat du laboratoire Charles Coulomb de Montpellier et aussi mes professeurs en école d'ingénieurs, avec une pensée particulière pour M. Jérôme Vial et Mme Isabelle Rivals. Enfin, la pierre décisive qui a définitivement fixé mon choix a sûrement été posée par Antoine Cagniant et Ludovic Delière. Merci à vous deux de m'avoir convaincu de me lancer dans cette aventure particulière qu'est la vie de thésard. Bien joué à vous !

Introduction

Merci à ma famille pour les conseils parfois et surtout pour m'avoir fait penser à autre chose qu'à la thèse pendant tout ce temps. Merci à ma mère et à Cyrielle d'avoir empêché le labrador de me broyer les côtes pendant mes instants de repos chez vous. Merci à mon père (Doc. Moulin, premier de la lignée) et à ma sœur Marie pour leurs avis, leurs encouragements et leurs relectures. Merci aux amis, de l'ESPCI, de la prépa Joffre et d'ailleurs, pour tous ces moments de coupure nécessaires pendant trois années bien remplies.

J'ai une pensée émue pour mon grand-père, Dédé, qui m'a appris que d'où que l'on vienne (même du fin fond de l'Ardèche) la curiosité n'était jamais vraiment un défaut. Il faut être curieux de tout, prendre du plaisir à expliquer, à faire, à apprendre et ne jamais oublier de s'émerveiller en chemin. Cette thèse est aussi un peu la tienne, papy. Enfin et surtout, merci infiniment à Anaëlle pour son soutien sans faille pendant ces trois années.

Merci à tous et bonne lecture.



Julien

Acronymes et abréviations

AFM : Atomic Force Microscopy

AMR : Anisotropic MagnetoResistance

ANOVA : ANalysis Of VAriance

CIP/CPP : Current In Plan / Current Perpendicular to Plan

CMP : Chemical-Mechanical Polishing

CND/NDT : Contrôle Non-Destructif / Non-Destructive Testing

CMOS : Complementary Metal Oxide Semi-conductor

CVD : Chemical Vapor Deposition

DOS : Density Of State

DSP : Densité Spectrale de Puissance

ESD : ElectroStatic Discharge

GMR : Giant MagnetoResistance

IBE : Ion Beam Etching

MEB : Microscopie Electronique à Balayage

MFM : Magnetic Force Microscopy

MRAM : Magnetic Random Access Memory

NV : Nitrogen Vacancy

OOMMF : Object Oriented MicroMagnetic Framework project

OPM : Optically pumped magnetometer

PCB : Printed circuit board

PMMA : Polyméthacrylate de méthyle

PVD : Physical Vapor Deposition

QFN : Quad Flat No-leads package

RIE : Reactive Ion etching

RKKY : Ruderman-Kittel-Kasuya-Yoshida (couplage)

ROI : Region Of Interest

RPM : Rotation Par Minute

RTN : Random Telegraphic Noise

SAF : Synthetic AntiFerromagnet

SEM : Scanning Electron Microscopy

SIMS : Secondary Ion Mass Spectrometer

Introduction

SMRM : Scanning MagnetoResistance Microscopy

SNOM : Scanning Near-field Optical Microscope

SQUID : Superconducting QUantum Interference Device

STM : Scanning Tunneling Microscopy

STD : STandarD

TEM : Transmission Electron Microscopy

TMR/MTJ : Tunnel MagnetoResistance/Magnetic Tunnel Junction

XMCD : X-ray magnetic circular dichroism

Introduction

« Les gens ont oublié comment raconter une histoire. Les histoires n'ont plus de milieu ni de fin. Elles ont généralement un début qui ne cesse jamais de commencer. »

Steven Spielberg

Durant les dernières décennies, des progrès conséquents et rapides ont été réalisés dans le domaine de l'électronique, corrélés avec l'essor des technologies du numérique et leur accès croissant pour le grand public. Cet engouement, partagé par la communauté scientifique et l'industrie a conduit à des avancées technologiques majeures, dans les domaines de la miniaturisation et des couches minces. L'essor de ces techniques a ainsi permis l'émergence d'une nouvelle discipline, née de l'intégration de matériaux magnétiques au sein de structures en couches minces : l'électronique de spin ou spintronique, qui utilise les propriétés du spin de l'électron. La naissance de la spintronique est souvent associée avec la découverte de l'effet de magnétorésistance géante (GMR) en 1988 : il a été observé dans ces structures une forte variation des propriétés de conduction électrique en fonction du champ magnétique qui leur est appliqué. En 1991, l'invention de la vanne de spin ouvre la porte aux applications de magnétométrie tandis qu'au début des années 2000, la mise en évidence de grandes magnétorésistances (par exemple, Parkin *et al.* rapportent des valeurs de MR supérieures à 200 % en 2004) dans des jonctions tunnel magnétiques (TMR) offre de nouvelles promesses au niveau de la miniaturisation. On peut assimiler, de façon simplifiée, le comportement de ces deux technologies de capteurs à l'action de deux couches minces ferromagnétiques séparées par une couche non magnétique. La première couche ferromagnétique est dite « libre » car son aimantation peut s'orienter selon la direction du signal magnétique alors que l'aimantation de la couche de référence, aussi appelée couche « dure », reste fixe. La résistance de l'ensemble varie en fonction de l'angle relatif entre les aimantations des deux couches.

Les technologies GMR et TMR se sont ancrées fermement dans les domaines de l'industrie et de la recherche, si bien qu'on les retrouve aujourd'hui pour des champs d'application très diverses. Après une utilisation massive comme capteur magnétique dans les têtes de lectures des disques dur, motivée par la possibilité de réaliser des dispositifs frôlant la dizaine de nanomètres, la TMR connaît notamment un regain d'intérêt ces dernières années. Cette popularité actuelle est née en particulier de l'emploi des TMR dans les technologies du stockage de données numériques et s'est concrétisée notamment en 2019 avec le lancement de la première mémoire magnétique intégrée commerciale, eMRAM, par Samsung. Du côté de la magnétométrie, les capteurs magnétorésistifs sont également très présents. Du fait de leur limite de détection typique, de l'ordre de quelques nanoteslas à température ambiante, ainsi que de leur facilité d'intégration avec la technologie CMOS, ceux-ci sont largement utilisés pour la mesure de faibles champs magnétiques, dans des domaines tels que l'industrie automobile, le contrôle non-destructif ou encore l'étude des systèmes biologiques.

Presque simultanément à la découverte de la GMR, la microscopie à force atomique (AFM), permettant de mesurer les variations de la topographie d'un échantillon en déplaçant à sa surface un micro-bras de levier asservi par une électronique dédiée, est inventée par Binnig *et al.* en 1985 à la suite de la découverte de la microscopie tunnel (STM) quelques années plus tôt. La famille des

microscopies à sonde locales, née de ces deux inventions, a ainsi pu fournir des outils de contrôle, de caractérisation aux échelles nanométrique et micrométrique et a ainsi amplement participé au développement de la microélectronique et des nanotechnologies. Le développement de méthodes mixtes, couplant la technologie AFM à la mesure d'une autre grandeur physique permet, en plus de la mesure du relief, d'obtenir des informations spécifiques sur la physique d'un échantillon. On a ainsi vu apparaître des microscopies couplant l'AFM et l'optique (SNOM - Scanning Near-field Optical Microscope), la fluorescence, l'effet Raman, mais aussi, et c'est le cas qui nous intéressera tout particulièrement, le magnétisme.

Dans le cadre de ce travail de thèse nous développons un dispositif de microscopie magnétique à sonde locale. Celui-ci repose sur la fabrication et l'utilisation de micro-bras de levier flexibles intégrant un ou plusieurs capteurs magnétorésistifs de taille caractéristique typique de l'ordre du micromètre. Une telle sonde permet d'obtenir l'information topographique d'un échantillon ainsi que son information magnétique de manière décorrélée. La mesure ainsi obtenue par le capteur GMR est quantitative, large bande (DC - 100 MHz), robuste dans le temps et ne nécessite pas de recalibration ou de ré-aimantation régulière de la sonde. L'imagerie de courants dans les circuits électroniques ou encore l'étude de la structure de roches, d'alliages, de poudres magnétiques sont autant d'applications potentielles pour ce système. La démonstration de faisabilité de l'intégration de capteurs micro-GMR sur des bras de levier a fait l'objet d'un certain nombre de travaux dont notamment ceux de Nakamura *et al.* (2002) et plus récemment de Costa *et al.* (2015). De même, la possibilité de la réalisation de nano-GMR a été également démontrée sans toutefois montrer une maturité technologique pour des applications de mesure de champ. On citera par exemple des travaux de Wood *et al.* (2005) ou encore de Liang *et al.* (2017) qui portent sur ce sujet. Le fil rouge de ce manuscrit porte sur l'association de ces deux idées : la fabrication et l'intégration de nanocapteurs GMR sur des micro-bras de levier AFM pour la caractérisation quantitative d'échantillons magnétiques à l'échelle submicronique.

Le Chapitre 1 de ce manuscrit contextualise le développement du dispositif de microscopie magnétique qui constitue l'objet de cette thèse. Il est divisé en deux parties. La première partie permet au lecteur de se réapproprier les concepts de base de magnétisme, en particulier aux petites dimensions, et sur lesquels vont reposer les discussions et interprétations par la suite. L'attention sera attirée sur l'influence des « défauts » sur la réponse magnétique locale. La seconde partie de ce chapitre dresse l'état de l'art des techniques de microscopies magnétiques locales. Les performances de différentes méthodes, en particulier celles intégrant une technologie de capteur magnétique sur un bras de levier seront comparées notamment en vue d'une des finalités de cette thèse, à savoir la cartographie locale de la réponse magnétique des matériaux. Cette réponse peut être statique et concerner les champs de fuites de ce matériau, elle peut aussi être dynamique (AC) et caractériser la réponse magnétique du matériau à une excitation extérieure à une fréquence donnée. L'image obtenue dans ce second cas dépend donc de la variation locale de la

susceptibilité magnétique de l'échantillon. Parmi ces technologies on retrouve les pointes magnétiques pour MFM, (Magnetic Force Microscopy), les SQUID (Superconducting Quantum Interference Devices), les sondes de Hall, les magnétomètres atomiques basés sur des centres colorés du diamant et les capteurs magnétorésistifs.

Le Chapitre 2 introduit les outils de compréhension des effets physiques, de la conception pratique et de la caractérisation des capteurs magnétorésistifs. Dans une première partie, les principes physiques inhérents aux effets GMR et TMR sont exposés. Nous verrons comment ceux-ci conditionnent et guident les choix relatifs à la structuration de l'empilement des couches minces dans les capteurs. Dans une seconde partie, les grandeurs et outils métrologiques employés pour caractériser les capteurs seront détaillés. En termes de performances de mesures, la notion de détectivité en $T \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ (densité spectrale de bruit équivalent en champ) sera introduite comme critère de référence. La méthodologie de mesure bas bruit pour l'acquisition de la réponse des capteurs sera explicitée.

Le Chapitre 3 présente les résultats d'une étude portant sur la réduction du bruit magnétique dans les capteurs GMR. L'objectif est de contrôler précisément l'intensité d'un piégeage magnétique de la couche libre de capteur afin de réduire le niveau de bruit. Trois techniques de piégeage, pouvant être combinées entre elles, sont présentées : le piégeage par un champ magnétique extérieur, par anisotropie de forme ou par couplage interne au sein de la structure GMR. L'utilisation de ces stratégies permet la stabilisation de la réponse du capteur et l'amélioration de la limite de détection d'un ordre de grandeur. Nous verrons dans la seconde partie de ce chapitre comment il est également possible d'obtenir des informations physiques sur les fluctuateurs magnétiques à l'origine du bruit, grâce à un contrôle du piégeage du capteur. Il est ainsi possible sous certaines hypothèses de calculer l'énergie, le taille du fluctuateur ou encore l'amplitude spatiale de la fluctuation.

Le Chapitre 4 détaille la démarche de nanofabrication et de caractérisation de nanocapteurs GMR. La recherche d'un procédé de fabrication robuste, simple et conservatif vis-à-vis des propriétés obtenues en microfabrication est illustrée et aboutit à l'adoption d'un procédé d'amincissement de micro-GMR par une étape de lithographie électronique. Les grandeurs caractéristiques des nano-GMR fabriquées sont comparées aux mesures de micro-GMR réalisées suivant le procédé standard. Des capteurs fonctionnels, présentant des tailles caractéristiques (largeur du barreau GMR) pouvant atteindre 100 nm sont obtenus. L'évolution des performances par comparaison au protocole de fabrication standard est continue malgré l'ajout de l'étape d'amincissement.

Le Chapitre 5 présente le dispositif de microscopie à sonde locale. Dans la première partie de ce dernier, le principe de fonctionnement du dispositif est détaillé. Après une description du protocole de fabrication et des méthodes de caractérisation des pointes GMR, la procédure de réalisation d'une image magnétique avec ce

dispositif est décrite, notamment au travers de l'exemple d'une cartographie du champ menée au moyen d'une pointe intégrant un nanocapteur GMR. L'accent est ensuite mis dans une seconde partie sur la mise en place de mesures avancées mobilisant le microscope ; prédiction de l'impact magnétique du capteur en prévision de la mesure d'échantillons « fragiles magnétiquement » (i.e., dont les propriétés magnétiques pourraient être modifiées ou dégradées par les champs de fuite du capteur), cartographie de susceptibilité magnétique, nouvelle génération de pointes GMR et stratégies pour améliorer la résolution latérale de la mesure.

Chaque chapitre se clôt sur un bref bilan de ses résultats principaux. Une conclusion générale ainsi que les perspectives de ce travail sont donnés à l'issue du dernier chapitre. Une section Annexes est présente en fin de manuscrit afin d'apporter des détails supplémentaires pour la compréhension de certaines méthodes et outils employés dans le corps de ce manuscrit. Les résultats de certains travaux « satellites » du sujet de ce manuscrit de thèse sont également résumés dans cette section.

Chapitre 1 :

Magnétisme à l'échelle locale

« Ecrire, c'est comme boxer, mais c'est aussi comme courir. [...] Ne laissez jamais la fatigue ni la peur vous en empêcher. Au contraire, utilisez-les pour avancer. »

Joël Dicker, *La vérité sur l'affaire Harry Québert*, 2012.

Chapitre 1 :	Magnétisme à l'échelle locale	1
I)	Un peu d'Histoire	5
II)	Matériaux magnétiques	7
1)	Classification des matériaux magnétiques – Susceptibilité.	7
a)	Diamagnétisme : $\chi < 0$	8
b)	Paramagnétisme : $0 < \chi < 10^{-3}$	8
c)	Ferromagnétisme : $\chi \gg 10^{-3}$	8
2)	Magnétisme dans les solides	9
a)	Approche quantique de l'atome isolé	9
b)	Magnétisme dans la matière condensée : 2 modèles à N corps	11
3)	Comportement d'un système ferromagnétique	11
a)	Définition énergétique du système	11
b)	Comportement d'un ferromagnétique idéal : le modèle macrospin	13
c)	Minimisation de l'énergie totale dans un système réel : cas des domaines ferromagnétiques	14
4)	Défauts structuraux et magnétisme local	15
a)	Introduction au problème : renversement sous champ d'un échantillon magnétique réel	15
b)	Courants de Foucault et détection de défauts macroscopiques	16
c)	Cas particulier des alliages Duplex : intérêt de la mesure de la réponse dynamique (susceptibilité)	18
III)	Magnétométrie à l'échelle locale	19
1)	Méthodes « plein-champ »	19
a)	Microscopies électroniques	20
b)	Interaction rayonnement – matière	21
2)	Scanning probe techniques	23
a)	Superconducting Quantum Interference Device (SQUID)	23
b)	Techniques à haute résolution latérale	24
c)	Sondes de Hall	26
d)	Microscopies magnéto-résistives	26
	Bibliographie	31

Table des Figures :

Figure 1-1 : Miroir olmèque en magnétite. ⁶	5
Figure 1-2 : Cuillère directive pour la divination. Chine, -220 avant J.C., Smith College Museum, Northampton, USA, Massachusetts.	6
Figure 1-3 : Expérience d'Ørsted, d'après ¹¹ (gauche). Expérience d'Ampère, d'après ¹² (droite).....	7
Figure 1-4 : Modèle « classique » des deux composantes (moment orbital et spin) du moment magnétique total de l'électron (e-) dans l'atome.....	9
Figure 1-5 : Faisceau d'atomes d'argent en l'absence de gradient de champ magnétique (gauche) et pour un gradient non nul (droite) d'après l'expérience de Stern et Gerlach ¹⁵	10
Figure 1-6 : Convention du modèle général de Stoner-Wohlfarth. \mathbf{M} correspond à l'aimantation de la couche mince, \mathbf{H}_0 au champ magnétique extérieur appliqué à l'échantillon. θ est l'angle entre l'aimantation et l'axe facile de l'échantillon. φ est l'angle entre l'axe facile et le champ magnétique appliqué.	14
Figure 1-7 : Image en microscopie magnéto-optique des domaines magnétiques d'une multicouche magnétique Co (5 nm) / Cu (3 nm) / Ni ₈₁ Fe ₁₉ (50 nm). Par décomposition du signal en fonction de la phase, il est possible d'observer simultanément (b) ou bien de façon séparée les domaines des deux couches magnétiques de Co (a) et Ni ₈₁ Fe ₁₉ (c). D'après Mc Cord et al. ¹⁷	15
Figure 1-8 : Deux types de parois de domaines : Bloch (gauche) et Néel (droite). $L > l \gg e$	15
Figure 1-9 : Renversement d'un macrospin unique (gauche) ou d'une assemblée de « spins » (droite) sous l'effet d'un champ magnétique. Tracé de l'aimantation normalisée en fonction du champ. Simulation OOMMF (Annexe I).....	16
Figure 1-10 : Schéma de principe d'une sonde à courants de Foucault, d'après ²⁰	17
Figure 1-11 : Microstructure d'un alliage Duplex vieilli thermiquement observée en microscopie par sonde de Kelvin (SKPFM) ³³ . On distingue les phases austénite (zones claires), ferrite (zones marrons) et sigma (zones les plus sombres), d'après ³¹	18
Figure 1-12 : (a) Cartographie SEMPA (Scanning Electron Microscopy with Polarization Analysis) de la direction l'aimantation dans des micro-disques de fer d'épaisseurs e différentes, d'après Krautscheid et al. ⁴¹ . Reconstruction en microscopie Lorentz (LTEM - Lorentz Transmission Electron Microscopy) de la structure d'un morceau d'alliage FePd ⁴² (b). Cartographie de l'aimantation (c) et de l'induction (d) dans l'échantillon.	20
Figure 1-13 : Principe de l'XMCD : selon le sens de la polarisation du faisceau X , l'intensité absorbée X_{abs} varie, tout en étant spécifique à la composition chimique de l'échantillon ⁴⁸ (a). Image XMCD d'un demi-disque de LSMO d'après Finizio et al. ⁴⁹ (b). Le contraste est donné par la direction de l'aimantation dans le disque.....	21
Figure 1-14 : Principe de la microscopie par effet Kerr (gauche). L'onde incidente \mathbf{E}_{in} est réfléchi à la surface d'un matériau d'aimantation \mathbf{M} . L'onde réfléchi comporte une composante réfléchi « normalement » \mathbf{E}_{rn} , ainsi qu'une composante supplémentaire	

introduite par effet Kerr \mathbf{E}_{Kerr} . Principe de la microscopie Kerr en champ proche (SNOM) et application à l'imagerie de domaines dans un film de Bi : YIG d'après Vysokikh et al. ⁵² (droite) : topographie AFM (contraste rouge-noir) et signal Kerr (contraste orange-marron)..... 22

Figure 1-15 : Nano-SQUID d'après Vasyukov et al.⁶⁰ (gauche). Analyse d'une croix de Hall utilisant une sonde locale munie d'un nano-SQUID⁶¹. 23

Figure 1-16 : Principe de fonctionnement du MFM ⁶⁸ (a). Images d'un disque dur, Western Digital ⁶⁹ (b) et de la présence de skyrmions dans un empilement de couches minces (c) ⁷⁰. 24

Figure 1-17 : Principe de fonctionnement d'un imageur à centre NV (a). Levée de dégénérescence Zeeman des niveaux d'énergie du NV (b). Mesure des champs de fuite d'un vortex dans $Ni_{80}Fe_{20}$ avec deux sondes d'orientations différentes pour l'axe du magnétomètre atomique, d'après Rondin et al.⁸⁰ (c)..... 25

Figure 1-18 : Principe de l'effet Hall (gauche). Nanocapteur à effet Hall, 50×50 nm, sur pointe pour la microscopie à sonde locale, d'après Sandhu et al.⁹² (droite)..... 26

Figure 1-19 : Pointe AFM fonctionnalisée par une vanne de spin GMR (a). Inspection des deux composantes planaires des champs de fuite de motifs rectangulaires de $Co_{90}Fe_{10}$ de 11 nm d'épaisseur (b) et simulations associées (c) ¹⁰⁷. 28

Figure 1-20 : Tableau récapitulatif des techniques de microscopie magnétique. 29

I) Un peu d'Histoire...

Qu'ils soient posés patiemment sur la porte de notre réfrigérateur, ancrés au fond de l'électronique de nos voitures et ordinateurs ou bien au plus profond d'un accélérateur à particules, aimants et autres objets magnétiques ont pris une place de choix dans de nombreuses applications et cela jusque dans notre vie quotidienne. Pourtant, bien qu'il soit essentiellement aujourd'hui associé aux technologies « modernes » (information, transport, audiovisuel...), le magnétisme trouve sa place dans nos civilisations dès l'aube de l'Antiquité.

Il nous faut remonter au début du premier millénaire avant J.C. et à l'une des plus anciennes et mystérieuses des civilisations précolombiennes connues : les Olmèques. Contemporains des premiers Mayas, dont le peuple laisse ses premières traces vers -1000 avant J.C., les Olmèques sont vraisemblablement les premiers à trouver un intérêt, probablement mystique, aux objets magnétiques ¹ (Figure 1-1). En effet, de nombreux artefacts, notamment sculptures de jaguars ou bustes macrocéphales présentent des éléments-clé (yeux, pattes, perforations et décorations traditionnelles) manufacturés en matériau magnétique ^{2,3} comme l'ilménite FeTiO_3 ou encore d'autres minerais de fer. De plus, les édifices de cette civilisation sont nombreux à présenter une curieuse orientation Nord-Sud. L'hypothèse d'une première « boussole » magnétique précolombienne semble donc aujourd'hui de plus en plus s'imposer contre la théorie aujourd'hui répandue d'une invention chinoise de l'instrument ^{4,5}.

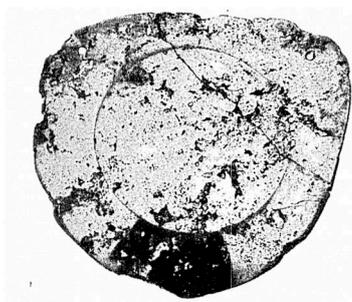


Figure 1-1 : Miroir olmèque en magnétite. ⁶

Ainsi, bien que le phénomène ait été probablement observé et utilisé depuis plusieurs centaines d'années, sur un autre continent, les premiers textes évoquant le magnétisme datent de -650 avant J.C. et sont attribués au chinois Guanzhong. L'auteur y évoque pour la première fois les pierres d'aimant, typiquement les oxydes magnétiques apparentés à la magnétite Fe_3O_4 . Celles-ci sont qualifiées de « pierres tendres » ou *tzhu shih* (la pierre qui aime) en référence à leur attraction pour les dérivés du Fer. Cette notion d'attraction, « d'amour », entre deux minéraux qui s'attirent mutuellement a perduré et survécu jusqu'à aujourd'hui à travers

l'étymologie du mot « aimant »⁷. Expérimentalement, c'est une fois de plus en Chine, quelques centaines d'années avant J.C., que le magnétisme trouve ses premières applications concrètes notamment à travers les proto-boussoles qui nous sont parvenues. Le premier « capteur magnétique » est né. La cuillère directive ou *sinan*, en pierre d'aimant, désignait ainsi, par l'orientation de son « aiguille », le sud géographique (pôle nord magnétique). Un exemple est représenté sur la Figure 1-2. Contrairement aux Olmèques dont aucun outil ne nous est parvenu, l'utilisation du *sinan* pour orienter certains tombeaux et chambres cérémonielles en Chine quant à elle été scientifiquement démontrée^{5,8}.



Figure 1-2 : Cuillère directive pour la divination. Chine, -220 avant J.C., Smith College Museum, Northampton, USA, Massachusetts.

L'utilisation et le perfectionnement de ce qui deviendra plus tard la boussole que nous connaissons se sont ensuite poursuivis puis transmis aux occidentaux pour conduire à sa démocratisation dans le domaine de la navigation maritime.

Pour trouver un texte occidental à vocation scientifique concernant les pierres magnétiques, il faut attendre le XIII^{ème} siècle et la lettre intitulée *De Magnete* de Pierre le Pèlerin de Maricourt au chevalier Sieger de Foucaucourt et dans laquelle sont exposées un certain nombre d'expériences et de propriétés qualitatives de ces matériaux. Pourtant, comme le constatent, à la fin du XVIII^{ème} siècle, D'Alembert et Diderot dans leur Encyclopédie, bien que plusieurs faits expérimentaux soient désormais établis en matière de magnétisme (existence de pôles, attraction et répulsion...), aucune théorie complète et convaincante n'a encore été produite à l'époque⁹. Et il faut attendre 1800 et l'apparition d'une véritable source électrique continue, la pile, obtenue par Alessandro Volta pour que les découvertes dans les domaines de l'électricité et de l'électromagnétisme s'enchaînent.

Parmi elles, on peut citer l'expérience de Hans Christian Ørsted en 1820, qui plaça une aiguille magnétique parallèlement à un fil alimenté par un courant électrique et pût observer une déviation de l'orientation de l'aiguille dépendant du sens de branchement de la pile. Cette expérience contribua à prouver l'existence d'un champ magnétique créé par le courant parcourant un fil. Ampère raffina cette

même année le constat en explicitant la force magnétique générée par un courant et en unifiant les concepts de dipôles magnétiques et de boucles de courant ¹⁰. Les reproductions des schémas originaux de ces expériences sont présentées sur la Figure 1-3.

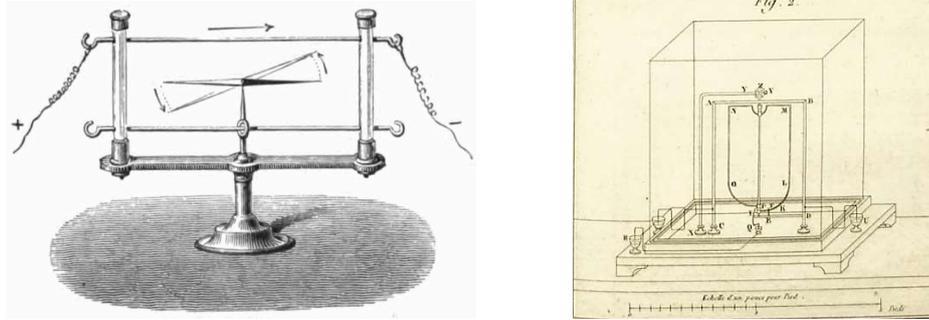


Figure 1-3 : Expérience d'Ørsted, d'après ¹¹ (gauche). Expérience d'Ampère, d'après ¹² (droite).

Dans la suite de ce chapitre, nous nous focalisons sur les propriétés fondamentales des matériaux magnétiques ainsi que sur l'état de l'art des techniques d'imagerie et de microscopie utilisées pour leur étude.

II) Matériaux magnétiques

1) Classification des matériaux magnétiques – Susceptibilité.

Dans un matériau magnétique, des groupes d'atomes se comportent comme des dipôles magnétiques dotés de moments magnétiques $\{\mathbf{m}_i\}$. Dans toute la suite de ce manuscrit, les grandeurs vectorielles sont écrites en caractères gras dans les équations. L'ensemble de ces moments possède un effet macroscopique que l'on peut assimiler à un unique vecteur d'aimantation \mathbf{M} tel que :

$$\mathbf{M} = \sum_i \mathbf{m}_i \quad (1.II.1)$$

Ainsi, l'induction magnétique \mathbf{B} à l'intérieur du matériau s'écrit comme la somme de deux termes dont le premier témoigne de l'influence du champ magnétique extérieur et le second de la réponse magnétique du matériau ¹³.

$$\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H} + \mu_0 \mathbf{M} \quad (1.II.2)$$

On peut alors réécrire (1.II.2) en introduisant \mathbf{B}_0 , l'induction magnétique générée par \mathbf{H} dans le vide.

$$\mathbf{B} = \mathbf{B}_0 + \mu_0 \mathbf{M} \quad (1.II.3)$$

Enfin, dans le cas général d'un matériau linéaire, on introduit le tenseur de susceptibilité $[\chi]$. Il quantifie le lien linéaire entre le champ magnétique et l'aimantation du matériau. Ainsi, en notant I la matrice identité, (1.II.3) devient :

$$\mathbf{B} = \mathbf{B}_0 + [\chi]\mathbf{B}_0 = (I + [\chi])\mathbf{B}_0 \quad (1.II.4)$$

Dans le cas d'un matériau également homogène et isotrope, les vecteurs \mathbf{B} et \mathbf{H} sont colinéaires. La susceptibilité se réduit donc à un scalaire χ , ce qui induit :

$$\mathbf{B} = (1 + \chi)\mathbf{B}_0 \quad (1.II.5)$$

En fonction de la valeur que prend χ , différentes catégories de matériaux sont à distinguer¹³.

a) Diamagnétisme : $\chi < 0$

Le diamagnétisme est un effet présent pour tous les matériaux. Lorsqu'ils sont plongés dans un champ magnétique, les électrons des atomes acquièrent par induction une vitesse angulaire de rotation orientée selon \mathbf{H} . Ce mouvement se concrétise par l'apparition d'un moment magnétique d'effet opposé à \mathbf{H} . La contribution en termes de susceptibilité pour ce matériau est donc négative et de valeur typiquement très faible ($|\chi| \sim 10^{-5}$). Lorsque d'autres phénomènes magnétiques propres au matériau sont présents (ferromagnétisme ou paramagnétisme) ceux-ci submergent alors naturellement la contribution diamagnétique.

b) Paramagnétisme : $0 < \chi < 10^{-3}$

Lorsqu'un atome possède des couches électroniques incomplètes et donc des électrons célibataires, alors il présente un moment magnétique. Un matériau paramagnétique possède une aimantation \mathbf{M} nulle à champ nul, mais lorsqu'un champ magnétique est appliqué, le matériau acquiert une aimantation globale dans le sens du champ. Le comportement du paramagnétisme est fortement dépendant de l'énergie thermique qui entraîne des fluctuations des moments atomiques.

c) Ferromagnétisme : $\chi \gg 10^{-3}$

Les capteurs dont nous discuterons dans la suite de ce mémoire reposent en particulier sur l'usage de matériaux ferromagnétiques. Ceux-ci présentent une susceptibilité magnétique positive et élevée pouvant atteindre des valeurs de l'ordre de 10^5 . Par comparaison avec le phénomène de paramagnétisme, on observe également un phénomène d'augmentation locale de l'induction magnétique lors de l'application d'un champ magnétique extérieur à un matériau ferromagnétique, ce qui témoigne de l'orientation des moments magnétiques. En revanche, non seulement cet effet est plus intense que dans le cas paramagnétique (de plusieurs ordres de grandeurs) mais on constate de plus une rémanence de l'aimantation macroscopique en l'absence de champ extérieur due à la présence d'une interaction d'échange parallèle entre les moments magnétiques. A tout matériau magnétique

on peut associer une température caractéristique, la température de Curie pour les ferromagnétiques (température de Néel pour les antiferromagnétiques), au-delà de laquelle le matériau devient paramagnétique.

2) Magnétisme dans les solides

a) Approche quantique de l'atome isolé

Les électrons sont des particules chargées, des fermions, qui possèdent un moment cinétique intrinsèque : le spin. Ce moment est caractérisé par un nombre quantique demi-entier ($s = 1/2$).

Dans le modèle classique, un électron non appaillé gravitant autour de son noyau atomique constitue un déplacement de charge circulaire et peut être modélisé par une boucle de courant. Or, Ørsted a mis en évidence qu'un tel système constitue un dipôle magnétique. L'électron possède donc une première composante de moment magnétique, d'origine orbitale, μ_l et de valeur :

$$\mu_l = -\frac{e}{2m_e} \cdot \sigma_l = \gamma \cdot \sigma_l \quad (1.II.6)$$

avec $\sigma_l = \mathbf{r} \times m_e \mathbf{v}$, le moment angulaire de l'électron et γ le rapport gyromagnétique ¹⁴.

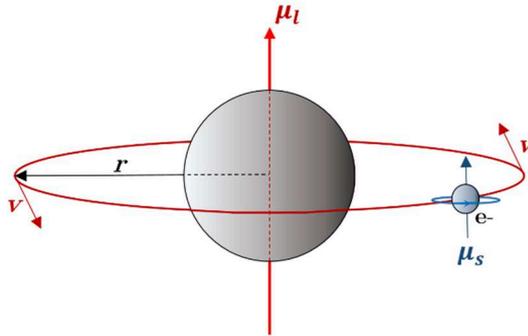


Figure 1-4 : Modèle « classique » des deux composantes (moment orbital et spin) du moment magnétique total de l'électron (e-) dans l'atome.

L'électron étant une particule quantique, ses niveaux d'énergie accessibles, au sein du nuage électronique d'un atome, sont quantifiés et représentés par un ensemble de quatre nombres quantiques. Le premier nombre quantique qui lui est associé est n . Chaque valeur de n est associée à la couche électronique dans laquelle se trouve l'électron.

Le moment angulaire σ_l est lui aussi quantifié, et tel que :

$$\sigma_l^2|\psi\rangle = l(l+1)\hbar^2|\psi\rangle \quad (1.II.7)$$

avec ψ la fonction d'onde associée à la particule. l peut alors prendre toutes les valeurs entre 0 et $n - 1$ et identifie la sous-couche électronique dans laquelle se situe l'électron : s, p, d... Le troisième nombre quantique associé m_l peut alors prendre toutes les valeurs entières comprises entre $-l$ et l . Il identifie la géométrie de l'orbitale dans laquelle se trouve l'électron.

Enfin, un quatrième nombre quantique est nécessaire à la description de l'électron, il s'agit du nombre quantique de spin m_s .

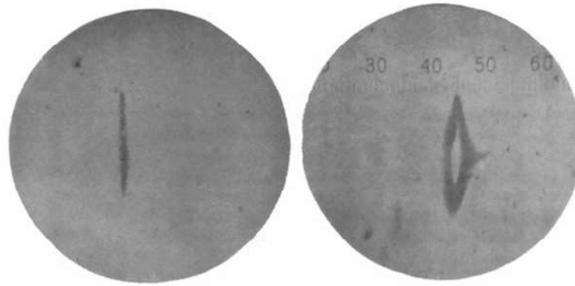


Figure 1-5 : Faisceau d'atomes d'argent en l'absence de gradient de champ magnétique (gauche) et pour un gradient non nul (droite) d'après l'expérience de Stern et Gerlach ¹⁵

En 1921, Otto Stern et Walther Gerlach canalisent un faisceau d'atomes d'argent ($[\text{Kr}] 4d^{10} 5s^1$) paramagnétique à travers un champ magnétique non uniforme présentant un gradient dans l'axe perpendiculaire au faisceau. L'électron de la sous-couche 5s ne possède pas de moment cinétique orbital ($l = m_l = 0$). En sortie du champ magnétique on s'attend donc classiquement à retrouver sur l'écran une unique tache de faisceau. Cependant, en présence d'un gradient de champ magnétique les deux expérimentateurs notent finalement un dédoublement du faisceau dans l'axe du gradient en deux composantes distinctes comme on peut le voir sur la Figure 1-5. Le moment orbital ne suffisant pas à expliquer cette observation, il faut alors faire appel au spin de l'électron pour expliquer le phénomène. Ce moment intrinsèque peut prendre deux orientations : $m_s = \pm 1/2$. On peut alors définir le moment magnétique de spin μ_s :

$$\mu_s = -\frac{e}{2m_e} \cdot g_s \cdot \sigma_s \quad (1.II.8)$$

avec g_s le facteur gyromagnétique du spin de l'électron et tel que $g_s \approx 2$. On note σ_s le moment cinétique de l'électron.

On peut alors définir pour un atome le moment magnétique total μ_j comme la somme du moment magnétique orbital et du moment magnétique de spin ¹⁴.

$$\boldsymbol{\mu}_j = \boldsymbol{\mu}_l + \boldsymbol{\mu}_s \approx -\frac{e}{2m_e}(\boldsymbol{\sigma}_l + 2 \cdot \boldsymbol{\sigma}_s) \quad (1.II.9)$$

La construction de ce moment magnétique total est explicité sur la Figure 1-4.

b) Magnétisme dans la matière condensée : 2 modèles à N corps

Pour décrire la réalité complexe du magnétisme dans un système à l'état condensé (solide, liquide), deux approches principales sont classiquement utilisées. Tout d'abord on peut considérer un système dans lequel les électrons responsables du magnétisme restent proches de leur noyau d'origine (modèle des électrons localisés) ou bien un système où les électrons sont capables de se déplacer librement (modèle des électrons itinérants).

i. Modèle des électrons localisés

La plupart des atomes possédant a priori un magnétisme à l'état isolé perdent cette caractéristique lors du passage à l'état moléculaire. Prenons par exemple le cas des hydrocarbures saturés (alcane). Les atomes de carbone et d'hydrogène possèdent des configurations électroniques à l'état fondamental présentant des électrons célibataires, C : $1s^2 2s^2 2p^2$ et H : $1s^1$ respectivement. Lors de la formation de liaisons covalentes au sein d'un composé C_nH_{2n+2} , ce magnétisme issu des électrons de valence $2p$ du carbone et $1s$ de l'hydrogène est perdu. Le magnétisme d'un atome dans un solide ne peut donc être dû qu'à des électrons non appariés présents dans des couches « profondes » de l'atome et donc protégés par les couches plus externes vis-à-vis de la formation de liaisons (ioniques ou covalentes). C'est le cas des électrons $3d$ dans certains métaux (Fe, Co, Ni) protégés par la sous-couche électronique $4s$. C'est aussi le cas des électrons $4f$ dans les terres rares ou $4d$ du ruthénium (Ru : $[Kr] 4d^7 5s^1$) protégés par les couches de numéro $n = 5$ et $n = 6$ ¹³.

ii. Modèles des électrons itinérants

Le modèle des électrons localisés est insuffisant pour décrire fidèlement le comportement des métaux. En effet, les électrons d non-appariés sont délocalisés dans la bande de conduction du métal. Ceux-ci vont alors être capable de se déplacer dans le matériau et vont ressentir les variations du potentiel électromagnétique défini par les atomes⁷. Dans un système multicouche, ces électrons de conduction sont des vecteurs de l'information magnétique d'une couche magnétique à une autre et sont à l'origine des interactions d'échange indirectes (voir Chapitre 2).

3) Comportement d'un système ferromagnétique

a) Définition énergétique du système

Un système magnétique s'efforce de minimiser son énergie totale. Pour cela, sa structure magnétique locale doit s'adapter aux différentes contributions énergétiques internes (anisotropie, structure cristalline du matériau) et externes

(environnement, contraintes) dont les plus critiques pour notre application sont citées ci-dessous.

i. Énergie Zeeman

Un matériau magnétique doté d'une aimantation macroscopique \mathbf{M} et placé dans un champ magnétique \mathbf{H} tend à aligner son moment magnétique global selon le champ d'excitation afin de minimiser son énergie Zeeman ⁷ :

$$E_z = -\mu_0 \cdot \mathbf{M} \cdot \mathbf{H} \quad (1.II.10)$$

ii. Interactions d'échange

L'interaction d'échange entre les moments est responsable de l'ordre dans le matériau magnétique. Comme elle pousse le matériau à adopter une structure d'aimantation uniforme, l'énergie d'échange s'écrit donc comme une intégrale volumique dépendant des gradients locaux de l'aimantation ¹³.

$$E_e = \int A \cdot (\nabla \mathbf{M} / M_s)^2 d^3r \quad (1.II.11)$$

où A , la constante de rigidité d'échange, dépend du paramètre de maille a , de la moyenne du produit des moments de spin atomiques $\langle S^2 \rangle$, du nombre d'atomes par maille Z et de l'intégrale d'échange J entre les différents atomes selon :

$$A \propto J \cdot \langle S^2 \rangle \cdot Z/a \quad (1.II.12)$$

iii. Interaction dipolaire (anisotropie de forme)

L'aimantation macroscopique génère un champ démagnétisant \mathbf{H}_D qui s'oppose à la création de charges fictives en surface du matériau et qui dépend donc uniquement de la forme de l'échantillon (matérialisée par la matrice diagonale $[N]$ de trace égale à 1). L'aimantation tend donc ainsi à minimiser également l'énergie ⁷ :

$$E_d = -(\mu_0/2) \cdot \mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_D = (\mu_0/2) \cdot [N] \cdot M^2 \quad (1.II.13)$$

L'interaction dipolaire entre en compétition avec l'interaction d'échange car elle tend à assurer un moment magnétique net égal à zéro. La compétition entre ces deux forces résulte en une distance caractéristique du matériau, la longueur d'échange L_e . Aux échelles inférieures à L_e c'est l'échange qui prédomine et réciproquement.

$$L_e = \sqrt{A/\mu_0 M_s^2} \quad (1.II.14)$$

L_e est typiquement comprise entre 1 et 100 nm pour un matériau ferromagnétique « mou » et de l'ordre de 1 nm pour un ferromagnétique « dur » ¹³.

Dans le cas des capteurs GMR discuté dans ce manuscrit, il sera intéressant par la suite d'estimer la valeur de H_D . En particulier, notre hypothèse typique sera celle d'une couche mince d'aimantation M , d'épaisseur t (selon z), gravée en forme de barreau de largeur L (selon y), de longueur \mathcal{L} (selon x) et telle que $t \ll L \ll \mathcal{L}$. Le calcul est développé dans le cas d'un ellipsoïde par Osborn ¹⁶ et le développement limité effectué à partir la solution analytique de l'article donne :

$$N = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & 1 - \varepsilon \end{bmatrix} \quad (1.II.15)$$

Avec $\varepsilon = t/L \ll 1$, ce qui induit notamment une aimantation perpendiculaire à l'axe z et un champ dû à l'anisotropie de forme dans le plan $\{x ; y\}$ tel que :

$$|H_D^y| = t.M/L \quad (1.II.16)$$

On note que ce champ (induit par la taille restreinte selon y) tend à « piéger » l'aimantation de la couche dans la direction x . La relation de proportionnalité entre H_D^y et t/L est conservée en première approximation pour le barreau (par rapport à l'ellipsoïde) tant que celui-ci respecte l'hypothèse $t \ll L \ll \mathcal{L}$.

iv. Anisotropie magnétocristalline

La contribution de la structure tend, via l'interaction entre les moments magnétiques et les ions du cristal (interaction spin-orbite), à aligner ces moments selon un ou plusieurs axes faciles pour l'orientation de l'aimantation et déterminés par les directions particulières et les symétries du réseau. Dans le cas d'une symétrie uniaxiale du cristal, l'énergie magnétocristalline est déterminée par une constante d'anisotropie K_1 et par l'angle θ entre l'aimantation M et la direction facile du réseau ¹³.

$$E_a = K_1 \cdot \sin^2(\theta) \quad (1.II.17)$$

On notera que cette énergie est minimale pour θ égal à 0° (axe facile) et maximale pour 90° (axe difficile). Dans le cas d'un système « réel » polycristallin, chaque grain possède sa propre orientation des moments. La déformation du réseau sous l'effet de contraintes extérieures pourra également influencer le magnétisme (magnéto-élasticité et magnétostriction).

b) Comportement d'un ferromagnétique idéal : le modèle macrospin

Un modèle simple, le modèle de Stoner-Wohlfarth ⁷, permet de décrire le renversement uniforme de l'aimantation dans un matériau par un modèle de minimisation de l'énergie du système. Pour poser formellement le problème, on suppose que les moments magnétiques $\{\mathbf{m}_i\}$ qui constituent l'aimantation tournent d'un seul bloc, si bien qu'il suffit de considérer l'aimantation macroscopique pour

les décrire. On parle de modèle macrospin. La formule (1.II.1) peut donc être adaptée :

$$\mathbf{M} = \sum_{i=1}^n \mathbf{m}_i = \sum_{i=1}^n \|\mathbf{m}_i\| \cdot \mathbf{u}_i \quad (1.II.18)$$

avec, $\|\mathbf{u}_i\| = 1$ et $\mathbf{u}_i = \mathbf{u}_1, \forall \mathbf{u}_i$.

D'où,

$$\|\mathbf{M}\| = \sum_{i=1}^n \|\mathbf{m}_i\| \quad (1.II.19)$$

Le système étudié est assimilé à un solide purement ferromagnétique, en film mince, de symétrie uniaxiale. On fait également l'hypothèse de la monocristallinité de l'échantillon.

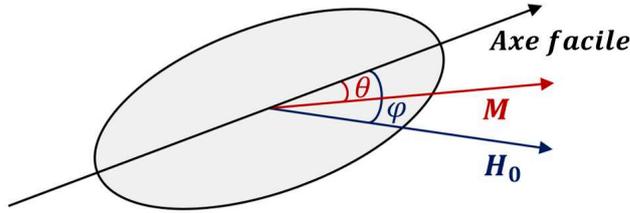


Figure 1-6 : Convention du modèle général de Stoner-Wohlfarth. \mathbf{M} correspond à l'aimantation de la couche mince, \mathbf{H}_0 au champ magnétique extérieur appliqué à l'échantillon. θ est l'angle entre l'aimantation et l'axe facile de l'échantillon. φ est l'angle entre l'axe facile et le champ magnétique appliqué.

Dans ce modèle on pose que l'énergie totale à minimiser est égale à

$$E_{tot} = E_z + E_d + E_a \quad (1.II.20)$$

ou encore de façon plus détaillée, d'après les équations (1-II-11) à (1-II-15) :

$$E_{tot} = -\mu_0 \cdot M \cdot H_0 \cdot \cos(\varphi - \theta) - \frac{\mu_0}{2} \cdot \mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_D + K_1 \cdot \sin^2(\theta) \quad (1.II.21)$$

c) Minimisation de l'énergie totale dans un système réel : cas des domaines ferromagnétiques

On peut en pratique observer, pour un échantillon de matériau ferromagnétique à une température inférieure à sa température de Curie, que l'aimantation globale au repos est inférieure à l'aimantation en saturation. Ce comportement peut être expliqué par l'existence de domaines magnétiques à l'échelle microscopique¹⁴. Un exemple est présenté sur la Figure 1-7.

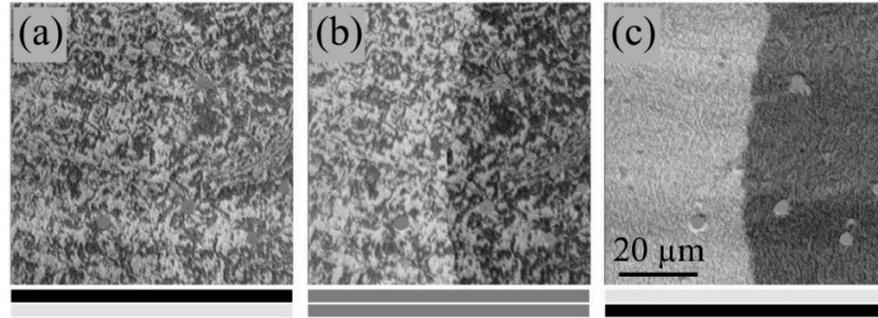


Figure 1-7 : Image en microscopie magnéto-optique des domaines magnétiques d'une multicouche magnétique Co (5 nm) / Cu (3 nm) / Ni₈₁Fe₁₉ (50 nm). Par décomposition du signal en fonction de la phase, il est possible d'observer simultanément (b) ou bien de façon séparée les domaines des deux couches magnétiques de Co (a) et Ni₈₁Fe₁₉ (c). D'après Mc Cord et al. ¹⁷.

Les domaines sont de petits îlots structurant magnétiquement l'échantillon, tels qu'à l'intérieur de chaque domaine l'aimantation locale soit saturée : tous les moments magnétiques du domaine ont la même orientation. Les îlots sont séparés par des parois de domaines à l'intérieur desquelles l'aimantation locale tourne de la direction facile du premier domaine vers celle du second. Deux types de parois de domaines existent (Figure 1-8) : la paroi de type Bloch pour laquelle l'aimantation tourne hors du plan des domaines et la paroi de type Néel pour laquelle l'aimantation tourne dans le plan ^{13,14}.

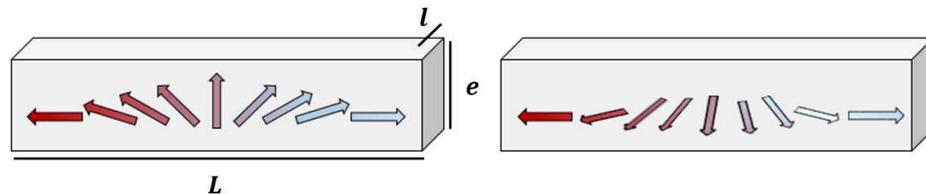


Figure 1-8 : Deux types de parois de domaines : Bloch (gauche) et Néel (droite). $L > l \gg e$.

La longueur d'échange L_e permet d'estimer la taille typique des parois de domaines, soit typiquement autour de 10 nm ¹³.

4) Défauts structuraux et magnétisme local

a) Introduction au problème : renversement sous champ d'un échantillon magnétique réel.

Etudier le renversement sous champ de l'aimantation d'un matériau ferromagnétique est une première méthode simple pour obtenir des informations sur la microstructure de celui-ci. L'évolution sous champ d'une assemblée de moments magnétiques, chacun décrit par un modèle macrospin, conduit à une réponse en aimantation pouvant être complexe ⁷. Ce constat peut être fait par exemple en

comparant l'évolution d'un moment et celle d'une assemblée comme dans les simulations menées dans la Figure 1-9.

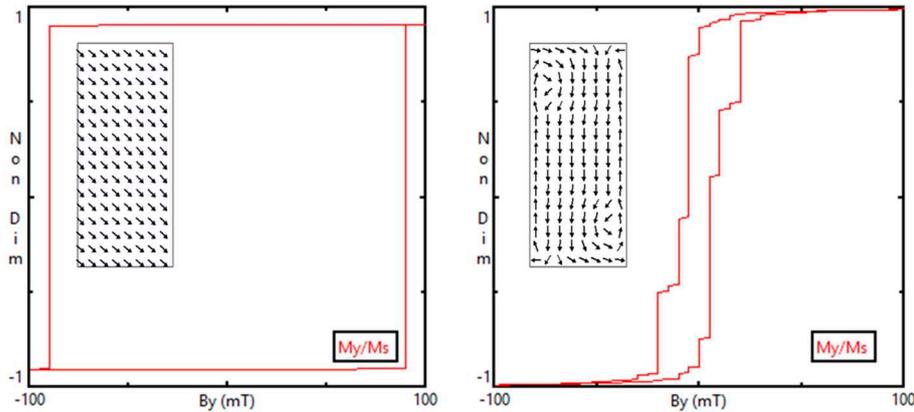


Figure 1-9 : Renversement d'un macrospin unique (gauche) ou d'une assemblée de « spins » (droite) sous l'effet d'un champ magnétique. Tracé de l'aimantation normalisée en fonction du champ. Simulation OOMMF (Annexe I).

Le retournement passe par une phase de nucléation de domaine(s) magnétique(s) qui vont ensuite croître alors que leur(s) paroi(s) se déplacent sous l'effet du champ. Ces dernières peuvent également se piéger lors de la traversée d'un défaut entraînant des dissymétries dans l'évolution de l'aimantation. On voit déjà par ces premières observations que l'étude du magnétisme local peut se révéler être un outil pertinent pour sonder des propriétés structurales ou mécaniques d'un échantillon.

b) Courants de Foucault et détection de défauts macroscopiques

Une conséquence directe du constat précédent est que la mesure magnétique peut être utilisée comme méthode pour le contrôle non destructif (CND) et pour la détections de défauts dans certains matériaux. Dans le cas général du CND, un élément extérieur comme une onde électromagnétique, acoustique ou encore un liquide, comme dans le cas du ressuage, est mis en interaction avec l'objet à sonder. La réponse du système est alors recueillie par un capteur et analysée. On dénombre un certain nombre de méthodes utilisées à l'échelle industrielle, parmi lesquelles on peut lister de façon non exhaustive ; le ressuage, le contrôle optique, le contrôle acoustique, la thermographie, les radiographies X et gamma ¹⁸.

Parmi ces techniques, le contrôle par courants de Foucault est une méthode fréquemment utilisée pour sa robustesse et sa fiabilité pour la caractérisation de pièces métalliques conductrices ¹⁹. Schématiquement, une analyse par courant de Foucault fait intervenir une sonde constituée d'un émetteur et d'un ou plusieurs capteurs (récepteurs). D'après la forme locale de la loi de Lenz-Faraday,

$$\mathbf{rot}(\mathbf{E}) = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \quad (1.II.22)$$

La variation de champ magnétique induit des courants tournants dans le matériau, les courants de Foucault, dont le flux de champ magnétique généré par induction (champ secondaire) tend à s'opposer au flux du champ de l'excitation (champ primaire). Ce principe physique est illustré sur la Figure 1-10.

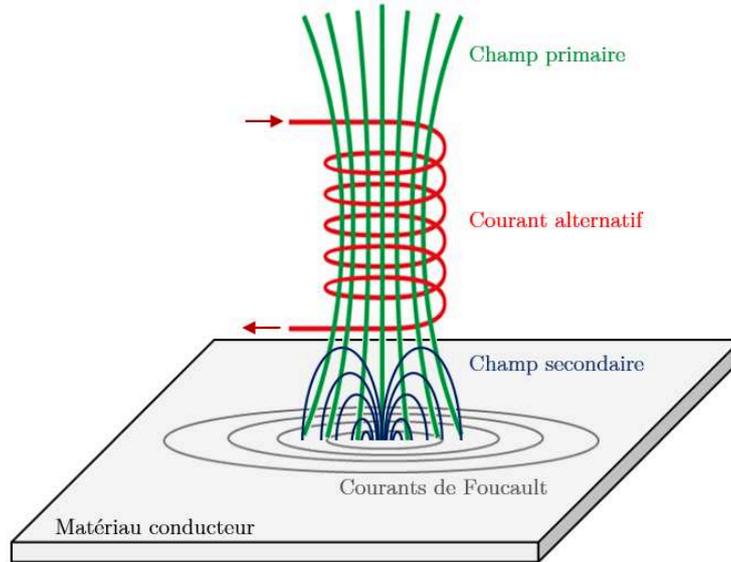


Figure 1-10 : Schéma de principe d'une sonde à courants de Foucault, d'après ²⁰

En contrôle non-destructif, la présence d'une fissure par exemple, dans le matériau sondé, va modifier la répartition et la densité locale des courants de Foucault et ainsi entraîner une modification de la réponse recueillie par la sonde. Le sondage des défauts en profondeur d'une pièce est limité par la pénétration des courants de Foucault dans la matière. On peut retrouver, via les équations de Maxwell, une profondeur caractéristique appelée épaisseur de peau δ qui définit en première approximation la limite d'existence des courants (et de l'onde électromagnétique) dans le conducteur ²¹.

$$\delta = \frac{1}{\pi \cdot f \cdot \sigma \cdot \mu_0 \cdot (1 + \chi)} \quad (1.II.23)$$

avec f la fréquence du champ exciteur (qui est également celle des courants de Foucault), σ la conductivité du matériau et χ la susceptibilité magnétique du matériau. Aujourd'hui cette technique est utilisée pour un certain nombre de contrôles en industrie. Pour ne citer qu'une application, elle est la méthode privilégiée pour le contrôle des tubes pour les échangeurs de chaleur dans les générateurs à vapeur des centrales thermiques ²². La fabrication de sondes flexibles mécaniquement ²³ ainsi que la fabrication de capteurs sensibles (comme les capteurs

magnéto-résistifs ^{24,25}) et adaptés sont à ce jour des sujets d'intérêt pour ces thématiques ²⁶.

c) Cas particulier des alliages Duplex : intérêt de la mesure de la réponse dynamique (susceptibilité)

L'étude de la réponse dynamique en fréquence d'un matériau à l'échelle locale peut également apporter des informations précieuses sur l'état du matériau, notamment en permettant une détection plus fine des transitions de phase que la magnéto-métrie DC ²⁷. La mesure de la susceptibilité en AC est par exemple largement utilisée pour l'étude du super-paramagnétisme dans des assemblées de nanoparticules ²⁸ ou pour la caractérisation de certains matériaux supraconducteurs à haute température critique ²⁹.

Dans le cas du système développé pendant ce travail de thèse, on s'intéresse en particulier à une troisième catégorie d'application : l'étude des transitions de phases lors du vieillissement des aciers Duplex comme témoin de la détérioration des propriétés du matériau. Comme décrit par Tavares et al. ³⁰, ces aciers largement utilisés dans l'industrie présentent une très bonne résistance à la corrosion et tenue mécanique lorsqu'ils présentent une teneur comparable entre leurs deux phases principales : l'austénite (phase γ paramagnétique) et la ferrite (phase δ ferromagnétique). Un exemple de microstructure d'un alliage Duplex est présenté sur la Figure 1-11. Lors du vieillissement de ces matériaux, à l'échelle des grains de la phase δ ou des interfaces δ - γ (soit sur des distances typiques de l'ordre de 1 μm), on note l'augmentation du pourcentage de phase γ et l'apparition d'une nouvelle phase paramagnétique, notée σ ³¹, dégradant les propriétés mécaniques. Ces changements de phases s'accompagnent de forts changements au niveau de la réponse en susceptibilité ^{30,32} avec une chute typique de l'ordre de 10 - 20 % lors d'un recuit de quelques centaines d'heures à 500 °C.

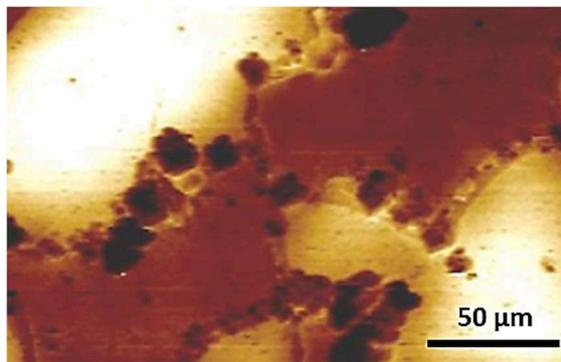


Figure 1-11 : Microstructure d'un alliage Duplex vieilli thermiquement observée en microscopie par sonde de Kelvin (SKPFM)³³. On distingue les phases austénite (zones claires), ferrite (zones marrons) et sigma (zones les plus sombres), d'après ³¹.

Pour aller plus loin dans la compréhension de la réponse en susceptibilité (χ), il faut considérer l'expression de la réponse en aimantation M à un champ magnétique AC du type $H_0 \cdot \cos(2\pi ft)$. M s'écrit alors de la forme suivante :

$$M = \mu_0 \cdot \chi \cdot H_0 \cdot \cos(2\pi ft) \quad (1.II.24)$$

Avec $\chi = \chi' + i \cdot \chi''$ ou χ' est la composante en phase de la susceptibilité magnétique et χ'' la composante hors phase. χ'' reflète les pertes par dissipation d'énergie dans l'échantillon (qui peuvent avoir des origines variées), la réponse en χ pouvant en outre présenter un retard par rapport à l'excitation dans le cas de matériaux suffisamment coercitifs. Ainsi, dans le cas simple d'un matériau ferromagnétique doux, $\chi'' \sim 0$ et $\chi \sim \chi'$. La partie réelle de la susceptibilité χ' est directement lié à l'efficacité de l'effet « d'entraînement » de la réponse du matériau par le champ exciteur. Les deux composantes de χ dépendent de façon non triviale de la fréquence de l'excitation. Le détail de ces dépendances sera donné au Chapitre 5.

Aujourd'hui, l'étude en susceptibilité des matériaux est essentiellement réalisée à l'échelle du « bulk » à l'aide de capteurs de « grandes dimensions » : typiquement des capteurs de flux comme une bobine ou un SQUID ³⁴ (technologie sur laquelle se focalise les développements récents ³⁵ dans le domaine). De par le caractère non négligeable des variations de la susceptibilité à l'échelle de l'échantillon entier, on s'attend à un contraste également significatif au niveau de la microstructure.

III) Magnétométrie à l'échelle locale

Dans cette partie, nous dressons un bref panorama des techniques de microscopie pouvant être employées pour cartographier à l'échelle locale ($\sim 1 \mu\text{m}$) les propriétés statiques ou dynamiques des matériaux magnétiques. En guise de repère, à l'échelle atomique, l'ordre de grandeur du champ rayonné par un électron à 10 nm de distance est d'environ 10 μT ³⁶. Dans le cas d'un proton le champ serait 1000 fois plus faible, soit 10 nT. Nous ne détaillerons donc pas, par la suite, les méthodes essentiellement non locales, i.e., dont l'élément magnétosensible est typiquement de taille supérieure à 10 μm ; Fluxgates ^{37,38}, magnétomètres pompés optiquement (OPM) ³⁹. Mentionnons aussi brièvement qu'il existe d'autres méthodes « locales » que la microscopie mais fournissant des informations sur le magnétisme comme les techniques basées sur les neutrons ⁴⁰. Ces techniques destinées à sonder les propriétés et la structure chimique de l'échantillon peuvent être utilisées en complément des stratégies d'imagerie magnétique locale détaillées ci-après.

1) Méthodes « plein-champ »

On peut distinguer deux familles de microscopies : les microscopies plein-champ (Full Field Microscopies) et les microscopies à sonde locale (Scanning Probe

Microscopies - SPM). Les premières permettent l'acquisition de l'intégralité de l'image sur un détecteur 2D, à chaque pas de mesure, ce qui les rend très performantes pour le suivi en dynamique de propriétés ou d'évènements locaux dans l'échantillon. Ces méthodes reposent pour l'essentiel sur la projection d'un faisceau (lumineux ou particulaire) sur l'échantillon qui est ensuite recueilli en transmission ou en réception sur un détecteur. Bien sûr, des recouvrements existent entre microscopies plein champ et SPM pour certaines technologies spécifiques. On verra par exemple le cas de la microscopie Kerr, qui est à l'origine une méthode plein champ, mais dont l'adaptation pour la microscopie en champ proche (SNOM) la place également dans la famille des SPM.

a) Microscopies électroniques

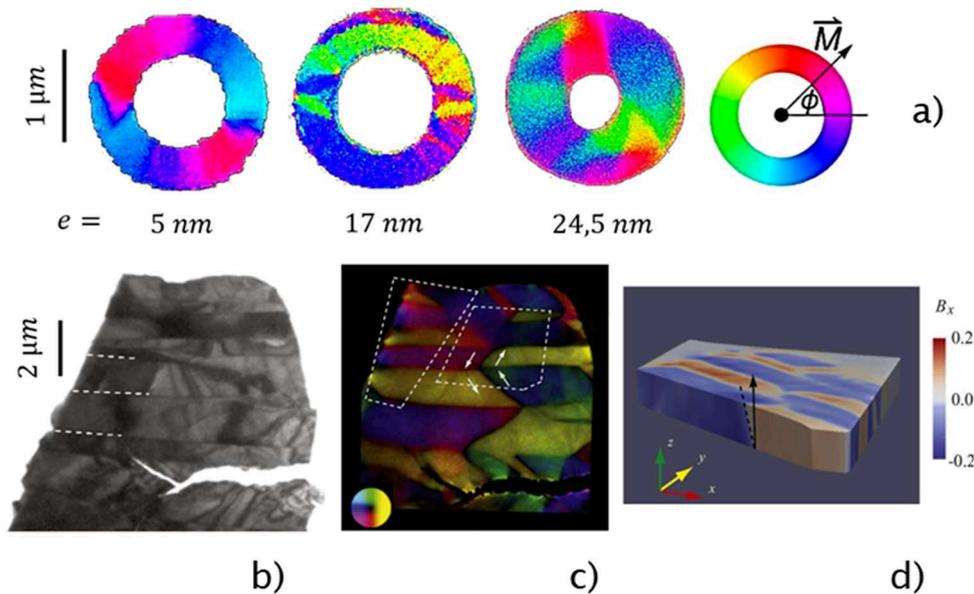


Figure 1-12 : (a) Cartographie SEMPA (Scanning Electron Microscopy with Polarization Analysis) de la direction l'aimantation dans des micro-disques de fer d'épaisseurs e différentes, d'après Krautscheid et al.⁴¹. Reconstruction en microscopie Lorentz (LTEM - Lorentz Transmission Electron Microscopy) de la structure d'un morceau d'alliage FePd ⁴² (b). Cartographie de l'aimantation (c) et de l'induction (d) dans l'échantillon.

La microscopie électronique magnétique, sous ses différentes formes permet d'acquérir des informations variées sur un échantillon magnétique typiquement à l'échelle de 1 à 10 nm. On distingue deux types de méthodes : les méthodes de microscopie électronique à balayage (SEM) notamment à travers la méthode SEMPA ^{41,43} (Scanning Electron Microscopy with Polarization Analysis) ou SPLEEM ⁴⁴ (Spin Polarized Low-energy electron microscopy) et les méthodes de microscopie en transmission (TEM) comme la microscopie Lorentz ⁴² ou l'holographie ⁴⁵⁻⁴⁷. Ces deux familles d'instruments permettent d'obtenir des

informations sur le magnétisme à la surface d'un échantillon. La microscopie électronique a le bon goût de s'appliquer à des dimensions typiquement intermédiaires entre la structure atomique et la structure en domaines magnétiques du matériau, elle est donc un outil de choix pour établir des corrélations entre ces deux échelles de l'information. Le principe général à toutes ces microscopies est le suivant : on focalise un faisceau d'électrons sur un échantillon et l'information est ensuite récupérée sur un détecteur. Pour les méthodes SEM, la détection des électrons secondaires est la plus utilisée, pour les méthodes TEM les électrons plutôt sont collectés sur un écran fluorescent ou dans un capteur spécifique comme un scintillateur. Ces méthodes très puissantes et complémentaires entre elles permettent l'acquisition de données quantitatives sur l'aimantation, la chimie de l'échantillon (SEMPA) mais sont en revanche relativement complexes d'emploi et peu versatiles.

b) Interaction rayonnement – matière

La lumière est une onde électromagnétique qui interagit avec la matière notamment via sa composante électrique \mathbf{E} . Lorsqu'un rayonnement lumineux est projeté sur un matériau (magnétique dans notre cas), celui-ci peut agir sur le rayonnement. Le type et l'intensité de l'interaction dépend en particulier de la longueur d'onde incidente et ainsi être sensible à des phénomènes intervenants à des échelles différentes.

i. Microscopie X

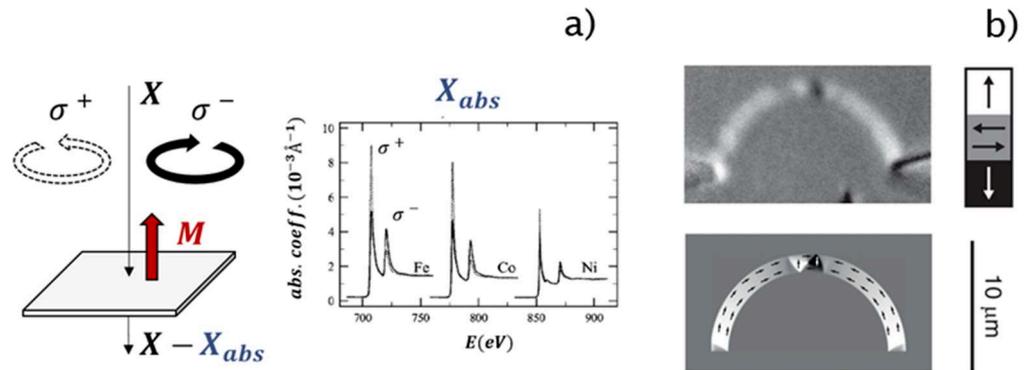


Figure 1-13 : Principe de l'XMCD : selon le sens de la polarisation du faisceau X, l'intensité absorbée X_{abs} varie, tout en étant spécifique à la composition chimique de l'échantillon⁴⁸ (a). Image XMCD d'un demi-disque de LSMO d'après Finizio et al.⁴⁹ (b). Le contraste est donné par la direction de l'aimantation dans le disque.

Une autre méthode puissante pour l'acquisition de données locales sur le magnétisme utilise le dichroïsme circulaire des rayons X (XMCD), i.e., la différence d'absorption lors du passage dans le matériau selon le sens de polarisation σ^+ ou σ^- de l'onde circulaire incidente⁵⁰. Dans le cas du magnétisme, l'aimantation dans

le plan de l'échantillon détermine le contraste de l'image. De plus, cette méthode est spécifique vis-à-vis de la chimie l'échantillon, en changeant la longueur d'onde (et donc l'énergie) il est alors possible d'accéder à des informations sur les différents éléments, par exemple accéder à des données complexes comme le comportement des différents « étages » d'une multicouche⁵¹ sur quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur. La méthode est quantitative et peut atteindre des résolutions jusqu'à 10 - 15 nm. L'accès à une source de rayons X de haute brillance, du type synchrotron, est nécessaire, ce qui rend plus difficile l'accès routinier à ce type de technique.

ii. Méthodes magnéto-optiques

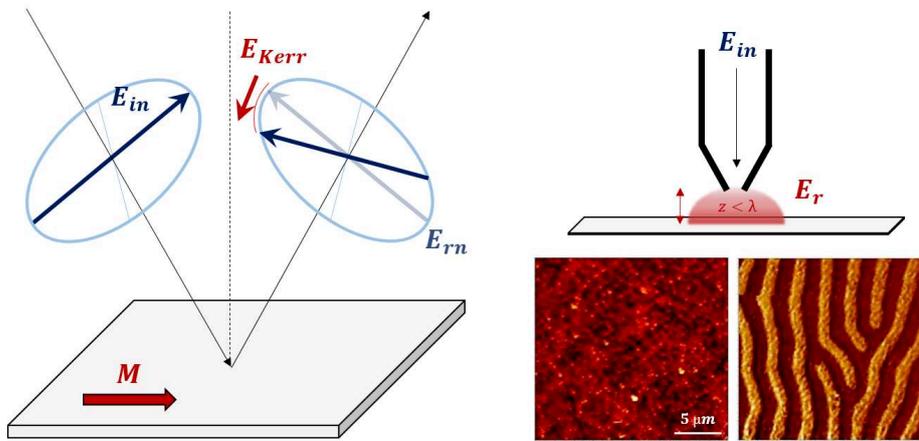


Figure 1-14 : Principe de la microscopie par effet Kerr (gauche). L'onde incidente E_{in} est réfléchi à la surface d'un matériau d'aimantation M . L'onde réfléchi comporte une composante réfléchi « normalement » E_{rn} , ainsi qu'une composante supplémentaire introduite par effet Kerr E_{Kerr} . Principe de la microscopie Kerr en champ proche (SNOM) et application à l'imagerie de domaines dans un film de Bi : YIG d'après Vysokikh et al.⁵² (droite) : topographie AFM (contraste rouge-noir) et signal Kerr (contraste orange-marron).

Pour plus de simplicité, il semble a priori intuitif de travailler dans le domaine du visible. Les effets magnéto-optiques étant contenus dans le tenseur de permittivité diélectrique ϵ du matériau, on peut montrer qu'une lumière incidente E_{in} polarisée rectilignement et projetée sur un matériau aimanté va gagner une composante orthogonale en transmission (effet Faraday) ou en réflexion (Effet Kerr)⁷. Les méthodes optiques sont limitées en résolution par la limite de diffraction, typiquement autour de 500 nm. Il est toutefois possible d'accéder, par des méthodes en champ proche, à des résolutions inférieures à la longueur d'onde λ . C'est le cas de la microscopie Kerr en champ proche (SNOM pour Scanning Near Field Optical Microscopy) qui permet d'atteindre des résolutions autour de 100 - 150 nm⁵²⁻⁵⁵. Le rayonnement en champ proche réfléchi par la surface E_r est recueilli par une pointe contenant une fibre optique et approchée à une distance z inférieure à λ . La méthode

jouit d'une bonne versatilité, permet la réalisation de mesures en temps réel, mais reste toutefois difficilement quantitative ⁵⁶.

2) Scanning probe techniques

La microscopie à sonde locale (SPM) appliquée au magnétisme est directement affiliée à l'histoire de la microscopie tunnel (STM) ⁵⁷ qui consiste en la détection du courant tunnel créé par la différence de potentiel entre une pointe conductrice et l'échantillon. L'exploration du magnétisme via cette méthode peut déjà être réalisée avec une pointe ferromagnétique, on parle alors de microscopie tunnel polarisée en spin (SP-STM) ⁵⁸. Le concept de microscopie à force atomique (AFM) ⁵⁹, permettant de scanner la surface d'un échantillon à l'aide d'une pointe placée sur un bras de levier flexible micrométrique. Cette mesure repose sur les interactions entre la pointe et la surface de l'échantillon qui induisent la déflexion du bras de levier. Cette dernière technique ouvre la voie vers des systèmes mixtes intégrant un élément magnétosensible sur la pointe ou le bras de l'AFM.

a) Superconducting Quantum Interference Device (SQUID)

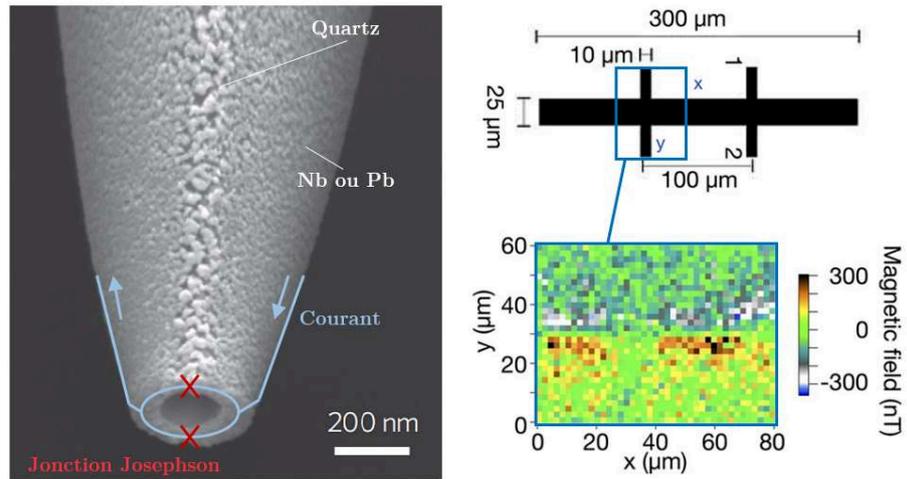


Figure 1-15 : Nano-SQUID d'après Vasyukov et al.⁶⁰ (gauche). Analyse d'une croix de Hall utilisant une sonde locale munie d'un nano-SQUID⁶¹.

Un SQUID est composé d'une boucle supraconductrice dont chaque bras comporte une jonction Josephson, soit une fine couche d'isolant divisant en deux chaque branche supraconductrice. Lorsque la boucle est traversée par un flux magnétique, un super-courant est généré dans les deux branches ⁶². Étudier la différence de phase entre les deux branches permet d'atteindre des niveaux de détection très élevés ⁶³, typiquement $20 \text{ pT}/\sqrt{\text{Hz}}$ pour une boucle supraconductrice de surface $(10 \text{ }\mu\text{m})^2$. Plusieurs travaux ont été réalisés sur la fabrication de nano-SQUID pour atteindre de meilleures résolutions spatiales ^{64,65}. À ce jour, Vasyukov

et al.⁶⁰ détiennent le record de résolution spatiale avec des boucles de diamètre compris entre 50 et 300 nm pour des limites de détection de l'ordre de $25 \text{ nT}/\sqrt{\text{Hz}}$ pour les plus petites tailles, i.e., sensible à un spin unique. Cette sensibilité élevée en champ est obtenue au prix d'une certaine complexité de fabrication et d'usage du dispositif, qui impose notamment l'usage d'un système cryogénique dédié. Le SQUID est également l'une des technologies privilégiées pour la fabrication de susceptomètres^{66,67}.

b) Techniques à haute résolution latérale

i. Microscopie à Force Magnétique (MFM)

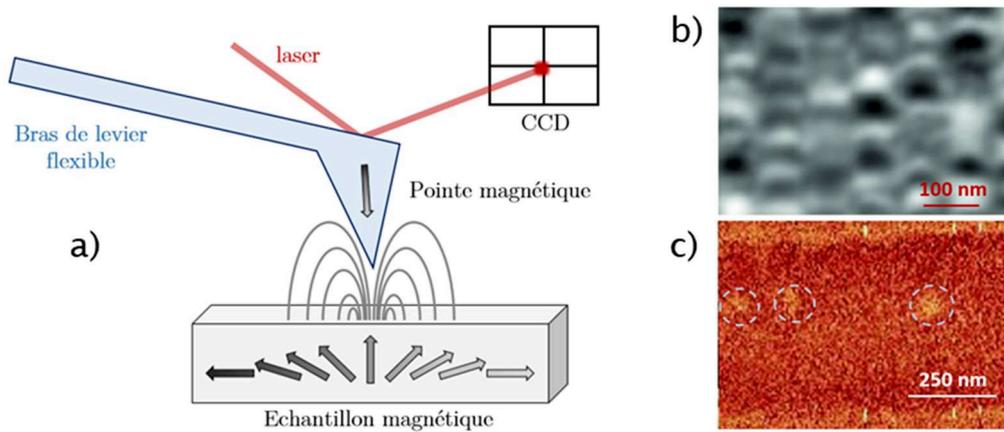


Figure 1-16 : Principe de fonctionnement du MFM⁶⁸ (a). Images d'un disque dur, Western Digital⁶⁹ (b) et de la présence de skyrmions dans un empilement de couches minces (c)⁷⁰.

Le principe du MFM repose sur l'usage d'une pointe de type AFM recouverte ou intégrant un matériau magnétique. Ainsi, lors du scan d'un échantillon, la déflexion du bras de levier flexible, mesurée optiquement ou par d'autres techniques, est dépendant à la fois de la topographie et des gradients des champs de fuite de l'échantillon⁶⁸. Le MFM est une technique relativement simple permettant d'obtenir une haute résolution latérale d'images magnétiques : de l'ordre de 10 nm^{71,72}. En revanche, le MFM reste une méthode difficilement quantitative. Le contraste dépend de façon non triviale de l'échantillon mais aussi de la qualité de la pointe utilisée, on ne peut s'affranchir d'approximations ou de caractérisations poussées du système⁷³⁻⁷⁶. Une méthode dite de « lift », consistant en deux scans successifs à deux hauteurs différentes ; l'une pour l'information sur la topographie et la seconde pour l'information magnétique, est utilisée pour supprimer la composante topographique. A noter que pour palier à l'une des sources majeures d'incertitudes de mesure de cette méthode, l'un des enjeux aujourd'hui porte sur le développement de pointes magnétiques dont les propriétés soient fiables et robustes dans le temps^{77,78}. On notera aussi que les champs de fuite de la pointe, qui constitue un élément magnétique de « grande » taille proche de l'échantillon,

peuvent également modifier ou dégrader un échantillon à l'information magnétique fragile ⁴⁵. L'observation de phénomènes magnétiques dynamiques (pour des fréquences voisines ou supérieur au kHz) est aussi envisageable mais essentiellement de façon qualitative ⁷⁹.

ii. Microscopie NV

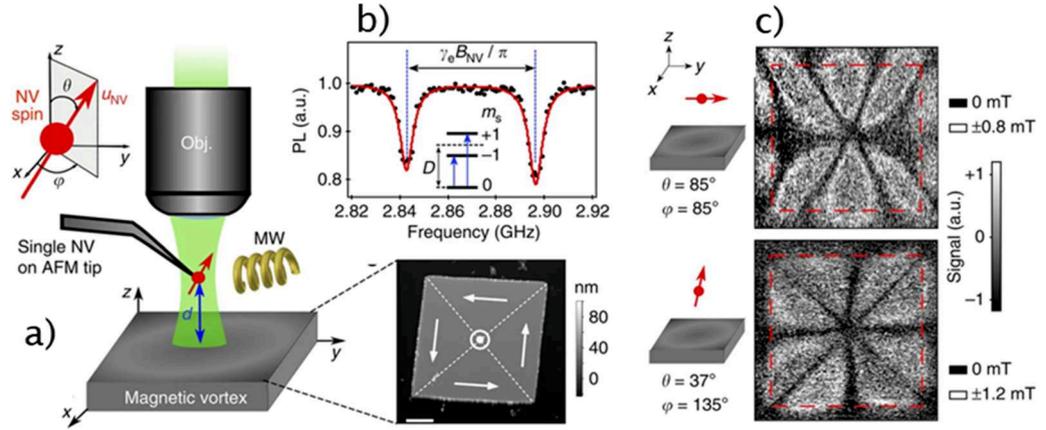


Figure 1-17 : Principe de fonctionnement d'un imageur à centre NV (a). Levée de dégénérescence Zeeman des niveaux d'énergie du NV (b). Mesure des champs de fuite d'un vortex dans $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ avec deux sondes d'orientations différentes pour l'axe du magnétomètre atomique, d'après Rondin et al.⁸⁰ (c).

Un des outils récents développé pour la magnéto-métrie haute résolution repose sur le principe des magnéto-mètres atomiques ⁸¹. Dans une pointe en diamant, on génère par irradiation un défaut constitué d'un centre coloré NV (lacune et atome d'azote) se comportant comme un spin $S = 1$ et introduisant donc des états discrets d'énergie supplémentaires $m_s = 0$ et $m_s = \pm 1$. Le pompage optique par laser vert (532 nm) place le centre NV dans un état excité. Celui-ci retourne à l'état fondamental et présente une photoluminescence dans le rouge (670 nm) dont l'intensité dépend du spin. En effet, sous une excitation micro-onde autour de 2,87 GHz, correspondant à la fréquence de résonance entre les deux niveaux discrets de m_s , on observe une baisse de l'émission du centre NV ⁸². Sous l'effet d'un champ B_{NV} appliqué selon son axe privilégié (induit par la symétrie du défaut), on observe une levée de dégénérescence Zeeman entre $m_s = +1$ et $m_s = -1$ dont l'écart est directement proportionnel à B_{NV} . Le magnéto-mètre atomique permet d'obtenir une mesure quantitative du champ, à température ambiante, selon l'axe du défaut avec une limite de détection typique de l'ordre de $1 \mu\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$ ^{83,84}, pouvant être améliorée jusqu'à quelques dizaines de $\text{nT}/\sqrt{\text{Hz}}$ dans le cas d'échantillons de grande qualité et par emploi de séquences d'impulsions spécifiques (« Ramsey pulse sequence ») pour des magnéto-mètres à centre NV unique. Dans le cas d'ensembles de centres NV, cette limite peut être repoussée classiquement jusqu'au $\text{pT}/\sqrt{\text{Hz}}$ ^{85,86}. La mesure de réponses dynamiques est également possible avec, on le notera, des durées

d'acquisition de plusieurs heures et une mise en place plus complexe⁸⁶⁻⁸⁹. La limite de résolution latérale d'un microscope NV, typiquement de 10 nm^{80,90}, contribue à en faire un outil d'imagerie magnétique puissant⁹¹. L'un des enjeux du développement de ce type de système concerne la génération des lacunes dont la position dans le cristal, le nombre et l'orientation sont des paramètres complexes à contrôler mais déterminant pour la résolution latérale et la sensibilité notamment.

c) Sondes de Hall

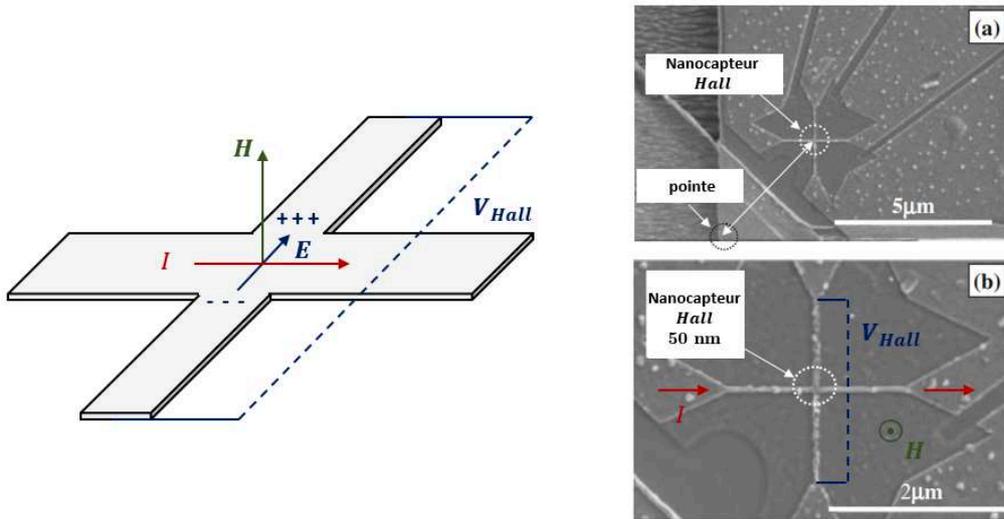


Figure 1-18 : Principe de l'effet Hall (gauche). Nanocapteur à effet Hall, 50 × 50 nm, sur pointe pour la microscopie à sonde locale, d'après Sandhu et al.⁹² (droite).

Les sondes de Hall reposent sur un effet physique bien connu (découvert en 1879) reposant sur un principe simple : un matériau conducteur traversé par un courant électrique I et soumis à un champ magnétique H génère un champ électrique E orthogonal à I et à H . Ce champ électrique induit une différence de potentiel V_{Hall} proportionnelle à I , H et inversement proportionnelle à l'épaisseur et à la densité de porteurs de charge du matériau. C'est pourquoi on utilise généralement comme capteur Hall une couche mince de semi-conducteur (comme GaAs, InAs ou InSb)⁹³ ou un gaz d'électron bidimensionnel (graphène)⁹⁴. Ces capteurs possèdent une grande linéarité et stabilité en champ magnétique mais au prix d'une sensibilité réduite. Ainsi, pour un capteur de taille caractéristique 1,5 μm, la limite de détection s'échelonne entre 10 et 0,5 μT/√Hz entre 1 Hz et 1 kHz. La faisabilité de nanocapteurs Hall intégrés sur des pointes pour la microscopie à sonde locale a été démontrée^{92,95} avec une détectivité de 100 μT/√Hz à 1 kHz pour des capteurs de 50 nm de côté.

d) Microscopies magnétorésistives

Les capteurs magnétorésistifs sont basés sur le principe de l'électronique de spin (ou spintronique). Autrement dit, ces techniques exploitent le fait que les

propriétés de conduction des matériaux magnétiques sont dépendantes du spin de l'électron.

i. AMR

Le premier effet découvert est celui de la magnétorésistance anisotrope, AMR, (W. Thomson, 1857) : dans un alliage ferromagnétique, la résistance du matériau dépend de l'angle entre le courant imposé et l'aimantation dans le matériau. Cet effet, et la technologie de capteurs qui en découle, sont très utilisés en industrie ⁹⁶. En revanche, les AMR disposent d'une sensibilité limitée (intensité de l'effet de l'ordre de 1-2 %) pour détecter des signaux locaux de faible amplitude lorsque les capteurs sont de petite taille ⁹⁷. Les systèmes basés sur la magnétorésistance géante (GMR) ou magnétorésistance tunnel (TMR), plus sensibles, sont adaptés à l'intégration sur un système de type SPM.

ii. GMR et TMR

L'effet GMR a été découvert à la fin des années 80 par A. Fert ⁹⁸ et P. Grunberg ⁹⁹ dans des structures multicouches Fe-Cr. On constate alors que la résistance du système augmente significativement lorsque les aimantations des couches de fer sont antiparallèles entre-elles par rapport à la configuration parallèle. Cet effet s'explique par une diffusion des électrons dépendante du spin lors de la traversée d'une couche aimantée (et *a fortiori* dans le cas d'une multicouche), ce modèle sera explicité en détail dans le Chapitre 2. La structure générique utilisée aujourd'hui en magnétométrie est la vanne de spin constituée de façon simplifiée d'une couche ferromagnétique de référence, dont l'aimantation est fixe, séparée d'une couche libre, dont l'aimantation varie en fonction du signal magnétique, par un espaceur non magnétique. Dans le cas de la GMR, l'espaceur est conducteur (e.g., Cu) et dans le cas de la TMR, il est constitué d'une barrière isolante (e.g. MgO). Les dimensions standards sont typiquement de quelques microns pour les systèmes GMR et de quelques dizaines de nanomètres pour les TMR pour des limites de détection en moyenne entre 10 nT en champ statique (~ 1 Hz) et quelques centaines de pT entre 1 kHz et 100 MHz ^{100,101}. La faisabilité de l'intégration d'un capteur magnétorésistif sur pointe AFM a également été montrée par différentes équipes ¹⁰²⁻¹⁰⁶. Les propriétés et limites de ces technologies vis-à-vis de l'intégration dans un dispositif de type SPM seront discutées en détails dans la suite de ce manuscrit.

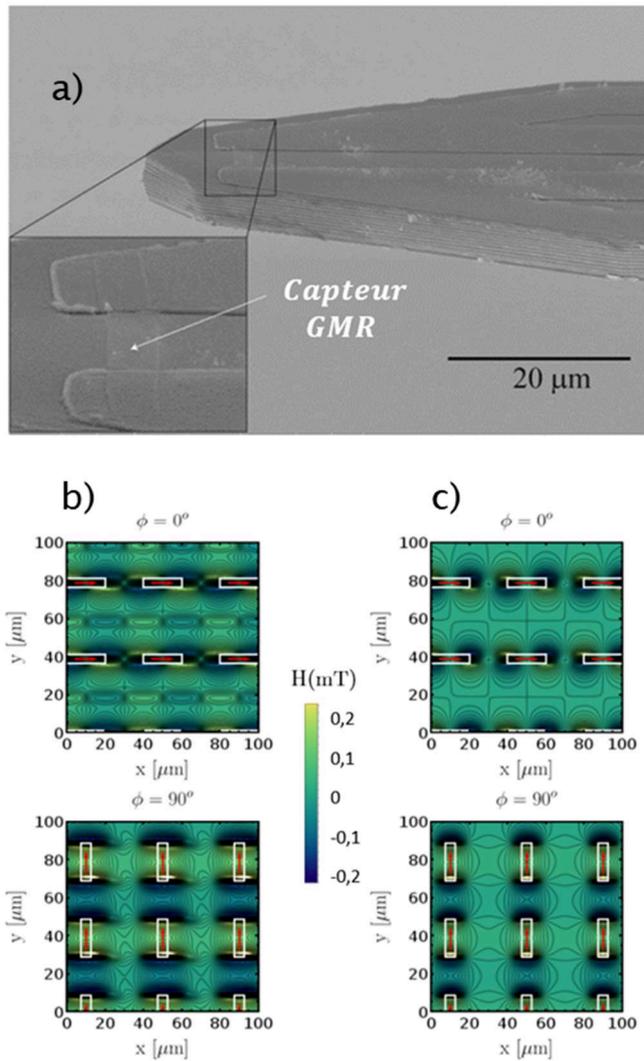


Figure 1-19 : Pointe AFM fonctionnalisée par une vanne de spin GMR (a). Inspection des deux composantes planaires des champs de fuite de motifs rectangulaires de $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ de 11 nm d'épaisseur (b) et simulations associées (c) ¹⁰⁷.

	Magneto - Optique							TMR
	SEM / TEM	RX	SQUID	MFM	NV	Hall	GMR	
Plein Champ / SPM	PC	PC	SPM	SPM	SPM	SPM	SPM	SPM
Mesure de champ	-	non mais mesure du moment orbital et du spin	1-10 fT.Hz ^{-1/2}	difficilement quantitatif	10 nT.Hz ^{-1/2}	100 nT.Hz ^{-1/2}	0.5 nT.Hz ^{-1/2}	0.5 nT.Hz ^{-1/2}
Résolution latérale	10 nm	10-20 nm	1-10 µm	10-20 nm	5-10 nm	0,1-10 µm	0,5-10 µm	50-500 nm
fréquence de mesure (Hz)	DC	DC	DC-10 ⁹	DC ou AC (à la fréquence du bras)	DC ou AC	DC-10 ⁵	DC-10 ⁸	DC-10 ⁸
Mesure large bande	non	non	non	non	non	oui	oui	oui
Mesures quantitatives de X	oui	oui	oui	non	oui	oui	oui	oui
Mesure sous champ	Non (sauf BEEM) / limitée	oui	oui	limitée	limitée	oui	oui	oui
Contraintes spécifiques	sous vide	nécessite source de haute brillance	cryogénie (4 K ou 77 K)	caractérisation pointe	Montage optique	-	-	-
Versatilité / Maturité application capteur	limitée / mature	limitée / mature	élévée / mature	élévée / mature	élévée / récent	élévée / mature	élévée / mature	élévée / récent

Figure 1-20 : Tableau récapitulatif des techniques de microscopie magnétique.

Ce premier chapitre dresse un panorama des techniques de mesures magnétiques locales et permet de redéfinir le socle de notions utiles pour les discussions qui auront lieu dans la suite de ce manuscrit. Tout cela permet de contextualiser le dispositif de microscopie magnétique GMR, qui constitue la finalité de cette thèse, par rapport aux technologies concurrentes ou complémentaires et en particulier dans l'optique de caractériser des échantillons excités par un champ magnétique AC. L'analyse d'aciers Duplex étant l'un des objectifs moteurs du projet, le choix de la méthode de mesure est guidé par les besoins de cette application : à savoir réaliser des mesures magnétiques (DC ou AC), large bande, avec un dispositif capable de résoudre des objets micrométriques (grains) pour des intensités de signal entre le nanotesla et le millitesla. Le tableau récapitulatif (Figure 1-20) de l'état de l'art permet notamment de comprendre pourquoi les technologies GMR et TMR constituent de bons candidats pour cette application. Le Chapitre 2 discute en détail des propriétés des capteurs magnétorésistifs afin d'en fixer les points forts mais aussi les limites à surmonter, en particulier pour l'application de microscopie qui nous intéresse.

En bref

- Bref historique et notions fondamentales de magnétisme.
- Focus sur les propriétés magnétiques des matériaux
- Etat de l'art des méthodes de microscopie magnétique

Bibliographie

1. Diehl, R. A. *The Olmecs: America's First Civilization*. (Thames & Hudson, 2005).
2. Alva-Valdivia, L. *et al.* Mineralogical and magnetic characterization of Olmec ilmenite multi-perforated artifacts and inferences on source provenance. *Eur. J. Mineral.* 851–860 (2017) doi:10.1127/ejm/2017/0029-2654.
3. Breiner, S. & Coe, M. Magnetic Exploration of the Olmec Civilization. *Am. Sci. - AMER SCI* **60**, 566–575 (1972).
4. Klokočník, J. Pyramids and Ceremonial Centers in Mesoamerica and China: Were They Oriented Using a Magnetic Compass? *Procedia Environ. Sci.* **10**, 255–261 (2011).
5. Carlson, J. B. Lodestone Compass: Chinese or Olmec Primacy?: Multidisciplinary analysis of an Olmec hematite artifact from San Lorenzo, Veracruz, Mexico. *Science* **189**, 753–760 (1975).
6. Olson, V. F. Olmec magnetite mirror: optical, physical, and chemical characteristics. *Appl. Opt.* **23**, 4471–4476 (1984).
7. Lacheisserie, É. D. T. de. *Magnétisme*. (EDP Sciences, 2012).
8. Charvatova, I., Klokocnik, J., Kolmas, J. & Kostecky, J. Chinese tombs oriented by a compass: evidence from paleomagnetic declination changes versus tombs age. in vol. 12 2064 (2010).
9. Diderot, D'Alembert. *Encyclopédie, Ou Dictionnaire Raisonné Des Sciences, Des Arts Et Des Métiers: ESP - FER*. (Sociétés Typographiques, 1779).
10. Perdijon, J. *Histoire de la physique*. (Dunod, 2008).
11. Privat-Deschanel, A. *Electricity and Magnetism*. (Appleton, 1878).

12. Ampère, A.-M. *Mémoire présenté à l'Académie royale des sciences sur les effets courans électriques*. (1820).
13. Coey, J. M. D. *Magnetism and Magnetic Materials*. (Cambridge University Press, 2010).
14. Kittel, C. *Introduction to Solid State Physics*. (Wiley, 2004).
15. Gerlach, W. & Stern, O. Der experimentelle Nachweis der Richtungsquantelung im Magnetfeld. *Z. Phys.* **9**, 349–352 (1922).
16. Osborn, J. A. Demagnetizing Factors of the General Ellipsoid. *Phys. Rev.* **67**, 351–357 (1945).
17. McCord, J. Progress in magnetic domain observation by advanced magneto-optical microscopy. *J. Phys. Appl. Phys.* **48**, 333001 (2015).
18. *Contrôle non destructif (CND)*. (Ed. Techniques Ingénieur).
19. Moore, P. O. & Udpa, S. S. *Nondestructive Testing Handbook: Electromagnetic Testing*. (Amer Society for Nondestructive, 2004).
20. García-Martín, J., Gómez-Gil, J. & Vázquez-Sánchez, E. Non-Destructive Techniques Based on Eddy Current Testing. *Sensors* **11**, 2525–2565 (2011).
21. Bowler, N. *Eddy-Current Nondestructive Evaluation*. (Springer, 2019).
22. CEA. *L'instrumentation et la mesure en milieu nucléaire*. (Le Moniteur Editions, 2019).
23. Decitre, J.-M. *Optimization of Flexible Eddy Current Patterns with Low Sensitivity to Lift-Off*. (2017).
24. Dogaru, T. & Smith, S. T. Giant magnetoresistance-based eddy-current sensor. *IEEE Trans. Magn.* **37**, 3831–3838 (2001).
25. Pelkner, M. & Kreutzbruck, M. Spin Electronics for Non Destructive Testing. in *Nanomagnetism: Applications and Perspectives* (eds. Voorde, rcel V. de & Fermon, C.) 81–102 (Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2017). doi:10.1002/9783527698509.ch5.
26. Hadadeh, F. 3D Probe for Magnetic Imaging and Non-destructive Testing. <http://www.theses.fr> (Université Paris-Saclay (ComUE), 2018).
27. Bałanda, M. & Dubiel, S. M. An AC magnetic susceptibility study of a sigma-phase Fe65.9V34.1 alloy. *J. Alloys Compd.* **663**, 77–81 (2016).

28. Gutiérrez, L. *et al.* Ac magnetic susceptibility study of iron nanoparticle biodistribution. *J. Phys. Appl. Phys.* **44**, 255002 (2011).
29. Gömörý, F. Characterization of high-temperature superconductors by AC susceptibility measurements. *Supercond. Sci. Technol.* **10**, 523–542 (1997).
30. Tavares, S. S. M., Pardal, J. M., Guerreiro, J. L., Gomes, A. M. & da Silva, M. R. Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803. *J. Magn. Mater.* **322**, L29–L33 (2010).
31. Ramírez-Salgado, J., Domínguez-Aguilar, M. A., Castro-Domínguez, B., Hernández-Hernández, P. & Newman, R. C. Detection of secondary phases in duplex stainless steel by magnetic force microscopy and scanning Kelvin probe force microscopy. *Mater. Charact.* **86**, 250–262 (2013).
32. Lo, K. H. & Lai, J. K. L. Microstructural characterisation and change in a.c. magnetic susceptibility of duplex stainless steel during spinodal decomposition. *J. Nucl. Mater.* **401**, 143–148 (2010).
33. Nonnenmacher, M., O'Boyle, M. P. & Wickramasinghe, H. K. Kelvin probe force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* **APLCLASS2019**, 2921–2923 (1998).
34. Hibbs, A. D. *et al.* A SQUID-based ac susceptometer. *Rev. Sci. Instrum.* **65**, 2644–2652 (1994).
35. Ladino, E. A. H. *et al.* Detection of magnetic nanoparticles with a large scale AC superconducting susceptometer. *Supercond. Sci. Technol.* **30**, 084007 (2017).
36. Tetienne, J.-P. Un microscope de champ magnétique basé sur le défaut azote-lacune du diamant: réalisation et application à l'étude de couches ferromagnétiques ultraminces. (Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2014).
37. Gordon, D. & Brown, R. Recent advances in fluxgate magnetometry. *IEEE Trans. Magn.* **8**, 76–82 (1972).
38. Gao, Y., Li, Z., Li, Y. & Gan, F. The design of high precision three axis fluxgate magnetometer. in *2017 IEEE 3rd Information Technology and Mechatronics Engineering Conference (ITOEC)* 249–253 (2017). doi:10.1109/ITOEC.2017.8122429.
39. Kim, Y. J. & Savukov, I. Ultra-sensitive Magnetic Microscopy with an Optically Pumped Magnetometer. *Sci. Rep.* **6**, 24773 (2016).
40. Mühlbauer, S. *et al.* Magnetic small-angle neutron scattering. *Rev. Mod. Phys.* **91**, 015004 (2019).

41. Krautscheid, P., Reeve, R. M., Lauf, M., Krüger, B. & Kläui, M. Domain wall spin structures in mesoscopic Fe rings probed by high resolution SEMPA. *J. Phys. Appl. Phys.* **49**, 425004 (2016).
42. Phatak, C., Petford-Long, A. K. & De Graef, M. Recent advances in Lorentz microscopy. *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* **20**, 107–114 (2016).
43. Scheinfein, M. R., Unguris, J., Kelley, M. H., Pierce, D. T. & Celotta, R. J. Scanning electron microscopy with polarization analysis (SEMPA). *Rev. Sci. Instrum.* **61**, 2501–2527 (1990).
44. Bauer, E. LEEM and SPLEEM. in *Science of Microscopy* (eds. Hawkes, P. W. & Spence, J. C. H.) 605–656 (Springer New York, 2007). doi:10.1007/978-0-387-49762-4_8.
45. Matteucci, G., Muccini, M. & Hartmann, U. Stray-field investigations on sharp ferromagnetic tips by electron holography. *J. Magn. Magn. Mater.* **133**, 422–424 (1994).
46. Li, Z.-A. *et al.* Magnetic Skyrmion Formation at Lattice Defects and Grain Boundaries Studied by Quantitative Off-Axis Electron Holography. *Nano Lett.* **17**, 1395–1401 (2017).
47. Tonomura, A., Matsuda, T., Endo, J., Arii, T. & Mihama, K. Direct Observation of Fine Structure of Magnetic Domain Walls by Electron Holography. *Phys. Rev. Lett.* **44**, 1430–1433 (1980).
48. Nakajima, R., Stöhr, J. & Idzerda, Y. U. Electron-yield saturation effects in L-edge x-ray magnetic circular dichroism spectra of Fe, Co, and Ni. *Phys. Rev. B* **59**, 6421–6429 (1999).
49. Finizio, S. *et al.* Domain wall transformations and hopping in La_{0.7}Sr_{0.3}MnO₃ nanostructures imaged with high resolution x-ray magnetic microscopy. *J. Phys. Condens. Matter* **26**, 456003 (2014).
50. Kuch, W. Imaging Magnetic Microspectroscopy. in *Magnetic Microscopy of Nanostructures* (eds. Hopster, H. & Oepen, H. P.) 1–28 (Springer Berlin Heidelberg, 2005). doi:10.1007/3-540-26641-0_1.
51. Mosendz, O. *et al.* Imaging of lateral spin valves with soft x-ray microscopy. *Phys. Rev. B* **80**, 104439 (2009).
52. Vysokikh, Y., Shevyakov, V., Shaposhnikov, A., Prokopov, A. & Shelaev, A. Integration of scanning near field polarization optical microscopy and atomic force microscopy for investigation of magnetic and ferroelectric materials. in *2017 IEEE Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (EIConRus)* 1445–1448 (2017). doi:10.1109/EIConRus.2017.7910843.

53. Bazylewski, P., Ezugwu, S. & Fanchini, G. A Review of Three-Dimensional Scanning Near-Field Optical Microscopy (3D-SNOM) and Its Applications in Nanoscale Light Management. *Appl. Sci.* **7**, 973 (2017).
54. Hecht, B. *et al.* Scanning near-field optical microscopy with aperture probes: Fundamentals and applications. *J. Chem. Phys.* **112**, 7761–7774 (2000).
55. Taubner, T., Eilmann, F. & Hillenbrand, R. Nanoscale-resolved subsurface imaging by scattering-type near-field optical microscopy. *Opt. Express* **13**, 8893–8899 (2005).
56. Cvitkovic, A., Ocelic, N. & Hillenbrand, R. Analytical model for quantitative prediction of material contrasts in scattering-type near-field optical microscopy. *Opt. Express* **15**, 8550–8565 (2007).
57. Binnig, G. & Rohrer, H. Scanning tunneling microscopy. *Surf. Sci.* **126**, 236–244 (1983).
58. Pierce, D. T. Spin-polarized electron microscopy. *Phys. Scr.* **38**, 291–296 (1988).
59. Binnig, G., Quate, C. F. & Gerber, Ch. Atomic Force Microscope. *Phys. Rev. Lett.* **56**, 930–933 (1986).
60. Vasyukov, D. *et al.* A scanning superconducting quantum interference device with single electron spin sensitivity. *Nat. Nanotechnol.* **8**, 639 (2013).
61. Shibata, Y. *et al.* Imaging of current density distributions with a Nb weak-link scanning nano-SQUID microscope. *Sci. Rep.* **5**, 15097 (2015).
62. Clarke, J. & Braginski, A. I. *The SQUID Handbook: Applications of SQUIDs and SQUID Systems.* (John Wiley & Sons, 2006).
63. Hartmann, U. Scanning Probe Methods for Magnetic Imaging. in *Magnetic Microscopy of Nanostructures* (eds. Hopster, H. & Oepen, H. P.) 285–307 (Springer Berlin Heidelberg, 2005). doi:10.1007/3-540-26641-0_13.
64. Finkler, A. *et al.* Self-Aligned Nanoscale SQUID on a Tip. *Nano Lett.* **10**, 1046–1049 (2010).
65. Buchter, A. *et al.* Reversal Mechanism of an Individual Ni Nanotube Simultaneously Studied by Torque and SQUID Magnetometry. *Phys. Rev. Lett.* **111**, 067202 (2013).
66. Huber, M. E. *et al.* Gradiometric micro-SQUID susceptometer for scanning measurements of mesoscopic samples. *Rev. Sci. Instrum.* **79**, 053704 (2008).

67. Kirtley, J. R. *et al.* Scanning SQUID susceptometers with sub-micron spatial resolution. *Rev. Sci. Instrum.* **87**, 093702 (2016).
68. Magnetic force microscopy. in *Modern Techniques for Characterizing Magnetic Materials* (ed. Zhu, Y.) 411–451 (Springer US, 2005). doi:10.1007/0-387-23395-4_11.
69. Hirohata, A., Samiepour, M. & Corbetta, M. Magnetic Force Microscopy for Magnetic Recording and Devices. in *Electrical Atomic Force Microscopy for Nanoelectronics* (ed. Celano, U.) 231–265 (Springer International Publishing, 2019). doi:10.1007/978-3-030-15612-1_8.
70. Hrabec, A. *et al.* Current-induced skyrmion generation and dynamics in symmetric bilayers. *Nat. Commun.* **8**, 1–6 (2017).
71. Koblischka, M. R., Hartmann, U. & Sulzbach, T. Improvements of the lateral resolution of the MFM technique. *Thin Solid Films* **428**, 93–97 (2003).
72. Gao, L. *et al.* Focused ion beam milled CoPt magnetic force microscopy tips for high resolution domain images. *IEEE Trans. Magn.* **40**, 2194–2196 (2004).
73. Nečas, D. *et al.* Determination of tip transfer function for quantitative MFM using frequency domain filtering and least squares method. *Sci. Rep.* **9**, 1–15 (2019).
74. Giorgio, C. D. *et al.* Quantitative magnetic force microscopy using calibration on superconducting flux quanta. *Nanotechnology* **30**, 314004 (2019).
75. Alekseev, A. M., Komkov, V. N., Krasnoborod'ko, S. Yu., Shubin, A. B. & Shevyakov, V. I. Peculiarities of three-passage measurements in magnetic force microscopy. *Russ. Microelectron.* **40**, 529–532 (2011).
76. Tomlinson, S. L. & Farley, A. N. Micromagnetic model for magnetic force microscopy tips. *J. Appl. Phys.* **81**, 5029–5031 (1997).
77. Chaplygin, Yu. A. & Shevyakov, V. I. Investigation into the effect of cantilever structural parameters on the sensitivity of magnetic force microscopy. *Nanotechnologies Russ.* **8**, 186–190 (2013).
78. Chen, H. & Chien, C. X. Microscopic tips having stable magnetic moments and disposed on cantilevers for sensing magnetic characteristics of adjacent structures. (2002).
79. Cao, Y., Kumar, P., Zhao, Y., Yoshimura, S. & Saito, H. Active magnetic force microscopy of Sr-ferrite magnet by stimulating magnetization under an AC magnetic field: Direct observation of reversible and irreversible magnetization processes. *Appl. Phys. Lett.* **112**, 223103 (2018).

80. Rondin, L. *et al.* Stray-field imaging of magnetic vortices with a single diamond spin. *Nat. Commun.* **4**, 1–5 (2013).
81. Balasubramanian, G. *et al.* Nanoscale imaging magnetometry with diamond spins under ambient conditions. *Nature* **455**, 648–651 (2008).
82. Rondin, L. Réalisation d'un magnétomètre à centre coloré NV du diamant. (École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2012).
83. Chipaux, M. *et al.* Magnetic imaging with an ensemble of nitrogen-vacancy centers in diamond. *Eur. Phys. J. D* **69**, 166 (2015).
84. Nowodzinski, A. *et al.* Nitrogen-Vacancy centers in diamond for current imaging at the redistributive layer level of Integrated Circuits. *Microelectron. Reliab.* **55**, 1549–1553 (2015).
85. Rondin, L. *et al.* Magnetometry with nitrogen-vacancy defects in diamond. *Rep. Prog. Phys.* **77**, 056503 (2014).
86. Barry, J. F. *et al.* Sensitivity Optimization for NV-Diamond Magnetometry. *ArXiv190308176 Cond-Mat Physicsphysics Physicsquant-Ph* (2019).
87. Witzel, W. M., Carroll, M. S., Morello, A., Cywiński, Ł. & Das Sarma, S. Electron Spin Decoherence in Isotope-Enriched Silicon. *Phys. Rev. Lett.* **105**, 187602 (2010).
88. Broadway, D. A. *et al.* Anticrossing Spin Dynamics of Diamond Nitrogen-Vacancy Centers and All-Optical Low-Frequency Magnetometry. *Phys. Rev. Appl.* **6**, 064001 (2016).
89. Broadway, D. A. *et al.* High precision single qubit tuning via thermomagnetic field control. *Appl. Phys. Lett.* **112**, 103103 (2018).
90. Tetienne, J.-P. *et al.* Nanoscale imaging and control of domain-wall hopping with a nitrogen-vacancy center microscope. *Science* **344**, 1366–1369 (2014).
91. Broadway, D. A. *et al.* Improved current density and magnetisation reconstruction through vector magnetic field measurements. *ArXiv200506788 Cond-Mat Physicsphysics* (2020).
92. Sandhu, A., Kurosawa, K., Dede, M. & Oral, A. 50 nm Hall Sensors for Room Temperature Scanning Hall Probe Microscopy. *Jpn. J. Appl. Phys.* **43**, 777 (2004).
93. Sandhu, A., Okamoto, A., Shibasaki, I. & Oral, A. Nano and micro Hall-effect sensors for room-temperature scanning hall probe microscopy. *Microelectron. Eng.* **73–74**, 524–528 (2004).

94. Panchal, V. *et al.* Magnetic Scanning Probe Calibration Using Graphene Hall Sensor. *IEEE Trans. Magn.* **49**, 3520–3523 (2013).
95. Gerken, M. *et al.* Traceably Calibrated Scanning Hall Probe Microscopy at Room Temperature. *ArXiv191012676 Phys.* (2019).
96. Jogschies, L. *et al.* Recent Developments of Magnetoresistive Sensors for Industrial Applications. *Sensors* **15**, 28665–28689 (2015).
97. McGuire, T. & Potter, R. Anisotropic magnetoresistance in ferromagnetic 3d alloys. *IEEE Trans. Magn.* **11**, 1018–1038 (1975).
98. Baibich, M. N. *et al.* Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices. *Phys. Rev. Lett.* **61**, 2472–2475 (1988).
99. Binasch, G., Grünberg, P., Saurenbach, F. & Zinn, W. Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange. *Phys. Rev. B* **39**, 4828–4830 (1989).
100. Fermon, C. & Pannetier-Lecoœur, M. Noise in GMR and TMR sensors. in *Giant Magnetoresistance (GMR) Sensors* (2013). doi:10.1007/978-3-642-37172-1_3.
101. Silva, A. V. *et al.* Linearization strategies for high sensitivity magnetoresistive sensors. *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* **72**, 10601 (2018).
102. Nakamura, M., Kimura, M., Sueoka, K. & Mukasa, K. Scanning magnetoresistance microscopy with a magnetoresistive sensor cantilever. *Appl. Phys. Lett.* **80**, 2713–2715 (2002).
103. Takezaki, T., Yagisawa, D. & Sueoka, K. Fabrication and Characterization of an MR Cantilever with a Spin-Valve Sensor for a Scanning Magnetoresistance Microscope. *Trans. Magn. Soc. Jpn.* **5**, 109–112 (2005).
104. Takezaki, T. & Sueoka, K. Quantitative current measurements using scanning magnetoresistance microscopy. *Ultramicroscopy* **108**, 970–974 (2008).
105. Costa, M. *et al.* Integration of magnetoresistive sensors with atomic force microscopy cantilevers for scanning magnetoresistance microscopy applications. in *2015 IEEE Magnetics Conference (INTERMAG)* 1–1 (2015).
106. Costa, M. *et al.* Towards high-resolution scanning magnetoresistance microscopy. in *2017 IEEE 12th International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (NEMS)* 73–76 (2017).
107. Richheimer, F. *et al.* 3D Magnetic Field Reconstruction Methodology Based on a Scanning Magnetoresistive Probe. *Sensors* **18**, 2049 (2018).

Chapitre 2 :

Capteurs magnétorésistifs

« Créer, c'est résister. Résister, c'est créer. »

Stéphane Hessel, *Indignez-vous !*, 2010.

Chapitre 2 :	Capteurs magnétorésistifs	39
I)	Principes de l'effet GMR	43
1)	Diffusion dépendante du spin	43
2)	Effet GMR.....	44
a)	Configuration antiparallèle des aimantations	45
b)	Configuration parallèle des aimantations	45
c)	Effet de magnétorésistance	46
3)	Effet TMR	46
4)	Structure réelle d'un capteur magnétorésistifs.....	48
a)	Principe général du capteur GMR.....	48
b)	Conception pratique du capteur	50
5)	Interactions dans la structure en couches minces	53
a)	Couplage magnétostatique.....	53
b)	Couplage direct (échange direct)	54
c)	Couplage indirect (RKKY).....	54
II)	Caractérisation des performances	55
1)	Grandeurs standards en métrologie	56
a)	La gamme de fonctionnement ou dynamique de mesure	56
b)	La résolution ou limite de détection	56
c)	La sensibilité.....	56
d)	La justesse	56
e)	La fidélité	56
2)	Réponse en champ : $R = f(H)$	57
a)	Dispositif de mesure	57
b)	Grandeurs fondamentales mesurées.....	58
3)	Mesure de bruit	61
a)	Qu'est-ce que le bruit ?	61
b)	Dispositif de mesure	62
c)	Données et interprétation.....	64
4)	Défectivité	67
	Bibliographie.....	69

Table des Figures :

Figure 2-1 : Allure de la densité d'états électroniques (Density Of States) en fonction de la différence d'énergie au niveau de Fermi pour les deux populations de spins dans un matériau ferromagnétique en dessous de T_c . Influence sur le libre parcours moyen et la résistance associés à chaque canal de courant.....	44
Figure 2-2 : Une des mesures « historiques » de l'effet GMR. Variation de la résistance de la structure en fonction de la configuration des aimantations des couches de fer (modifiée par application d'un champ magnétique \mathbf{H} dans le plan parallèle aux aimantations), d'après Baibich <i>et al.</i> ⁶	45
Figure 2-3 : (Haut) Modèle de Mott à deux courants pour la magnétorésistance géante entre deux ferromagnétiques (séparés par une petite épaisseur de conducteur non magnétique) pour les deux configurations limites : parallèle (a) et antiparallèle (b). (Bas) Modèles électriques associés.....	46
Figure 2-4 : Modèle du transport dépendant du spin pour l'effet TMR entre deux matériaux ferromagnétiques 1 et 2. Chaque matériau est caractérisé par son niveau d'énergie de Fermi (E_F) et son aimantation (\mathbf{M}). La barrière tunnel est caractérisée par son énergie E_B	47
Figure 2-5 : Illustration de l'évolution de la résistance d'un capteur GMR en fonction du champ magnétique appliqué dans le sens de l'aimantation de la couche de référence. L'aimantation de la couche dure est fixe (flèche du bas), celle de la couche libre (flèche du haut) dépend du signal magnétique.....	49
Figure 2-6 : Exemple de stack GMR standard (stack 2, voir Annexe II). Par-dessus la couche libre de la vanne de spin « classique » (couche dure, espaceur et couche libre) une couche de piégeage optionnelle (en couleurs estompées) peut être ajoutée afin de linéariser la réponse et de réduire le niveau de bruit (voir Chapitre 3). La configuration du stack est de type « bottom » GMR.....	50
Figure 2-7 : Procédure pour les recuits sous champ successifs pour fixer les aimantations de la couche libre (bleu) et de la couche de référence (rouge).....	52
Figure 2-8 : Réponse complète en champ d'une vanne de spin GMR d'après Dieny <i>et al.</i> ² . Evolution du moment magnétique et de la variation relative de résistance d'un échantillon en fonction du champ magnétique appliqué. On distingue le retournement de la couche libre autour de $H = 0$ (zone bleue) et de la couche dure à des valeurs de champ plus élevées (zone violette).....	53
Figure 2-9 : Principe du couplage RKKY dans une couche de ruthénium d'épaisseur t_{Ru} . Comportement des électrons au niveau de Fermi (gauche). Allure de la variation d'intensité du couplage (I_{RKKY}) entre deux couches ferromagnétiques en fonction de l'épaisseur d'un espaceur de ruthénium : celui-ci favorise tantôt un comportement antiparallèle des aimantations, tantôt parallèle.....	55
Figure 2-10 : Illustration des différents types de couplages dans les GMR : couplages magnétostatiques (a) (induit par une couche ferromagnétique (a_1), un domaine (a_2), les irrégularités à l'interface (a_3)), couplage direct (b) (entre deux ferromagnétiques (b_1), entre un ferromagnétique et un antiferromagnétique (b_2)), couplage indirect	

RKKY (c) (couplage oscillant pouvant induire une configuration antiparallèle (c_1) ou parallèle des deux couches (c_2)). Ces interactions peuvent être dues au champ (orange) ou aux électrons (vert)..... 55

Figure 2-11 : Illustration des principales caractéristiques d'un capteur..... 57

Figure 2-12 : Schéma du montage standard pour la mesure de $R = f(H)$. La chaîne d'acquisition du signal (amplifié et filtré) du capteur est représentée en noir et la chaîne de contrôle du champ généré par les bobines de Helmholtz en bleu. Typiquement le gain G appliqué est de l'ordre de $\times 1$ à $\times 10$, et la fréquence de coupure f_c du filtre passe-bas de quelques dizaines de Hz (filtrage de la composante à 50 Hz du secteur notamment).. 58

Figure 2-13 : Illustration des grandeurs fondamentales extraites de la courbe de réponse d'un capteur magnétorésistif. Dans cet exemple précis, l'*offset* est de -2,25 mT, l'hystérésis maximale de 0,25 mT et la MR de 5,3 %. On observe une variation de 0,25 Ω pour 1 mT, ce qui correspond à une sensibilité de 0,33 %/mT environ. 60

Figure 2-14 : Courbe de réponse pour un champ appliqué à 90° par rapport à l'axe d'aimantation de la couche dure, sur un capteur GMR présentant un couplage interne au stack de la couche libre (stack type 2). On peut relever sur cette courbe que l'intensité du couplage de la couche libre est de l'ordre de 2,5 mT. Ce capteur évolue d'environ 0,4 Ω pour 1 mT de variation du champ, ce qui correspond à une sensibilité à 90° de 0,05 %/mT..... 61

Figure 2-15 : Mise en place d'une puce contenant des capteurs GMR dans le connecteur QFN adapté et connecté à la chaîne d'acquisition..... 62

Figure 2-16 : Montage expérimental pour la mesure de bruit. Typiquement le gain appliqué est de l'ordre de $\times 20$ à $\times 200$ et la fréquence de coupure de quelques kHz. 63

Figure 2-17 : Exemples de mesures de densité spectrale de bruit sur un capteur magnétorésistif, alimenté ou non par un courant. Influence de la présence d'un blindage magnétique (chambre blindée) autour du dispositif..... 64

Figure 2-18 : (Gauche) Densité spectrale de bruit (mesure et loi théorique) d'un capteur GMR standard (3 μm de large), stack 1 (voir Annexe II), pour différentes tensions d'alimentation. À courant nul, le bruit thermique est dominant (vert). Le bruit en $1/f$ de la courbe verte est issu de la chaîne d'amplification. Lorsque le courant augmente (0,25 mA), le bruit en $1/f$ domine aux basses fréquences (bleu). Pour des courants plus élevés (0,5 mA) on peut observer le pic lorentzien typique du RTN (rouge). Les points les valeurs expérimentales, les lignes sont les régressions linéaires basées sur les expressions (2.II.7) à (2.II.9). (Droite) Signaux temporels mesurés associés aux trois tensions d'alimentation. 67

Figure 2-19 : Densité spectrale de bruit brute (S_v) et détectivité calculée (D) pour un capteur GMR test sur lequel est appliqué un signal de calibration de 850 nT_{RMS} à 15 Hz. On notera la valeur typique de la détectivité, pour un « bon » capteur en conditions standards de mesure, de l'ordre de 1 nT. Hz^{-1/2} à 1 kHz..... 68

I) Principes de l'effet GMR

1) Diffusion dépendante du spin

Comme évoqué précédemment, l'effet GMR repose sur le comportement des électrons dans les matériaux magnétiques structurés en couches minces. Dans un métal magnétique en dessous de sa température de Curie (Fer, Nickel, Cobalt à température ambiante), l'existence d'une aimantation induit l'existence d'un champ magnétique au sein du matériau. La composante du champ créée par M s'écrit :

$$B - \mu_0 H = \mu_0 M \quad (2.I.1)$$

Dans ce matériau ferromagnétique, les propriétés qui nous intéressent sont celles des porteurs de charge, autrement dit des particules responsables du transport électronique : on se focalise donc sur les électrons de conduction (bandes $4s$ et $3d$). Ceux-ci ont leur spin colinéaire avec M . On dit de ces électrons qu'ils sont up (\uparrow) ou down (\downarrow) selon que l'orientation de leur spin soit alignée respectivement parallèlement ou antiparallèlement à M . Deux critères principaux interviennent pour l'interprétation des propriétés de conductivité : le nombre de porteurs impliqués (caractérisé par leur densité d'état « DOS » ou *density of states*) et la diffusion (caractérisée par le libre parcours moyen λ de chaque porteur). On peut définir la longueur de diffusion d'un spin λ_s qui correspond à la distance moyenne parcourue par un électron avant le retournement de son spin.

Un premier modèle fait l'hypothèse que la conduction totale dans le métal est la somme des conductions associées à deux canaux parallèles et indépendants (spin \uparrow ou \downarrow) : c'est le modèle à deux courants de Mott ^{1,2} (voir Figure 2-1). Ce modèle simple mais permettant une interprétation qualitative néglige la possibilité de retournement des spins (*spin flip*) et suppose λ_s très grande devant l'épaisseur de l'espaceur de cuivre. Le modèle de Valet-Fert ³ permet toutefois d'avoir une vision plus complète du phénomène (en intégrant notamment l'effet du *spin flip*). Expérimentalement, selon l'alignement du spin par rapport à l'aimantation dans un ferromagnétique, la valeur de λ_s est fortement modifiée : par exemple dans le cas du permalloy ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) à température ambiante, $\lambda_{\uparrow} \sim 7$ nm et $\lambda_{\downarrow} \sim 0,7$ nm. Une différence de conductivité est donc observée dans le matériau.

Il est possible de comprendre cela d'un point de vue thermodynamique. Les électrons de conduction sont les plus énergétiques du métal, leur énergie étant à l'énergie de Fermi E_F ⁴. Si ce métal est ferromagnétique, la structure de bande des électrons up (\uparrow) colinéaires à l'aimantation et des électrons down (\downarrow) est dissymétrique ⁵ et due à l'énergie d'échange. Comme cela est illustré sur la Figure 2-1, les états accessibles de la bande $3d$ (impliquée dans la conduction) pour les spins \uparrow sont en majorité occupés : l'essentiel du DOS associé aux spins \uparrow est sous le niveau de Fermi. En revanche, les états \downarrow de la bande sont partiellement occupés. Ainsi, sous le niveau de Fermi, les spins \uparrow sont majoritaires. Le matériau est dit

« polarisé en spin ». Comme l'illustre notre exemple sur $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$, les spins majoritaires conduisent mieux car ils sont plus mobiles et plus nombreux. La mobilité de chaque population de spin est notamment modulée par le *spin flip* de cette population. Plus ce taux est élevé, plus la mobilité diminue. Sachant qu'au niveau de Fermi, le nombre d'états accessibles est supérieure pour les spins \uparrow que pour les spins \downarrow alors la probabilité de voir un spin \downarrow devenir \uparrow est plus élevée que l'inverse. Ainsi, les spins \uparrow sont plus mobiles car ils sont moins sujets au *spin flip*⁵. Sachant que les spins \uparrow sont plus nombreux que les spins \downarrow , alors les conductivités σ_{\uparrow} et σ_{\downarrow} vérifient donc :

$$\sigma_{\uparrow} > \sigma_{\downarrow} \quad (2.1.2)$$

Réciproquement, les résistivités vérifient :

$$r_{\uparrow} < r_{\downarrow} \quad (2.1.2)$$

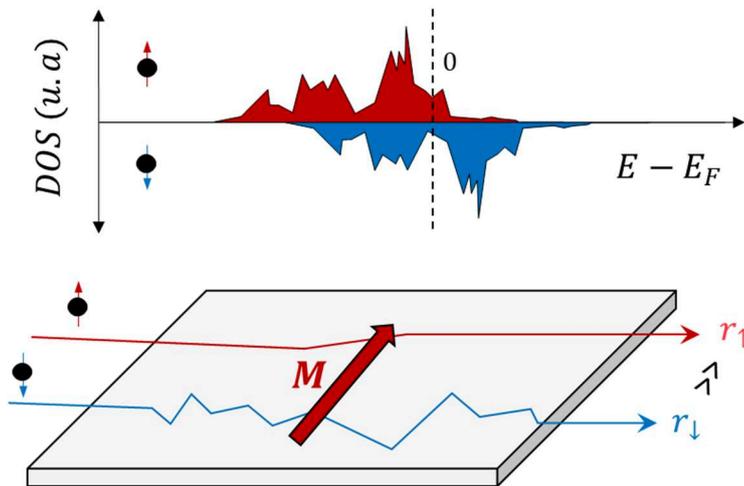


Figure 2-1 : Allure de la densité d'états électroniques (*Density Of States*) en fonction de la différence d'énergie au niveau de Fermi pour les deux populations de spins dans un matériau ferromagnétique en dessous de T_c . Influence sur le libre parcours moyen et la résistance associés à chaque canal de courant.

2) Effet GMR

Pour en revenir aux démonstrations « historiques » de l'effet GMR, la configuration utilisée repose sur un empilement de couches minces ferromagnétiques (Figure 2-2). L'orientation relative des aimantations dans la publication est initialement antiparallèle (fixée par couplage indirect de type RKKY⁶, voir Chapitre 2 : I-5) et peut être modifiée en une configuration parallèle sous l'effet d'un champ. Les aimantations s'alignent avec le champ pour minimiser leur énergie Zeeman. Selon la configuration considérée, sont observés de fortes variations de la résistance de l'ensemble.

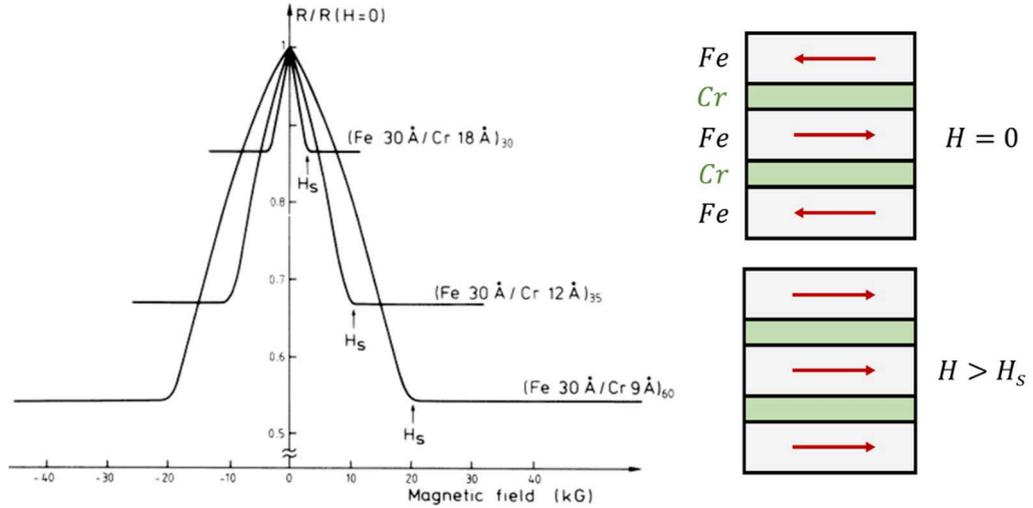


Figure 2-2 : Une des mesures « historiques » de l'effet GMR. Variation de la résistance de la structure en fonction de la configuration des aimantations des couches de fer (modifiée par application d'un champ magnétique H dans le plan parallèle aux aimantations), d'après Baibich *et al.* ⁷.

Sachant que la résistance rencontrée par un électron est inversement proportionnelle au libre parcours moyen, on peut donc définir deux cas limites possibles pour la conduction des électrons dans cette structure : un état parallèle des aimantations avec une résistance faible et un état antiparallèle possédant une résistance élevée. On s'intéresse par la suite à une structure à deux couches ferromagnétiques (séparées par un espaceur non magnétique permettant une séparation du comportement magnétique des deux couches ferromagnétiques). Le modèle à deux courants est supposé valide (conservation du spin à l'interface entre les deux couches ferromagnétiques).

a) Configuration antiparallèle des aimantations

Supposons que les deux couches présentent des aimantations antiparallèles. Chaque spin va alors traverser un film de matériau d'aimantation parallèle à son moment magnétique (de résistance équivalente faible : r) et un film d'aimantation antiparallèle (de résistance équivalente plus élevée : $R > r$). La résistance totale issue du modèle est donnée par :

$$R_{\uparrow\downarrow} = (r + R)/2 \quad (2.I.2)$$

b) Configuration parallèle des aimantations

Les aimantations des deux couches sont parallèles. Les deux canaux ne sont plus symétriques du point de vue de leurs résistances respectives et la résistance totale issue du modèle est donnée par :

$$R_{\uparrow\uparrow} = 2 \cdot r \cdot R / (r + R) \approx 2 \cdot r \quad (2.1.3)$$

c) Effet de magnétorésistance

Usuellement, $R_{\uparrow\uparrow} < R_{\uparrow\downarrow}$ avec $R \gg r$. Dans le cas de deux couches de permalloy cité précédemment par exemple, qualitativement si un facteur 10 d'écart entre λ_{\uparrow} et λ_{\downarrow} induit une variation de σ du même ordre, alors $R_{\uparrow\downarrow}/R_{\uparrow\uparrow} = 2,75$. Vu autrement, si $R_{moy} = (R_{\uparrow\downarrow} + R_{\uparrow\uparrow})/2$ alors la variation relative de résistance $MR = (R_{\uparrow\downarrow} - R_{\uparrow\uparrow})/R_{moy}$, définie comme le ratio de magnétorésistance, vaut 47 % environ. Il est à noter que ce ratio est plus faible dans le cas du NiFe que dans le cas du CoFe qui possède une plus forte polarisation en spin et un effet de magnétorésistance plus grand. De plus, pour notre calcul nous faisons l'hypothèse d'une configuration où le courant est perpendiculaire au plan de l'empilement GMR (configuration CPP pour *current perpendicular to plan*). Or, il est en pratique nécessaire d'utiliser une configuration CIP (*current in plan*) dans le cas des GMR afin d'avoir des structures de résistance suffisante pour être mesurée. Notons que la configuration CIP induit un court-circuit dans la structure au niveau du film conducteur (Cu), conduisant à une valeur de MR plus faible. On obtient ainsi typiquement des valeurs de MR voisines de 5 - 6 % avec des valeurs maximales mesurées autour de 11 - 12 %⁸.

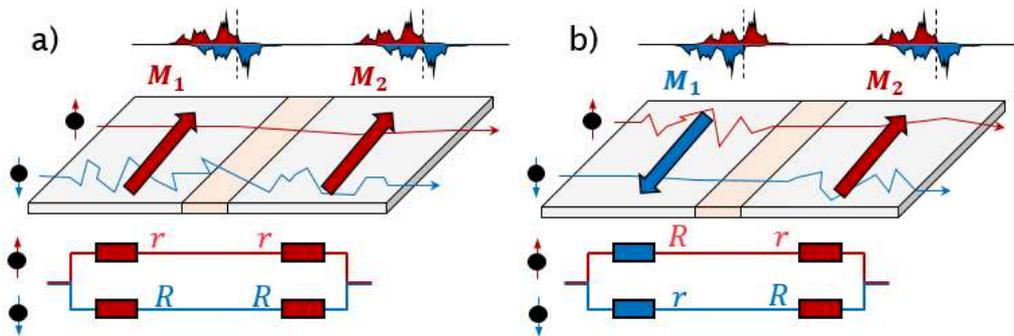


Figure 2-3 : (Haut) Modèle de Mott à deux courants pour la magnétorésistance géante entre deux ferromagnétiques (séparés par une petite épaisseur de conducteur non magnétique) pour les deux configurations limites : parallèle (a) et antiparallèle (b). (Bas) Modèles électriques associés.

3) Effet TMR

Dans une configuration dite de « jonction tunnel magnétique », l'espaceur entre les couches ferromagnétiques est isolant (typiquement MgO), les hypothèses précédentes s'en trouvent modifiées. Pour comprendre l'effet TMR⁹, il faut en revenir aux densités d'états asymétriques en fonction de l'orientation des spins et faire appel à une notion de mécanique quantique. Les spins au niveau de Fermi

(propre à chaque matériau magnétique) doivent désormais franchir une barrière d'énergie E_B introduite par la fine épaisseur isolante de MgO. Or, même si les électrons ont une énergie inférieure à celle de la barrière, il existe toutefois une probabilité non nulle que ceux-ci arrivent à traverser par effet tunnel.

Les canaux de spins up et down sont toujours supposés indépendants. L'effet TMR en lui-même repose sur la *règle d'or de Fermi*⁴ qui énonce le principe suivant : dans le cas d'un transfert d'électrons entre deux « électrodes », la densité de courant produite, pour chaque canal de spins, est proportionnelle au produit des densités d'états au niveau de Fermi de l'état initial (électrode de départ) et de l'état final (électrode d'arrivée). Comme illustré sur la Figure 2-4, dans la configuration antiparallèle chaque canal comporte une DOS faible et une DOS élevée. En revanche, dans la configuration parallèle, on note que dans le cas des spins \uparrow le produit des DOS d'arrivée et de départ est maximal : la conductivité est donc plus élevée que dans l'état antiparallèle. Notons que la résistance de cette structure est proportionnelle à l'exponentielle de hauteur de la barrière isolante.

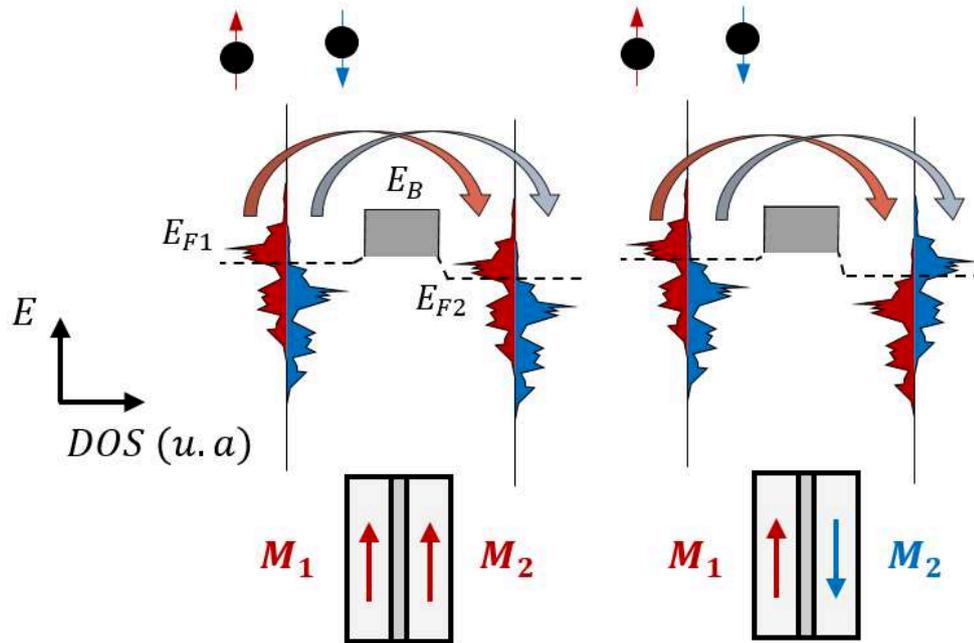


Figure 2-4 : Modèle du transport dépendant du spin pour l'effet TMR entre deux matériaux ferromagnétiques 1 et 2. Chaque matériau est caractérisé par son niveau d'énergie de Fermi (E_F) et son aimantation (M). La barrière tunnel est caractérisée par son énergie E_B .

Dans le cadre du projet de microscope magnétique, la technologie TMR n'est pas privilégiée pour les premiers développements. Cela est dû à plusieurs contraintes. Tout d'abord, il y a une contrainte de « fragilité ». Les TMR sont beaucoup plus sensibles aux décharges électrostatiques que les GMR (même

lorsqu'on réduit la taille de ces dernières, voir le Chapitre 4). Ici, la situation est celle du développement d'un « prototype » (de pointes, de dispositif de mesure...) : cette situation est donc, par essence, très évolutive. L'utilisation de capteurs plus robustes, comme les GMR, permet de lever une contrainte dans un premier temps jusqu'à la stabilisation des autres aspects du projet (procédé de fabrication, montage expérimental). D'autres points sont également à prendre en compte : il est techniquement plus complexe de fabriquer des TMR que des GMR. En particulier, le contrôle de la qualité et de l'épaisseur de la barrière est un point crucial.

Les TMR présentent en revanche des avantages qui pourraient se révéler intéressants pour des développements plus avancés du microscope. Parmi eux, on note la possibilité de contrôler la valeur de la résistance et d'atteindre des valeurs de magnétorésistance (MR) de plusieurs dizaines de pourcents (contre quelques pourcents typiquement pour une GMR) grâce à l'épaisseur de la barrière isolante et à l'utilisation de la configuration CPP (permise pour les TMR). De plus, la structuration en « pilier » et le contrôle la hauteur de la barrière isolante permettent de réduire la taille de la TMR jusqu'à des dimensions nanométriques et identiques dans les deux directions du plan. *A contrario*, l'utilisation des GMR impose de d'avoir un grand rapport d'aspect pour conserver une résistance suffisamment élevée⁸. Une conséquence de cette contrainte est l'obtention d'une résolution latérale meilleure dans une direction du plan que dans la seconde. Pour les applications capteurs, bien que la sensibilité des TMR est, nous l'avons vu, plus élevée que celle des GMR. Leur usage s'accompagne cependant très généralement d'un niveau de bruit bien plus élevé, ce qui est un paramètre très limitant pour la mesure de petits signaux magnétiques et à basse fréquence. Leur utilisation à haute fréquence (pour la mesure de susceptibilité dans notre cas) reste toutefois pertinente avec les dispositifs à l'état de l'art. La technologie TMR est utilisée massivement dans les têtes de lecture des disques durs¹⁰ et elle devient compétitive dans le domaine très concurrentiel des mémoires pour l'informatique (MRAM)¹¹, par rapport aux mémoires semi-conductrices. Cependant, l'utilisation de TMR comme capteurs ultra-sensibles, permettant des performances équivalentes aux GMR en termes de robustesse ou de limite de détection à basse fréquence requiert encore une certaine maturation de la technologie.

4) Structure réelle d'un capteur magnétorésistifs

a) Principe général du capteur GMR

Nous avons ci-dessus illustré à travers deux cas limites l'effet de magnétorésistance géante. Pour une application en tant que capteur, le but est d'exploiter cet effet (variation de résistance en fonction du champ) de sorte à obtenir une réponse idéalement symétrique et linéaire autour du point de fonctionnement souhaité. En pratique, comme pour notre application l'objectif est essentiellement de mesurer des champs faibles (quelques nT ou μT) alors ce point de fonctionnement correspond à $\mu_0 H = 0 \text{ T}$.

Une structure basique répondant à cette ambition est ce que l'on appelle la « vanne de spin »^{2,12}. Elle est constituée de deux couches ferromagnétiques : une couche « libre » dont l'aimantation suit le champ magnétique alors que l'aimantation de l'autre couche dite « dure » reste bloquée et sert de référence. Les deux couches sont séparées par un espaceur conducteur (typiquement du cuivre). On peut montrer, en reprenant les notations introduites précédemment que la résistance de l'ensemble dépend de l'angle θ ¹³ entre les aimantations des deux couches ferromagnétiques et évolue au premier ordre comme :

$$R(\theta) = R_{\uparrow\uparrow} + \frac{(R_{\uparrow\downarrow} - R_{\uparrow\uparrow})}{2}(1 - \cos\theta) \quad (2.I.4)$$

Ainsi, autour de $\theta = \pi/2$, la sensibilité de la réponse est maximale et peut être approximée par un comportement linéaire en θ (Figure 2-5) :

$$R(\theta) = R_{\uparrow\uparrow} + \frac{(R_{\uparrow\downarrow} - R_{\uparrow\uparrow})}{2}(1 + \theta) \quad (2.I.5)$$

Ainsi, pour que notre capteur GMR fonctionne, il est nécessaire que le point de fonctionnement ($H = 0$) corresponde à $\theta = \pi/2$. Autrement dit, si l'axe de l'aimantation de la couche de référence est fixé dans direction $\theta = 0$ alors il faut qu'à champ nul l'aimantation de la couche libre soit orientée selon $\theta = \pi/2$. Ceci peut être réalisé par l'introduction d'une faible anisotropie au niveau de la couche libre^{2,14}. Si un faible champ est ensuite appliqué dans la direction $\theta = 0$ alors le capteur sera en mesure de le détecter. Par la suite, en référence au rôle joué par un champ magnétique orienté selon θ sur le comportement de la couche libre, la direction $\theta = 0$ (respectivement $\theta = \pi/2$) sera désignée comme direction ou axe sensible (respectivement direction de piégeage).

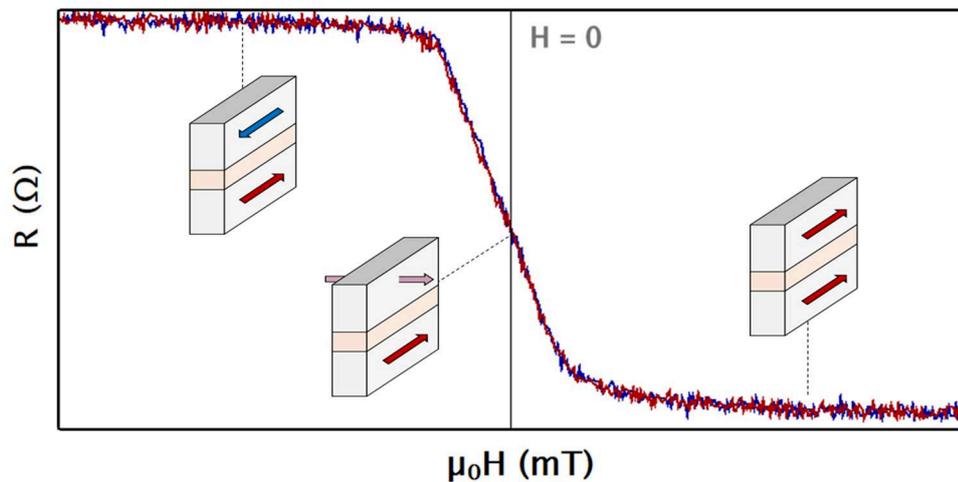


Figure 2-5 : Illustration de l'évolution de la résistance d'un capteur GMR en fonction du champ magnétique appliqué dans le sens de l'aimantation de la couche de référence. L'aimantation de la couche dure est fixe (flèche du bas), celle de la couche libre (flèche du haut) dépend du signal magnétique.

b) Conception pratique du capteur

i. Généralités

Dans la pratique, un capteur GMR est constituée d'un empilement de couches minces (le « stack » GMR) plus complexe que la structure modèle dont le cas a été discuté précédemment. Cependant, comme le montre la Figure 2-6, cet empilement se comporte de manière équivalente au cas simple. La « complexité » permet d'introduire plus de contrôle sur les propriétés des différentes couches ainsi que sur les différents couplages existant entre-elles. Le contrôle des propriétés du capteur peut aussi s'effectuer par sa forme, ses dimensions comme cela sera discuté dans les chapitres suivants. En particulier, bien que l'effet GMR existe en « couche pleine », un capteur est en pratique microfabriqué : sa forme est définie par lithographie. Ses dimensions et sa géométrie sont fixées pour jouer avantageusement sur les propriétés fondamentales du capteur (sa sensibilité, son bruit, sa linéarité). Les détails sur les procédés de fabrication sont donnés dans le Chapitre 4.

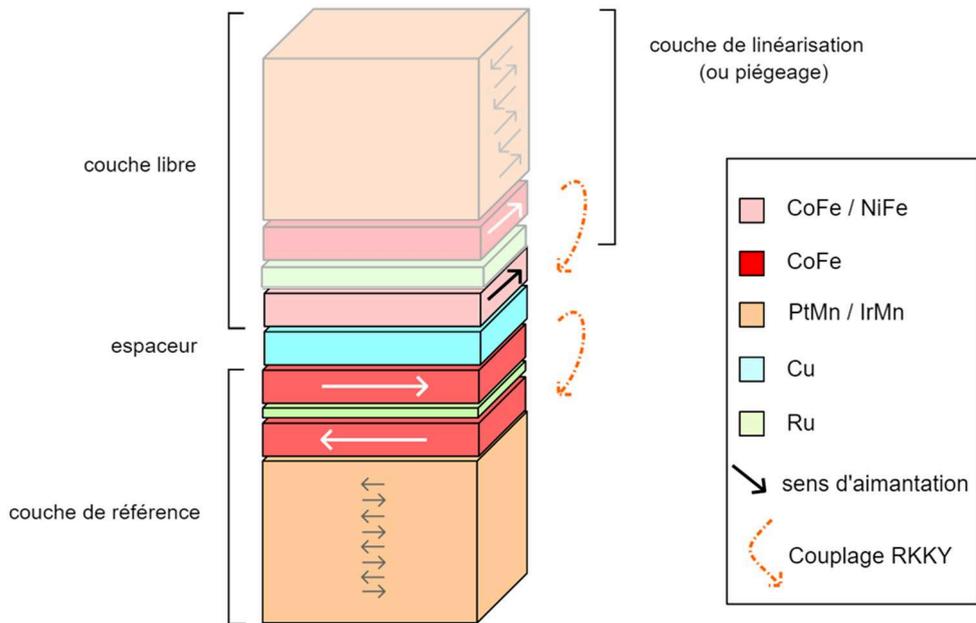


Figure 2-6 : Exemple de stack GMR standard (stack 2, voir Annexe II). Par-dessus la couche libre de la vanne de spin « classique » (couche dure, espaceur et couche libre) une couche de piégeage optionnelle (en couleurs estompées) peut être ajoutée afin de linéariser la réponse et de réduire le niveau de bruit (voir Chapitre 3). La configuration du stack est de type « bottom » GMR.

Sur la figure ci-dessus ne sont représentées que les couches « essentielles » à l'effet GMR. Le substrat de silicium n'est pas représenté : celui-ci peut être placé du côté de la couche libre (et de l'éventuelle couche de piégeage). On parlera de « top » GMR, en référence à la couche de référence qui se retrouve au-dessus de l'empilement. Inversement, si la couche dure est déposée avant la couche libre sur le substrat alors on parle de « bottom » GMR. Dans le cas des GMR, le choix de l'une ou l'autre jouera essentiellement sur les conditions de croissance et donc sur

certaines propriétés du stack comme la MR ou la coercivité de la couche libre. Le capteur présente également des couches (non représentées sur le schéma) d'accroche au niveau du substrat et de protection (« capping layer ») au sommet du stack. Ces deux couches peuvent jouer sur la qualité du capteur : la couche d'accroche influe sur la croissance des films du stack, la couche de protection permet d'éviter l'oxydation du stack (généralement un film de Ta est déposé). On note que cette dernière peut induire des contraintes et modifier ainsi les propriétés du stack ¹⁵. Toutefois ces effets restent faibles. Revenons maintenant aux trois « couches » essentielles de la structure vanne de spin et les stratégies associées à leur conception.

ii. Couche de référence ou couche dure

L'idée maitresse guidant la fabrication de la couche de référence est de faire en sorte que celle-ci ait une aimantation bloquée dans la direction souhaitée tout en étant insensible au champ magnétique extérieur (dans la gamme d'amplitudes de champ qui nous intéresse). Pour rendre la couche dure la plus dure possible, il est possible de l'inclure au sein d'un antiferromagnétique synthétique (SAF) ¹⁶. Cette structure correspond à deux couches ferromagnétiques séparées par une couche non-magnétique (du ruthénium dans les structures employées dans cette thèse) dont l'épaisseur est choisie de sorte à avoir un couplage indirect (voir Chapitre 2 : I-5) fort orientant les deux couches en configuration antiferromagnétique. L'utilisation d'un SAF dans la couche dure des GMR permet de minimiser l'impact du champ sur cette structure qui ne présente alors pas de moment magnétique net. Comme représenté sur la Figure 2-6, le SAF est associé à un antiferromagnétique, noté AF, (IrMn ou PtMn selon les propriétés souhaitées ¹⁷) par couplage d'échange afin de bloquer les aimantations de la couche dure ¹⁸. Pour fixer la direction d'aimantation du tout, le capteur est recuit sous champ magnétique (Figure 2-7) : 1 h à 300 °C à 1 T pour les capteurs du stack 2. La réponse complète en champ d'un capteur (retournement de la couche libre et de la couche dure) est représentée sur la Figure 2-8.

iii. Couche libre

La couche libre doit quant à elle pouvoir s'orienter facilement avec le champ, tout en présentant une aimantation à champ nul avec une orientation croisée par rapport à l'axe de référence. Cette pré-orientation à 90° est réalisée par l'introduction d'une anisotropie (de forme ou bien un couplage dans le stack). De plus, en général un compromis est recherché entre la dynamique et la linéarité de la réponse. C'est pourquoi, comme c'est le cas pour nos capteurs, une couche de NiFe (plus sensible aux variations de champ car c'est un ferromagnétique doux) ou une couche de CoFe (plus coercitive, polarisation en spin du matériau plus élevée que NiFe) peuvent être utilisées et potentiellement associées au sein de la même couche libre. Afin d'induire une anisotropie dans la couche libre, on pourra éventuellement la coupler de manière contrôlée (par une épaisseur de Ru bien choisie) à une autre couche ferromagnétique, elle-même associée par couplage d'échange à un matériau antiferromagnétique. L'utilisation d'une couche de piégeage n'est bien sûr pas

indispensable mais permet d'adapter finement les performances d'un stack pré-optimisé ^{14,19}. L'exemple d'un stack GMR intégrant un piégeage avec un SAF au sein de la couche libre est représenté sur la Figure 2-6. Le SAF de la couche libre étant par construction moins fort que celui de la couche de référence, le recuit sous champ utilisé pour le stabiliser doit être plus « doux » (10 min à 300 °C à 80 mT pour les capteurs du stack 2) afin de ne pas influencer la couche de référence (Figure 2-7). Ce second recuit est effectué à la suite de celui de la couche de référence déjà évoqué.

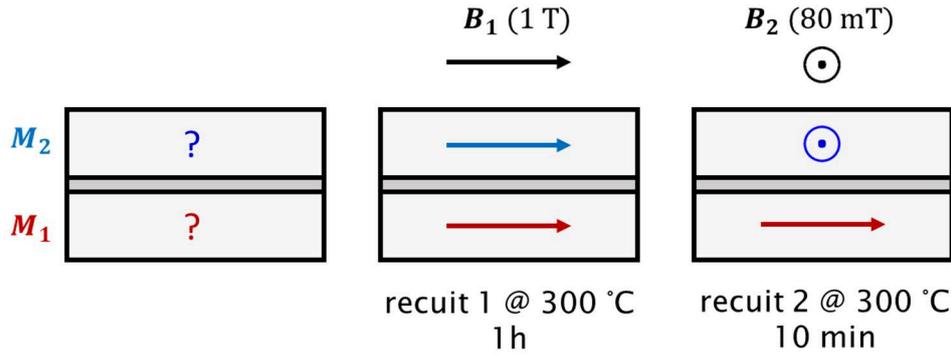


Figure 2-7 : Procédure pour les recuits sous champ successifs pour fixer les aimantations de la couche libre (bleu) et de la couche de référence (rouge).

iv. Espaceur

Introduire une couche d'un espaceur conducteur suffisamment épaisse (une épaisseur de Cu supérieure à 2 nm par exemple) dans les GMR permet d'assurer que le couplage entre les couches, libre et dure, soit assez faible pour que les aimantations des deux couches puissent être considérées comme indépendantes l'une de l'autre. Une autre condition doit être vérifiée : l'espaceur de la vanne de spin doit être de longueur suffisamment faible par rapport au libre parcours moyen des électrons λ_s afin de ne pas influencer sur l'effet GMR. On dit que le matériau conserve la cohérence du spin. C'est le cas du cuivre à température ambiante dont la longueur de cohérence de spin vaut 11,5 nm ¹²

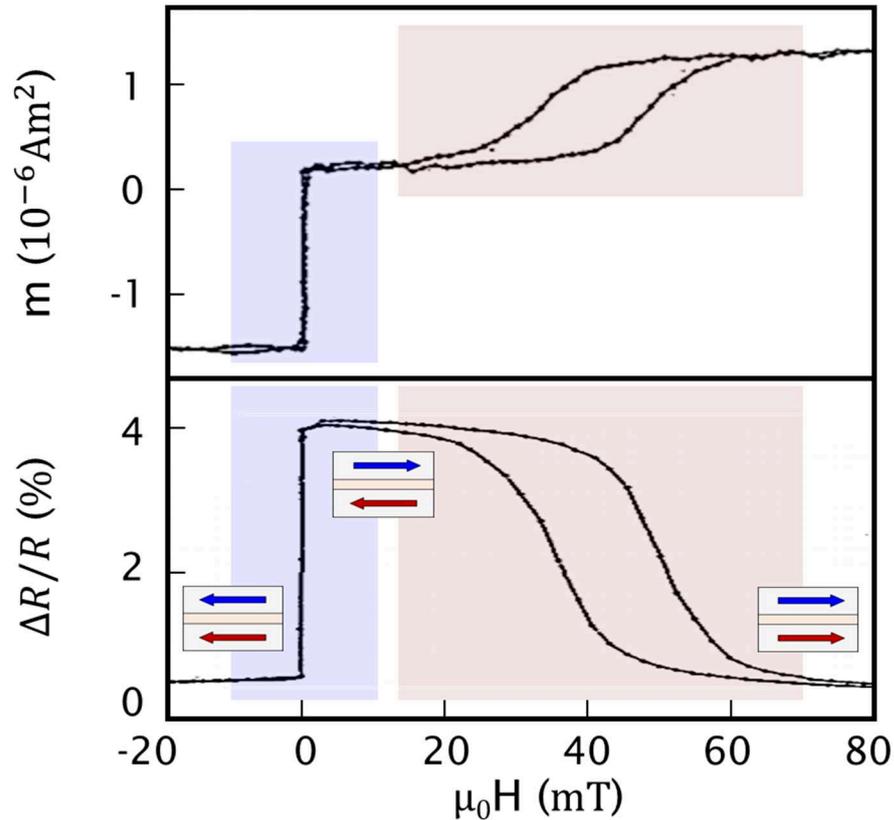


Figure 2-8 : Réponse complète en champ d'une vanne de spin GMR d'après Dieny *et al.*². Evolution du moment magnétique et de la variation relative de résistance d'un échantillon en fonction du champ magnétique appliqué. On distingue le retournement de la couche libre autour de $H = 0$ (zone bleue) et de la couche dure à des valeurs de champ plus élevées (zone violette).

5) Interactions dans la structure en couches minces

Les GMR, structurées en couches minces, sont le terrain de divers couplages entre les couches ferromagnétiques. Ces interactions sont a priori des contraintes au développement d'un capteur mais peuvent se montrer utiles pour modifier et adapter la réponse du capteur ; gamme de linéarité, niveau de bruit, sensibilité...

a) Couplage magnétostatique

Tout dipôle magnétique génère un champ magnétique. Les couplages magnétostatiques sont directement l'interaction entre le moment d'une couche ferromagnétique et les champs générés dans les couches minces de son environnement proche. Le dipôle générant le champ peut tout simplement être une autre couche mince du stack, auquel cas le champ créé tendra à orienter les autres couches antiparallèlement à l'aimantation de cette couche²⁰. Egalement, si cette dernière présente des inhomogénéités magnétiques, des parois de domaines, alors celles-ci pourront se comporter comme autant de petits dipôles capables d'interagir avec les couches environnantes. Enfin, en cas d'irrégularités à l'interface entre les couches, des dipôles magnétiques apparaissent localement : c'est l'effet « peu

d'orange » ou couplage de Néel ^{21,22} qui lui favorise un couplage ferromagnétique entre les couches dure et libre.

b) Couplage direct (échange direct)

Le couplage entre les couches magnétiques peut être direct dans le cas où les deux couches magnétiques sont en contact. Dans ce cas, par échange direct, les aimantations des deux couches tendent à s'aligner parallèlement l'une avec l'autre ²³. Cet effet est valable entre deux couches ferromagnétiques bien sûr mais également entre une couche ferromagnétique en contact avec un antiferromagnétique (les spins à l'interface de l'AF). On observe d'une part une augmentation de la coercivité de la couche ferromagnétique et d'autre part un décalage des cycles d'aimantation par rapport au champ nul et est appelé couplage d'échange ¹⁸. Ce dernier cas est utilisé en particulier dans la construction des SAF (voir Figure 2-6) ^{8,24,25}.

c) Couplage indirect (RKKY)

Le dernier phénomène impliqué dans les stacks GMR est le couplage indirect observé entre deux couches magnétiques séparées par un espaceur non magnétique (dans notre cas : Cu ²⁶ ou Ru ⁶). Si on détermine expérimentalement la force de ce couplage, on s'aperçoit que celui-ci dépend de l'épaisseur de l'espaceur (t_{NM}). Ce couplage est décroissant et oscillant. Selon la valeur de t_{NM} , l'interaction, aussi dite couplage RKKY (Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida), favorisera plutôt un couplage ferromagnétique ou un couplage antiferromagnétique. Le dimensionnement de l'espaceur est donc une donnée capitale qui intervient notamment dans la conception des SAF.

La physique de ce phénomène repose sur le couplage entre les propriétés magnétiques des couches ferromagnétiques via les électrons de conduction ²⁷⁻²⁹. Plus l'épaisseur de ruthénium t_{Ru} augmente, plus le risque de retournement du spin (et donc de perte de l'information de couplage) par rencontre avec des défauts augmente. L'intensité de couplage diminue donc avec t_{Ru} . Pour ce qui est de l'oscillation, il est possible de comprendre cela qualitativement. Lorsqu'un électron \uparrow , porteur de l'information, approche un atome de Ru alors il a une chance de subir un retournement de son spin vers l'état \downarrow . Cependant, contrairement au cas des défauts aléatoirement répartis dans le solide, la probabilité de cette interaction est spatialement périodique. La taille caractéristique pertinente pour les électrons de conduction dans un métal s'exprime comme l'inverse du vecteur d'onde de Fermi k_F défini par rapport au paramètre de maille α du matériau ²⁹ (Figure 2-9):

$$k_F \propto 1/\alpha \quad (2.I.6)$$

Le facteur de proportionnalité dépend de la structure cristallographique du matériau. Par exemple, dans le modèle où on considère un électron de conduction par atome pour un métal noble, alors $k_F = (12\pi^2)^{1/3}\alpha^{-1}$.

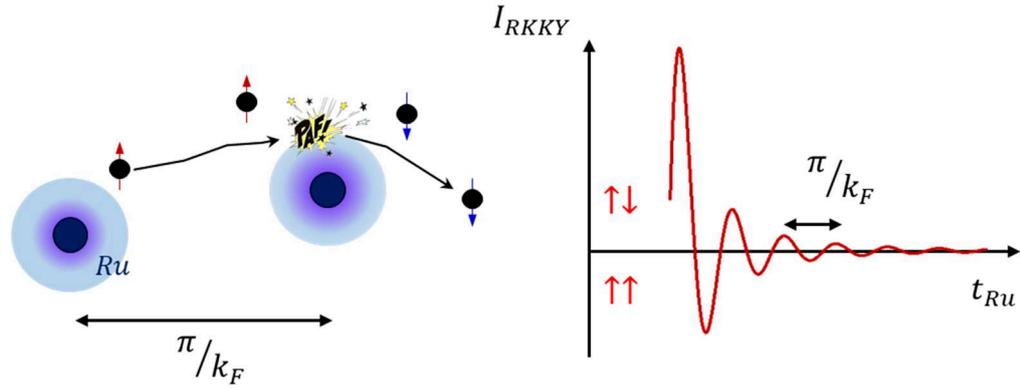


Figure 2-9 : Principe du couplage RKKY dans une couche de ruthénium d'épaisseur t_{Ru} . Comportement des électrons au niveau de Fermi (gauche). Allure de la variation d'intensité du couplage (I_{RKKY}) entre deux couches ferromagnétiques en fonction de l'épaisseur d'un espaceur de ruthénium : celui-ci favorise tantôt un comportement antiparallèle des aimantations, tantôt parallèle.

Le résumé des différents couplages entre couches minces intervenant dans les capteurs magnétorésistifs est présenté dans la Figure 2-10. L'impact d'une couche magnétique (rouge) sur une couche ferromagnétique (bleue) est illustré. Cette interaction peut être due au champ créé au sein de la couche rouge (H_I en orange sur la figure) ou bien à un couplage d'échange (vert) soit direct, soit indirect.

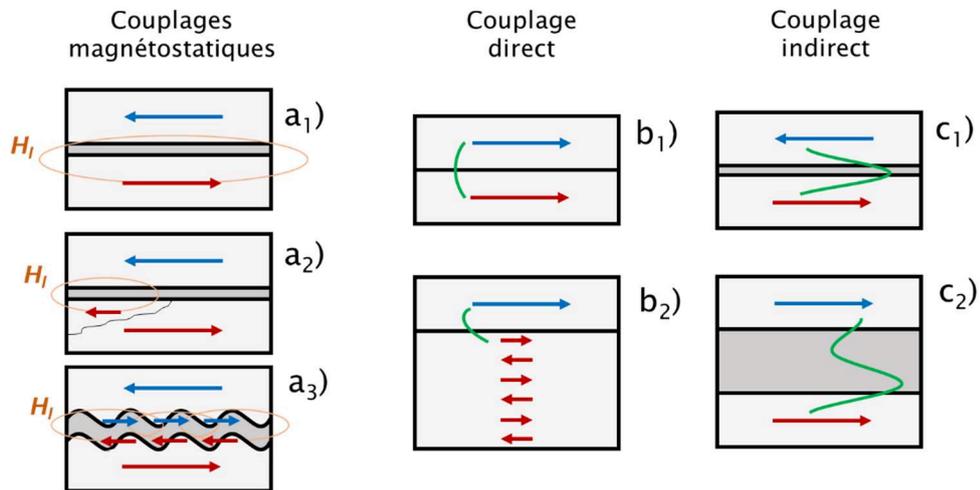


Figure 2-10 : Illustration des différents types de couplages dans les GMR : couplages magnétostatiques (a) (induit par une couche ferromagnétique (a_1), un domaine (a_2), les irrégularités à l'interface (a_3)), couplage direct (b) (entre deux ferromagnétiques (b_1), entre un ferromagnétique et un antiferromagnétique (b_2)), couplage indirect RKKY (c) (couplage oscillant pouvant induire une configuration antiparallèle (c_1) ou parallèle des deux couches (c_2)). Ces interactions peuvent être dues au champ (orange) ou aux électrons (vert).

II) Caractérisation des performances

1) Grandeurs standard en métrologie

La qualité et les performances d'un système de mesure sont universellement quantifiées par un certain nombre de paramètres illustrés dans la Figure 2-11. Ceux-ci font l'objet d'une nomenclature précise et énoncée notamment dans l'*International Vocabulary of Metrology*³⁰. Les performances détaillées ci-dessous sont dites intrinsèques au dispositif de mesure. L'adéquation de ces performances avec les applications potentielles de ces capteurs sera discutée sera notamment un objet central des discussions dans les trois prochains chapitres.

a) La gamme de fonctionnement ou dynamique de mesure

Elle désigne la différence entre les valeurs extrêmes mesurables par le capteur. Ce terme générique dans notre cas précis de capteurs magnétiques peut inclure la notion de gamme de linéarité par rapport à l'amplitude du champ mesuré ou encore de bande de fréquence accessibles pour les mesures.

b) La résolution ou limite de détection

C'est la valeur minimale du signal physique d'entrée que le capteur est capable de mesurer. Dans le cas de notre étude, pour éviter toute confusion, on désigne par « résolution » la résolution spatiale d'un dispositif (la plus faible distance pour laquelle on peut séparer visuellement deux petits objets sur l'image produite) et par limite de détection la valeur la plus faible du champ magnétique mesurable.

c) La sensibilité

La sensibilité désigne la plus petite variation de signal mesurable par le capteur. Elle est directement dépendante de la pente locale de la réponse du capteur (par exemple le signal en V) en fonction de la variation de la grandeur physique (par exemple le champ en T) d'entrée autour du point de fonctionnement.

d) La justesse

Ce paramètre qualifie la capacité d'un capteur à fournir une valeur mesurée proche de la valeur réelle de la grandeur physique d'entrée. Autrement dit, un capteur est juste si la moyenne de ses mesures est confondue avec la valeur réelle à mesurée.

e) La fidélité

La fidélité traduit l'aspect reproductible de la mesure effectuée, c'est-à-dire si pour deux mesures réalisées dans des conditions très similaires, la valeur mesurée est la même. Ce paramètre est indépendant de la justesse, par exemple un capteur avec un biais systématique sera très peu juste mais peut être très fidèle.

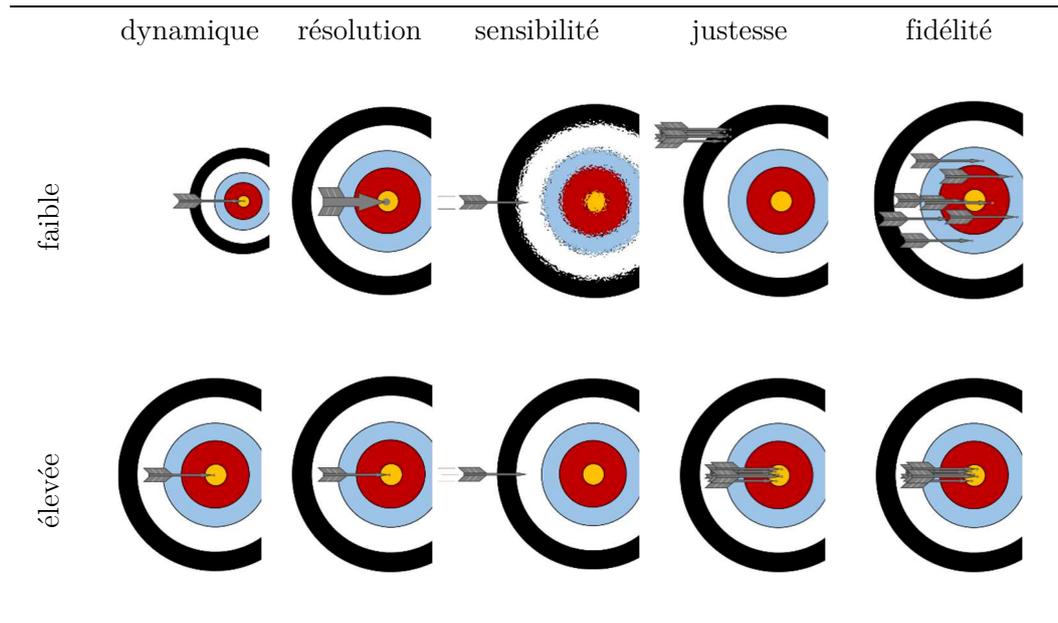


Figure 2-11 : Illustration des principales caractéristiques d'un capteur.

Dans le cas des capteurs magnéto-résistifs, on dispose d'un certain nombre d'outils et mesures standards pour évaluer ces différents paramètres. Nous allons les décrire dans les paragraphes suivants.

2) Réponse en champ : $R = f(H)$

a) Dispositif de mesure

L'une des premières mesures à effectuer pour tester une GMR est le tracé de sa courbe de réponse résistive en fonction du champ magnétique appliqué. Le capteur est placé au centre de deux bobines de Helmholtz. Deux solénoïdes alignés selon le même axe sont séparés d'une distance du même ordre de grandeur que leur rayon. Au centre du montage, le champ magnétique généré est très uniforme, une petite variation de position du capteur dans le dispositif aura donc une influence négligeable sur la mesure³¹. La variation de résistance du capteur est mesurée alors que le champ magnétique externe balaye une certaine gamme autour de zéro. Typiquement on explore les valeurs du champ permettant d'observer les états de saturation parallèle et antiparallèle de la GMR. Cela correspond en moyenne à des étendues de champ allant de quelques mT à quelques dizaines de mT. Le principe de cette mesure est représenté sur la Figure 2-12.

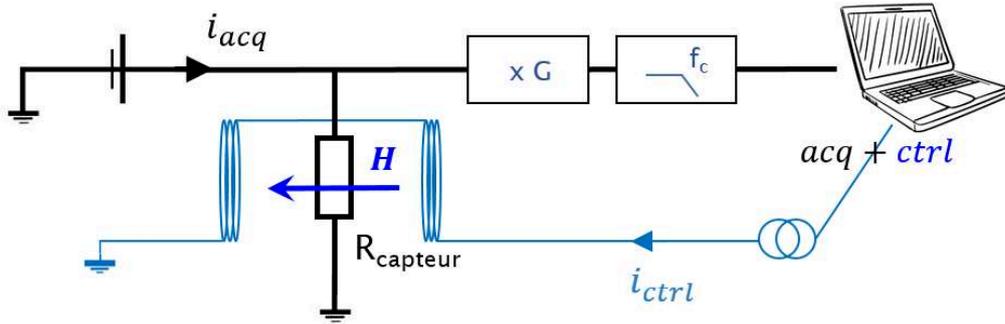


Figure 2-12 : Schéma du montage standard pour la mesure de $R = f(H)$. La chaîne d'acquisition du signal (amplifié et filtré) du capteur est représentée en noir et la chaîne de contrôle du champ généré par les bobines de Helmholtz en bleu. Typiquement le gain G appliqué est de l'ordre de $\times 1$ à $\times 10$, et la fréquence de coupure f_c du filtre passe-bas de quelques dizaines de Hz (filtrage de la composante à 50 Hz du secteur notamment).

b) Grandeurs fondamentales mesurées

La courbe de réponse magnétorésistive d'une GMR permet d'extraire des nombreuses informations sur le capteur étudié mais aussi sur la structure sous-jacente de celui-ci. Nous l'avons déjà entrevu au Chapitre 1, la linéarité et la présence de sauts dans l'évolution en champ de l'aimantation d'un ferromagnétique nous renseigne sur sa microstructure (domaines, physique du renversement de l'aimantation...). Or, dans le cas d'une GMR, la résistance de la structure dépend directement de l'état d'aimantation de la couche libre : les mêmes informations pourront donc être récupérées à partir de sa réponse résistive. On peut ainsi mettre en évidence certains couplages subis par la couche. Enfin, elle nous renseigne sur la sensibilité, la dynamique de mesure et fournit une partie de l'information sur la fidélité, la justesse et la limite de détection comme nous allons le voir en détail.

i. Magnétorésistance (MR)

La magnétorésistance est la grandeur qui qualifie directement l'intensité de l'effet magnétorésistif et donc la qualité du stack choisi. Elle exprime l'écart de résistance entre les états parallèle et antiparallèle ramené en pourcentage d'une valeur de référence. Dans le cas des GMR, la résistance moyenne entre les deux valeurs extrêmes définit cette référence. Ainsi, la MR s'exprime comme :

$$MR = \frac{2 \cdot (R_{\uparrow\downarrow} - R_{\uparrow\uparrow})}{R_{\uparrow\downarrow} + R_{\uparrow\uparrow}} \quad (2.II.1)$$

Les valeurs de MR typiques mesurées pour des GMR sont de l'ordre de 5 à 10 % et supérieures à 200 % pour des TMR⁸. À noter que dans le cas des TMR, la variation de résistance est normalisée par la résistance dans l'état parallèle et non par la résistance moyenne. A convention « équivalente », pour comparer GMR et TMR en terme de magnétorésistance, il convient de multiplier par $R_{\uparrow\uparrow}/(R_{\uparrow\downarrow} + R_{\uparrow\uparrow})$

les valeurs annoncées pour les TMR. On note une fois encore que les configurations de mesure pour les TMR (CPP) et GMR (CIP) ne sont pas équivalentes et favorisent de plus grandes MR effectives mesurées en configuration CPP.

ii. Sensibilité

La sensibilité est directement liée à la pente de l'évolution de la résistance en fonction du champ sur la plage de linéarité : on peut en général réaliser, autour de 0 mT appliqué et cela sur une certaine gamme de champ, une approximation linéaire de l'évolution du signal GMR. La sensibilité est avant tout, une grandeur locale que l'on peut définir en tout point d'abscisse $\mu_0 H_0$ de la courbe de réponse comme :

$$S(\%/mT) = \frac{100}{R(H_0)} \cdot \left. \frac{dR}{\mu_0 dH} \right)_{H=H_0} \quad (2.II.2)$$

Dans le cas d'un capteur linéaire entre deux valeurs $[H_1 ; R_1]$ et $[H_2 ; R_2]$, on peut approximer S ($\%/mT$) sur toute la gamme par :

$$S(\%/mT) = \frac{200}{R_1 + R_2} \cdot \frac{R_2 - R_1}{\mu_0(H_2 - H_1)} \quad (2.II.3)$$

Les valeurs typiques expérimentales pour la sensibilité sont de l'ordre de 1 à 15 $\%/mT$ pour les GMR et 300 $\%/mT$ dans les TMR ⁸. Comme on le verra plus loin lorsque nous discuterons des aspects expérimentaux de la mesure de bruit, la mesure de sensibilité peut être réalisée *in situ* grâce à une bobine de calibration dont le champ émis est connu. Un pic apparaît alors dans le spectre de bruit en tension associé au capteur. Le ratio entre l'intensité du pic et la valeur efficace du champ produit par la bobine au niveau du capteur donne directement une mesure de la sensibilité (voir Figure 2-19).

iii. Hystérésis

L'hystérésis du capteur est, on l'a vu, lié à la création et au déplacement de domaines magnétiques dans la couche libre du capteur ainsi qu'aux différentes anisotropies. Elle témoigne de la différence de comportement du capteur qui dépend de l'histoire magnétique de ce dernier ³² (cycles mineurs, configuration précédente antiparallèle ou parallèle). Dans certains cas, la présence d'une hystérésis peut entraîner des sensibilités différentes suivant l'historique magnétique mais aussi jouer sur la présence de bruit magnétique comme nous le verrons au Chapitre 3. Ce paramètre est bien sûr étroitement lié à la fidélité du capteur ¹³.

iv. Centrage de la courbe

Une autre contrainte sur les performances du capteur est donnée par le décalage à l'origine de la courbe (appelé *offset* pour plus de simplicité). Celui-ci tire son origine des couplages ressentis par la couche libre comme par exemple le couplage dipolaire avec la couche de référence (si elle n'est pas compensée

notamment) ou encore le couplage de type « peau d'orange » induit par la rugosité à l'interface avec l'espaceur, le couplage RKKY avec la couche de référence à travers l'espaceur de Cu... La présence d'un *offset*, comme sur la réponse de la Figure 2-13, peut affecter la sensibilité effective autour de champ nul, en particulier dans le cas d'un capteur très sensible pour lequel la différence de champ à appliquer entre état parallèle et état antiparallèle est faible.

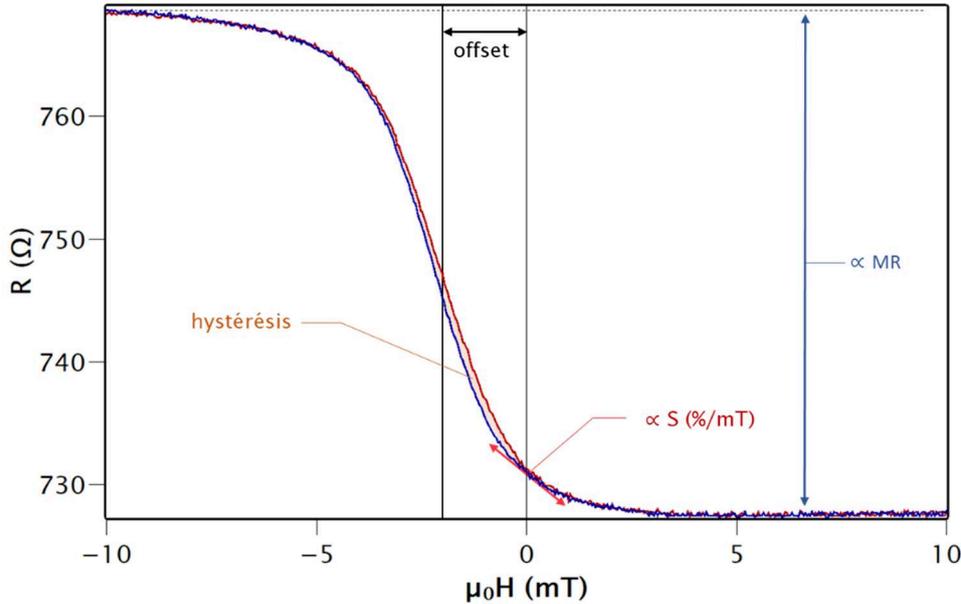


Figure 2-13 : Illustration des grandeurs fondamentales extraites de la courbe de réponse d'un capteur magnétorésistif. Dans cet exemple précis, l'*offset* est de -2,25 mT, l'hystérésis maximale de 0,25 mT et la MR de 5,3 %. On observe une variation de 0,25 Ω pour 1 mT, ce qui correspond à une sensibilité de 0,33 %/mT environ.

v. Mesure à 90° dans le plan

Il est également possible de mesurer la caractéristique résistance en fonction du champ mais appliqué cette fois-ci selon l'axe perpendiculaire à l'axe sensible du capteur (perpendiculaire à l'axe de la couche dure). L'allure de cette réponse est donnée sur la Figure 2-14. Cette courbe nous donne des informations supplémentaires. Les pics observés correspondent au renversement de la couche libre dans le plan et dans le sens de son anisotropie. Premièrement, la position médiane entre les deux pics nous donne l'intensité du couplage de la couche libre dans le cas d'un couplage interne au stack par exemple (stack type 2 - voir Chapitre 3 et Annexe II). Dans le cas du piégeage grâce à l'anisotropie de forme, les 2 pics seront symétriques autour de champ nul. L'écart entre les pics sera alors la somme de l'anisotropie de forme et de l'énergie magnétocristalline. Deuxièmement, la pente à champ nul nous renseigne sur la directionalité de la sensibilité du capteur. Dans le cas où la pente est très faible, on peut considérer que le capteur est uniquement

sensible selon l'axe de référence. En revanche, dans le cas contraire d'une pente non négligeable, il sera nécessaire de prendre en compte cette donnée lors d'une mesure pour laquelle la direction du signal n'est pas connue^{33,34} ou bien dans le cas où l'on souhaite connaître les différentes composantes du champ magnétique³⁵.

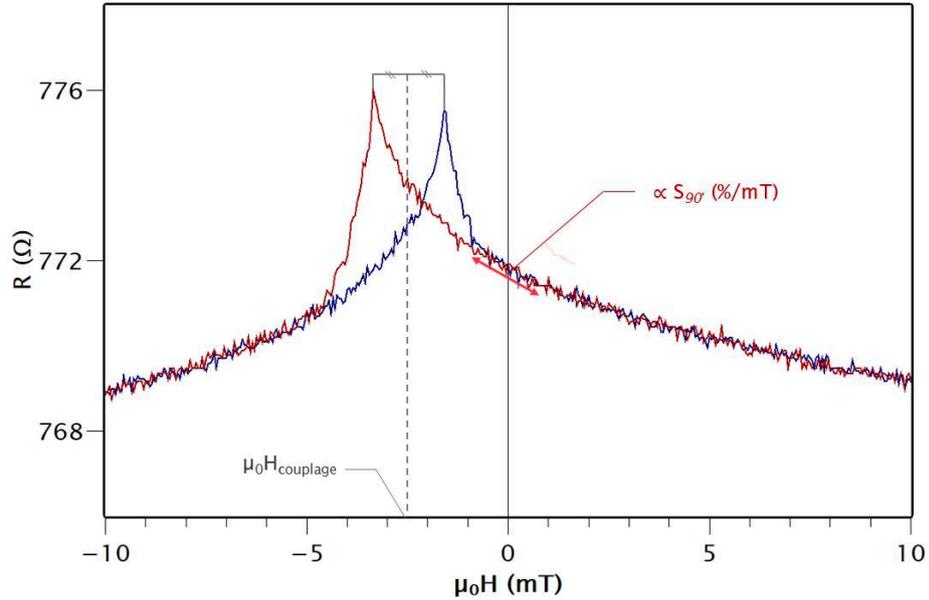


Figure 2-14 : Courbe de réponse pour un champ appliqué à 90° par rapport à l'axe d'aimantation de la couche dure, sur un capteur GMR présentant un couplage interne au stack de la couche libre (stack type 2). On peut relever sur cette courbe que l'intensité du couplage de la couche libre est de l'ordre de 2,5 mT. Ce capteur évolue d'environ $0,4 \Omega$ pour 1 mT de variation du champ, ce qui correspond à une sensibilité à 90° de $0,05 \%/mT$.

3) Mesure de bruit

a) Qu'est-ce que le bruit ?

Dans les systèmes de mesure, le bruit est une limite physique à l'identification des signaux d'intérêt. Il rassemble toutes les fluctuations aléatoires qui se superposent au signal utile et en limitent l'interprétation (baisse de résolution, de détectabilité...). Comprendre l'origine de ces fluctuations est nécessaire pour pouvoir améliorer un dispositif de mesure et extraire efficacement le signal utile. La puissance totale du bruit se répartit sur toute la gamme de fréquence, l'étude d'un tel signal nécessite traditionnellement le passage dans le domaine de Fourier. Par la suite, pour plus de commodité, on appellera « bruit » la densité spectrale de puissance de bruit (DSP), S_v^2 (i.e. : le niveau de bruit) exprimée en V^2/Hz , la puissance totale du bruit étant l'aire sous la courbe S_v^2 en fonction de la fréquence. Rigoureusement on a :

$$S_v^2(\omega) = \lim_{T \rightarrow +\infty} \frac{2\pi}{T} |V_T(\omega)|^2 \quad (2.II.4)$$

où $\omega = 2\pi f$ est la pulsation du signal, T est la mesure de la fenêtre temporelle, V_T est la transformée de Fourier du signal de bruit en tension sur l'intervalle $[0 ; T]$. Il est important de rappeler que lors de la superposition de plusieurs sources S_v^{i2} , la densité de puissance résultante totale $S_v^{2totale}$ est la somme des densités de puissance des sources individuelles :

$$S_v^{2totale} = \sum_i S_v^{i2} \quad (2.II.5)$$

Il existe différentes sources de bruit dans une magnétorésistance ^{36,37}. Ces sources peuvent être catégorisées selon qu'elles dépendent ou non de la fréquence, et également selon que leur origine soit magnétique ou non. On s'intéresse ici surtout au bruit à basse fréquence, typiquement $f_{max} < 10$ kHz ⁸.

b) Dispositif de mesure

Le montage expérimental de mesure bas bruit a pour but de mesurer les variations de la résistance du capteur magnétorésistif $R_{capteur}$ en s'affranchissant au maximum du bruit de l'environnement. Pour cela, l'ensemble du montage est placé dans une chambre blindée présentant un empilement de couches de mu-métal et d'aluminium respectivement pour atténuer les basses et les hautes fréquences magnétiques des champs parasites extérieurs ³⁸. L'action du blindage est illustrée sur la Figure 2-17. Le capteur est placé dans un connecteur QFN ³⁹ (Figure 2-15) pour pouvoir être intégré dans un montage d'électronique standard.

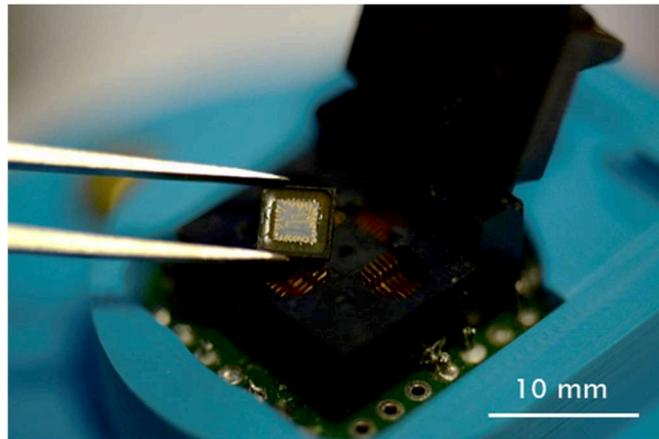


Figure 2-15 : Mise en place d'une puce contenant des capteurs GMR dans le connecteur QFN adapté et connecté à la chaîne d'acquisition.

Comme illustré sur la Figure 2-16, le capteur est intégré dans un pont de Wheatstone alimenté par une pile ou une batterie. L'idée est que l'alimentation (ou *bias*) soit issue d'une source électrochimique pour éviter l'introduction de bruit électronique supplémentaire via une connexion sur le secteur. Le pont est équilibré

à l'aide d'une résistance variable afin de mesurer les fluctuations autour de la valeur nulle. Lorsque la résistance du capteur varie, la différence de potentiel $\Delta V = V_2 - V_1$ entre les deux demi-ponts évolue. Pour un pont (voir Figure 2-16) alimenté à une tension V_{bias} , de résistances fixes R et de résistance variable R_{var} (équilibrée à la résistance moyenne à champ nul de la GMR : R_{GMR}), la différence de potentiel en sortie ΔV s'exprime en fonction de la variation de résistance du capteur magnétique ΔR_{GMR} comme :

$$\Delta V \approx V_{bias} \cdot \left(\frac{R}{R_{GMR} + R} \right)^2 \cdot \left(\frac{\Delta R_{GMR}}{R} \right) \quad (2.II.6)$$

On peut relever deux cas particuliers. D'une part, si $R_{GMR} = R$, alors $\Delta V/V = \Delta R_{GMR}/(4R)$. D'autre part, si $R \gg R_{GMR}$, alors $\Delta V/V = \Delta R_{GMR}/R$. Le signal de sortie du pont ΔV est finalement amplifié par un amplificateur bas bruit (du type INA 103) avec un gain typique de 500. Le signal est ensuite amplifié d'un gain ajustable et filtré (typiquement avec une fréquence de coupure f_c de quelques kHz) avant d'être relayé vers la carte d'acquisition (Figure 2-16).

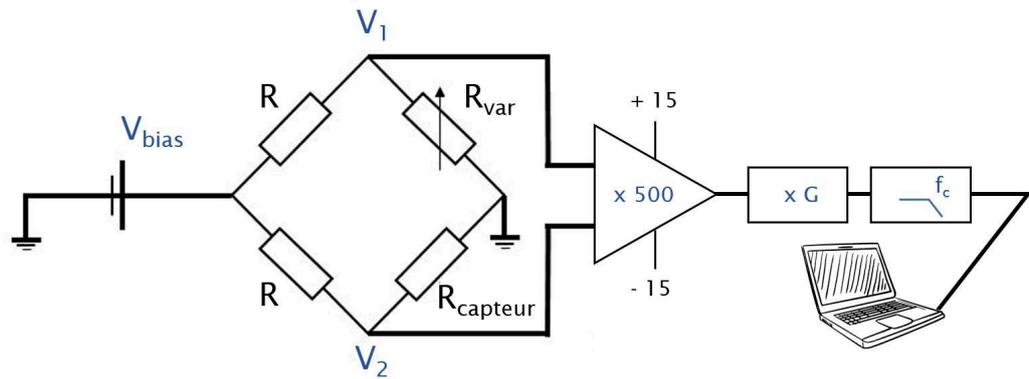


Figure 2-16 : Montage expérimental pour la mesure de bruit. Typiquement le gain appliqué est de l'ordre de $\times 20$ à $\times 200$ et la fréquence de coupure de quelques kHz.

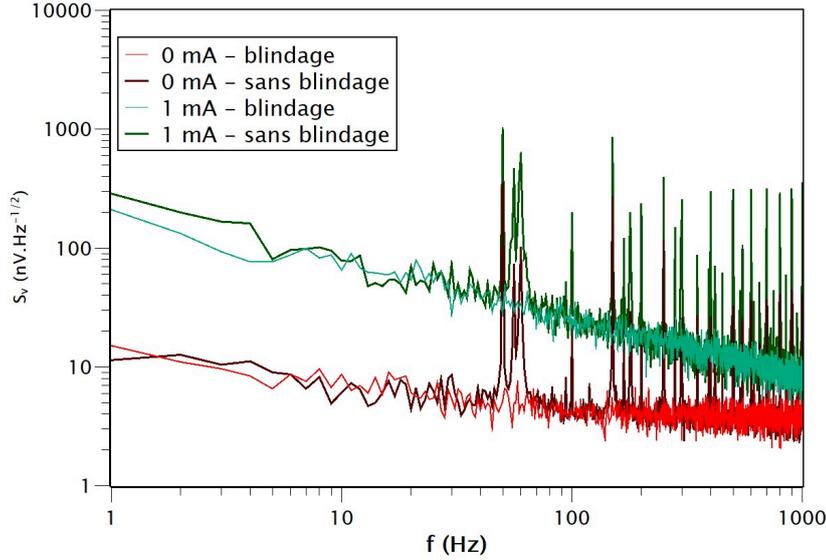


Figure 2-17 : Exemples de mesures de densité spectrale de bruit sur un capteur magnétorésistif, alimenté ou non par un courant. Influence de la présence d'un blindage magnétique (chambre blindée) autour du dispositif.

c) Données et interprétation

i. Bruit thermique

Le bruit thermique ou bruit Johnson³⁷ est un bruit blanc indépendant de la fréquence de mesure. Il a est issu des fluctuations des porteurs de charge sous l'effet de l'agitation thermique sans application de tension ou courant supplémentaire. Ce bruit n'est pas d'origine magnétique et ne peut être réduit exclusivement que par une baisse de la température ou de la résistance du capteur. Pour une résistance R à la température T , la tension de bruit thermique s'exprime selon :

$$S_v^{th} = \sqrt{4k_B T R} \quad (2.II.7)$$

où k_B est la constante de Boltzmann ($k_B = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$). À titre d'ordre de grandeur, pour une résistance de 1 k Ω à $T = 300 \text{ K}$: $S_v^{th} \approx 4 \text{ nV} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$.

ii. Shot noise (TMR uniquement)

Dans les TMR, le bruit thermique n'est pas l'unique contribution au plancher de bruit. Il existe également un bruit, le bruit de grenaille ou *shot noise*³⁶ observé par Schottky et qui trouve son origine dans les fluctuations de courant à la traversée de la barrière tunnel par les électrons. La densité spectrale de bruit associée au *shot noise* est définie par rapport au courant I comme :

$$S_v^{shot} = \sqrt{2eRI} \quad (2.II.8)$$

avec e la valeur absolue de la charge de l'électron ($e = 1,602 \cdot 10^{-19}$ C) et R la résistance du capteur.

iii. Bruit 1/f

Ce bruit, présent dans de très nombreux systèmes physiques⁴⁰⁻⁴², témoigne comme son nom l'indique de l'augmentation continue du niveau de bruit d'un système aux plus basses fréquences. Il est dominant en dessous d'une certaine fréquence « de coupure » (dépendant du dispositif) et constitue la limitation principale des performances de mesure des capteurs magnétorésistifs en dessous de 1 kHz typiquement. L'approche phénoménologique énoncée par Hooge⁴³ décrit une évolution de la densité de puissance de bruit en $1/f$ inversement proportionnelle au volume du capteur MR selon une loi du type :

$$S_v^2(f) / V_{GMR}^2 = \alpha / f = \gamma_H / n_C \cdot V \cdot f \quad (2.II.9)$$

Pour une tension appliquée à la GMR donnée V_{GMR} , à la fréquence f , le paramètre α (adimensionnel) caractéristique du bruit en $1/f$ dépend de la densité de porteurs n_C , du volume V et du paramètre de Hooge γ_H . Ce bruit a pour origine des fluctuations de résistance. Ces fluctuations sont d'abord d'origine électrique et s'expliquent par l'existence de défauts dans le matériau qui peuvent perturber localement le parcours des électrons. Une composante magnétique peut également apparaître dans les GMR et peut s'expliquer par la création dans le matériau et la fluctuation de parois de domaines magnétiques³⁶. En guise d'ordre de grandeur, pour des GMR de quelques micromètres de large, les valeurs typiques du paramètre α de Hooge s'échelonnent entre 10^{-12} et 10^{-15} .

iv. RTN

Le bruit télégraphique, bruit « pop-corn » ou de façon plus abrégée RTN (pour *Random Telegraphic Noise*) correspond à des fluctuations de résistance entre plusieurs états discrets avec des énergies comparables. Une hypothèse couramment retenue pour expliquer le bruit en $1/f$ est celle d'une multitude de bruits RTN répartis sur une bande de fréquence et une gamme d'énergie donnée³⁶. Dans les capteurs magnétorésistifs, il est principalement causé par la présence de défauts dans la couche libre qui donnent lieu à différentes configurations énergétiques accessibles pour le système. Le RTN est très fortement dépendant, de façon non nécessairement triviale, de nombreux paramètres qui influent sur l'accessibilité de ces états d'énergies. Parmi les paramètres les plus impactants on trouve la température, la densité de courant dans le capteur, les différentes anisotropies présentes ou encore l'histoire magnétique du capteur⁴⁴. D'origine le plus souvent magnétique, la présence de RTN peut constituer un obstacle majeur au bon fonctionnement de systèmes de mesure basés sur des capteurs magnétorésistifs. Nous nous intéresserons plus particulièrement à cette source de bruit et aux stratégies pour le réduire dans le Chapitre 3 de ce manuscrit.

Dans le domaine fréquentiel, chaque régime RTN prend la forme d'une lorentzienne dont la DSP du bruit prend la forme :

$$S_v^{RTN^2} = \frac{S_0^2}{1 + (f/f_0)^2} \quad (2.II.10)$$

où f_0 est la fréquence caractéristique de coupure du bruit (inversement proportionnelle au temps de relaxation des fluctuations) et S_0 est la composante du RTN indépendante de la valeur de f lorsque $f/f_0 \ll 1$. Inversement, pour $f/f_0 \gg 1$, la DSP de bruit décroît comme f^{-2} .

v. Observations expérimentales

L'acquisition du signal nous permet de tracer le spectre de bruit total du capteur pour différentes tensions d'alimentation. La DSP totale du bruit peut se décomposer comme la superposition des différentes sources de bruit énoncées précédemment. À titre d'ordre de grandeur, lorsque la mesure est effectuée dans le bruit blanc, un capteur MR de 750 Ω , à température ambiante introduit un bruit de 3,5 nV.Hz^{-1/2}. Le bruit ramené à l'entrée du préamplificateur bas bruit (INA 103) est égal au bruit du capteur GMR auquel s'ajoute le bruit du préamplificateur (1 nV.Hz^{-1/2}) :

$$\sqrt{S_v^{totale^2}} = \sqrt{S_v^{GMR^2} + S_v^{ampli^2}} \approx 3,65 \text{ nV.Hz}^{-1/2} \quad (2.II.11)$$

C'est cette valeur que l'on doit retrouver en première approximation ⁴⁵ lorsque le signal de sortie (de l'ensemble du dispositif de mesure) est renormalisé par le gain total de la chaîne d'amplification. On retrouve bien ce résultat au niveau des courbes expérimentales ci-dessous pour notre capteur témoin. Sur la Figure 2-18 ci-dessous, on note qu'avec l'augmentation du courant d'alimentation dans la GMR, les bruits en $1/f$ et RTN font leur apparition. Il est possible, en utilisant les formules ci-dessus, d'effectuer une régression linéaire sur les valeurs mesurées et d'en déduire les contributions et paramètres principaux de ces deux bruits supplémentaires. Ainsi, à 0,25 mA, seul le bruit en $1/f$ est présent, on extrait un paramètre α de $9 \cdot 10^{-14}$. À 0,50 mA, le RTN est prédominant, on peut extraire des valeurs pour S_0 et f_0 de respectivement 90 nV.Hz^{-1/2} et 47 Hz.

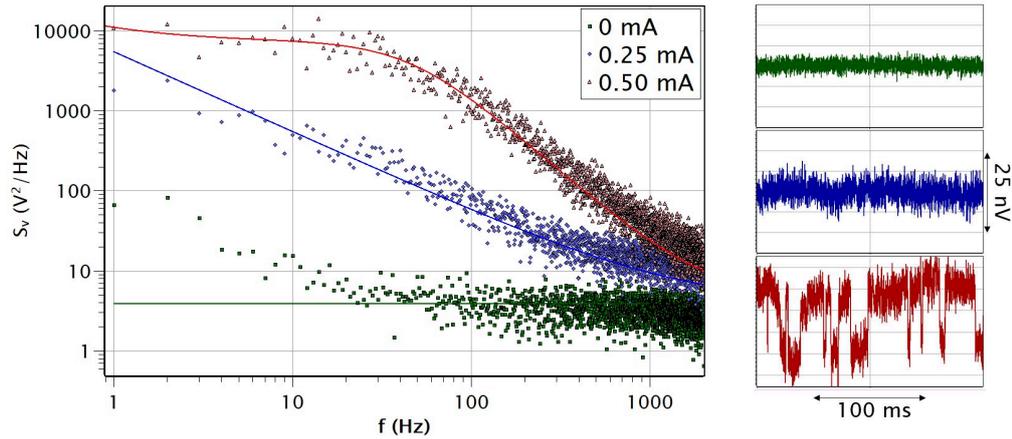


Figure 2-18 : (Gauche) Densité spectrale de bruit (mesure et loi théorique) d'un capteur GMR standard (3 μm de large), stack 1 (voir Annexe II), pour différentes tensions d'alimentation. À courant nul, le bruit thermique est dominant (vert). Le bruit en $1/f$ de la courbe verte est issu de la chaîne d'amplification. Lorsque le courant augmente (0,25 mA), le bruit en $1/f$ domine aux basses fréquences (bleu). Pour des courants plus élevés (0,5 mA) on peut observer le pic lorentzien typique du RTN (rouge). Les points les valeurs expérimentales, les lignes sont les régressions linéaires basées sur les expressions (2.II.7) à (2.II.9). (Droite) Signaux temporels mesurés associés aux trois tensions d'alimentation.

4) Défectivité

Le terme détectivité D est employé pour désigner de façon concise la densité spectrale de bruit équivalente en champ magnétique. En d'autres termes, à une fréquence donnée, c'est le rapport entre la densité spectrale de bruit en tension S_v (en $\text{V}/\sqrt{\text{Hz}}$) et la sensibilité S (ramenée en V/T). Alors :

$$D = S_v / S \quad (2.II.12)$$

D'autre part, la limite de détection est définie comme la valeur de champ magnétique pour laquelle le rapport signal sur bruit est égal à 1 en intégrant sur une bande de fréquence de mesure de 1 Hz ⁴⁶. Dans la suite de ce manuscrit, on utilisera parfois indistinctement les mots détectivité (en $\text{T}\cdot\text{Hz}^{-1}$) et limite de détection (en T), les deux termes étant équivalents, à une intégration sur une bande de 1 Hz près. Les deux mesures présentées au préalable, densité spectrale de bruit et sensibilité, permettent donc le calcul de la « résolution » (métrologiquement parlant) du système.

Cependant, la mesure directe de la détectivité d'un capteur nous est également accessible par un montage similaire à celui de la Figure 2-15, à ceci près que le capteur est placé à l'intérieur d'une bobine de référence. La bobine est calibrée de sorte à connaître le champ magnétique généré en fonction du courant qui parcourt la boucle. Elle est ainsi alimentée par un courant d'amplitude et de fréquence connues (typiquement quelques dizaines de mA à quelques dizaines ou centaines de Hz et produit un champ magnétique selon l'axe sensible du capteur

(l'axe de la couche de référence). La courbe de bruit obtenue présente alors un pic en tension à la fréquence du signal. Connaissant préalablement la valeur du champ magnétique appliquée au capteur on peut en déduire la sensibilité et remonter ainsi à la détectivité par simple division de la courbe de bruit S_v (en $V/\sqrt{\text{Hz}}$) par S (V/T).

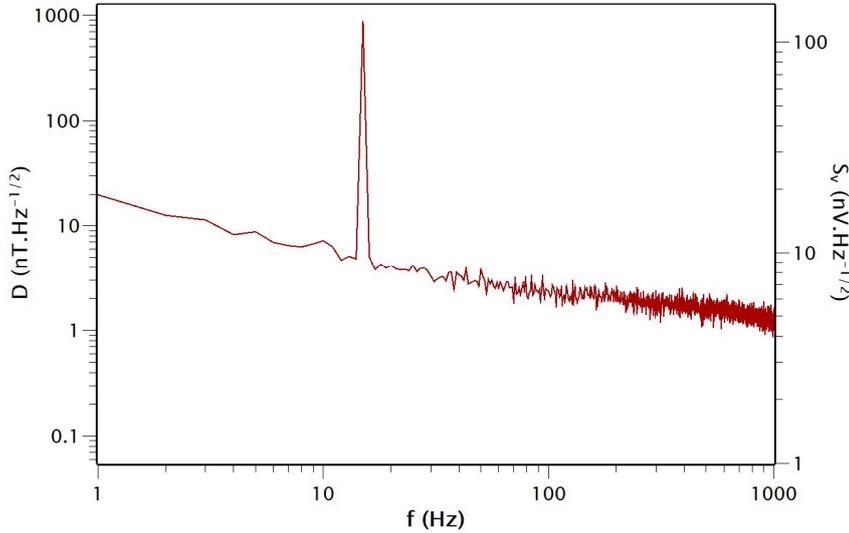


Figure 2-19 : Densité spectrale de bruit brute (S_v) et détectivité calculée (D) pour un capteur GMR test sur lequel est appliqué un signal de calibration de $850 \text{ nT}_{\text{RMS}}$ à 15 Hz. On notera la valeur typique de la détectivité, pour un « bon » capteur en conditions standards de mesure, de l'ordre de $1 \text{ nT} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ à 1 kHz.

Dans ce chapitre nous nous sommes familiarisés avec les concepts de base liés à la conception et à l'utilisation des capteurs GMR pour réaliser des mesures de champ magnétique. En particulier, ont été identifiés deux principaux leviers, sur lesquels des améliorations peuvent être apportées en vue de réaliser des cartographies magnétiques. Le premier de ces leviers est la réduction du bruit magnétique dans une optique de réduction de la limite de détection et de robustesse de la mesure. Ce point sera l'objet du Chapitre 3 dans lequel nous illustrerons expérimentalement au travers d'un cas concret d'application, la réduction du bruit magnétique dans les capteurs, le lien fort qui existe entre la structure de l'empilement en couches minces qui constitue la GMR et la qualité de l'information mesurée. Le second levier est celui de la réduction de la taille des capteurs GMR en dessous du micron et sera discuté au Chapitre 4 de ce manuscrit.

En bref

- Principes physiques des capteurs magnétorésistifs utilisés dans cette thèse.
- Architecture des capteurs GMR.
- Grandeurs fondamentales pour la caractérisation des performances d'un capteur.
- Méthodologie de caractérisation des capteurs : mesure de la réponse magnétorésistive et mesure de la densité spectrale de bruit.

Bibliographie

1. Mott, N. F. The Electrical Conductivity of Transition Metals. Proc. R. Soc. Lond. Math. Phys. Eng. Sci. 153, 699–717 (1936).
2. Dieny, B. Giant magnetoresistance in spin-valve multilayers. J. Magn. Magn. Mater. 136, 335–359 (1994).
3. Valet, T. & Fert, A. Theory of the perpendicular magnetoresistance in magnetic multilayers. Phys. Rev. B 48, 7099–7113 (1993).
4. Kittel, C. Introduction to Solid State Physics. (Wiley, 2004).
5. Tsymbal, E. Y. & Pettifor, D. G. Perspectives of giant magnetoresistance. in Solid State Physics (eds. Ehrenreich, H. & Spaepen, F.) vol. 56 113–237 (Academic Press, 2001).
6. Parkin, S. S. P. & Mauri, D. Spin engineering: Direct determination of the Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida far-field range function in ruthenium. Phys. Rev. B 44, 7131–7134 (1991).
7. Baibich, M. N. et al. Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices. Phys. Rev. Lett. 61, 2472–2475 (1988).
8. Fermon, C. Introduction on Magnetic Sensing and Spin Electronics. in Nanomagnetism: Applications and Perspectives (eds. Voorde, rcel V. de & Fermon, C.) 1–18 (Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2017). doi:10.1002/9783527698509.ch1.
9. Julliere, M. Tunneling between ferromagnetic films. Phys. Lett. A 54, 225–226 (1975).

10. Campiglio, P. & Fermon, C. Large-Volume Applications of Spin Electronics-Based Sensors. in *Nanomagnetism: Applications and Perspectives* (eds. Voorde, rcel V. de & Fermon, C.) 37–54 (Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2017). doi:10.1002/9783527698509.ch3.
11. Bandiera, S. & Dieny, B. Magnetic Random Access Memories. in *Nanomagnetism: Applications and Perspectives* (eds. Voorde, rcel V. de & Fermon, C.) 55–80 (Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2017). doi:10.1002/9783527698509.ch4.
12. Dieny, B. et al. Magnetotransport properties of magnetically soft spin-valve structures. *J. Appl. Phys.* 69, 4774–4779 (1991).
13. Dolabdjian, C. & Cordier, C. Capteurs magnétorésistifs - Principes, conditionnement et applications. *Rev. Tech. Ing.* (2017).
14. Silva, A. V. et al. Linearization strategies for high sensitivity magnetoresistive sensors. *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* 72, 10601 (2015).
15. Soeya, S., Hoshiya, H., Meguro, K. & Fukui, H. Enhanced unidirectional anisotropy of the Co₉₀Fe₁₀/CrMnPt system by the NiO capping layer. *Appl. Phys. Lett.* 71, 3424–3426 (1997).
16. Leal, J. L. & Kryder, M. H. Spin valves exchange biased by Co/Ru/Co synthetic antiferromagnets. *J. Appl. Phys.* 83, 3720–3723 (1998).
17. Anderson, G. W. & Huai, Y. Spin valves exchange biased by IrMn/PtMn laminated antiferromagnets. *J. Appl. Phys.* 87, 4924–4926 (2000).
18. Nogués, J. & Schuller, I. K. Exchange bias. *J. Magn. Magn. Mater.* 192, 203–232 (1999).
19. Moulin, J. et al. Optimizing magnetoresistive sensor signal-to-noise via pinning field tuning. *ArXiv190904531 Cond-Mat Physicsphysics* (2019).
20. Torrejon, J. et al. Multiple Giant-Magnetoresistance Sensors Controlled by Additive Dipolar Coupling. *Phys. Rev. Appl.* 13, 034031 (2020).
21. Schrag, B. D. et al. Néel “orange-peel” coupling in magnetic tunneling junction devices. *Appl. Phys. Lett.* 77, 2373–2375 (2000).
22. Coehoorn, R. Giant magnetoresistance and magnetic interactions in exchange-biased spin-valves. in *Handbook of Magnetic Materials* vol. 15 1–197 (Elsevier, 2003).
23. Coey, J. M. D. *Magnetism and Magnetic Materials*. (Cambridge University Press, 2010).

24. Saito, M., Hasegawa, N., Koike, F., Seki, H. & Kuriyama, T. PtMn single and dual spin valves with synthetic ferrimagnet pinned layers. *J. Appl. Phys.* 85, 4928–4930 (1999).
25. Chung, K. H., Kim, S. N. & Lim, S. H. Magnetic parameters in giant magnetoresistance spin valve and their roles in magnetoresistance sensitivity. *Thin Solid Films* 650, 44–50 (2018).
26. Parkin, S. S. P., Bhadra, R. & Roche, K. P. Oscillatory magnetic exchange coupling through thin copper layers. *Phys. Rev. Lett.* 66, 2152–2155 (1991).
27. Bruno, P. Theory of interlayer magnetic coupling. *Phys. Rev. B* 52, 411–439 (1995).
28. Bruno, P. Interlayer exchange coupling: a unified physical picture. *J. Magn. Magn. Mater.* 121, 248–252 (1993).
29. Bruno, P. & Chappert, C. Oscillatory coupling between ferromagnetic layers separated by a nonmagnetic metal spacer. *Phys. Rev. Lett.* 67, 1602–1605 (1991).
30. De Bièvre, P. The 2012 International Vocabulary of Metrology: “VIM”. *Accreditation Qual. Assur.* 17, (2012).
31. Lacheisserie, É. D. T. de & Cyrot, M. *Magnétisme: Matériaux et applications. II.* (EDP Sciences, 2000).
32. Lacheisserie, É. D. T. de. *Magnétisme.* (EDP Sciences, 2012).
33. Trauchessec, V. Local magnetic detection and stimulation of neuronal activity. (Paris Saclay, 2017).
34. Barbieri, F. et al. Local recording of biological magnetic fields using Giant Magneto Resistance-based micro-probes. *Sci. Rep.* 6, 39330 (2016).
35. Hadadeh, F., Solignac, A., Pannetier-Lecoeur, M., Sergeeva-Chollet, N. & Fermon, C. 3D Magnetic Imaging With GMR Sensors. *IEEE Sens. J.* 19, 10403–10408 (2019).
36. Raquet, B. Electronic Noise in Magnetic Materials and Devices. in *Spin Electronics* (eds. Ziese, M. & Thornton, M. J.) 232–273 (Springer Berlin Heidelberg, 2001). doi:10.1007/3-540-45258-3_11.
37. Fermon, C. & Pannetier-Lecoeur, M. Noise in GMR and TMR sensors. in *Giant Magnetoresistance (GMR) Sensors* (2013). doi:10.1007/978-3-642-37172-1_3.
38. Altarev, I. et al. A magnetically shielded room with ultra low residual field and gradient. *Rev. Sci. Instrum.* 85, 075106 (2014).

39. Quad Flat No-leads package. Wikipédia (2018).
40. Gilden, D. L., Thornton, T. & Mallon, M. W. 1/f Noise in Human Cognition. *Science* 267, 1837–1839 (1995).
41. Voss, R. F. & Clarke, J. '1/fnoise' in music and speech. *Nature* 258, 317–318 (1975).
42. Dutta, P. & Horn, P. M. Low-frequency fluctuations in solids: 1/f noise. *Rev. Mod. Phys.* 53, 497–516 (1981).
43. Hooge, F. N. 1/f noise. *Phys. BC* 83, 14–23 (1976).
44. Scola, J. et al. Noise in MgO barrier magnetic tunnel junctions with CoFeB electrodes: Influence of annealing temperature. *Appl. Phys. Lett.* 90, 252501 (2007).
45. Friis formulas for noise. Wikipedia (2019).
46. Reig, C., Cardoso, S. & Mukhopadhyay, S. Giant Magnetoresistance (GMR) Sensors - *From Basis to State-of-the-Art Applications*. (Springer, 2013).

Chapitre 3 :

Optimisation des performances des capteurs GMR

« Les performances individuelles, ce n'est pas le plus important. On gagne et on perd en équipe. »

Zinedine Zidane, 2001.

Chapitre 3 :	Optimisation des performances des capteurs GMR.....	73
I)	Méthodologie.....	78
1)	Réduction du bruit : Etat de l'art	78
2)	Piégeage de la couche libre d'une magnéto-résistance	78
a)	Motivation et stratégies.....	78
b)	Observations (champ externe).....	81
c)	En pratique... ..	83
d)	Dépendance en fréquence de la détectivité des capteurs piégés.....	86
II)	Et la physique dans tout cela ?.....	88
1)	Modèle.....	88
2)	Caractéristiques physiques d'un fluctuateur magnétique isolé.....	91
3)	Compléments d'interprétation et perspectives.....	94
a)	Visualiser les défauts magnétiques : autres méthodes.....	94
b)	Perspectives.....	96
Bibliographie	101

Table des Figures :

- Figure 3-1: Principe général de la méthode de piégeage d'un capteur GMR. Une anisotropie (ou champ équivalent) de piégeage (vecteur bleu) est appliquée perpendiculairement à la direction de sensibilité (vecteur rouge) du capteur de largeur L_0 . La couche de référence (couche inférieure rouge du schéma) conditionne la direction du signal mesuré tandis que l'effet du piégeage affecte essentiellement la couche libre (couche supérieure bleue). La vue schématique du capteur (gauche) est mise en regard avec une image au microscope optique d'un dispositif réel (droite). Dans ce cas précis, $L_0 = 5 \mu\text{m}$ 79
- Figure 3-2 : Méthodes de piégeage utilisée pour la stabilisation de la couche libre. De gauche à droite : couplage par application d'un champ magnétique externe (méthode 1), couplage interne (méthode 2) au stack, couplage par anisotropie de forme (méthode 3). 80
- Figure 3-3 : Courbes caractéristiques : magnétorésistance en fonction du champ selon l'axe de sensibilité (gauche) et densité spectrale de bruit (droite) mesurées pour 3 capteurs-témoins piégés avec des couplages différents obtenus par la méthode 2..... 81
- Figure 3-4 : Diminution du niveau de bruit S_v (ici intégré entre 25 Hz et 30 Hz) et de la sensibilité du capteur S avec l'augmentation du piégeage externe. La courbe bleue correspond à l'ajustement du modèle de Stoner-Wohlfarth (ligne pleine) sur les données expérimentales (losanges). La courbe rouge est une interpolation linéaire (ligne pointillée) sur les valeurs expérimentales (carrés) de S_v 82
- Figure 3-5 : Détectivité à 30 Hz en fonction du champ de piégeage effectif appliqué pour les 3 méthodes : champ externe (1), couplage interne (2) et anisotropie de forme (3). Pour la comparaison de la valeur de détectivité, le volume de chaque capteur de la méthode 3 est renormalisé à celui d'un capteur de largeur $L_0 = 5 \mu\text{m}$. Les trois points (méthode 2) mis en évidence par des étoiles vertes correspondent aux exemples de la Figure 3-3. La zone grisée correspond à la zone d'utilisation optimale des capteurs considérés. La courbe en pointillée est une interpolation de l'ensemble des points expérimentaux permettant de mettre en lumière la tendance générale. 83
- Figure 3-6 : Couplage magnétique interne (après soustraction de la contribution due à la forme) appliqué à la couche libre dans des capteurs GMR (stack 2, méthode 2) en fonction de l'épaisseur de l'espaceur de ruthénium. Le modèle d'ajustement des données expérimentales est basé sur le modèle théorique détaillé par Bruno *et al.* ¹³. Les intersections entre les droites en pointillés horizontales (la valeur de l'intensité du couplage interne optimal à appliquer) et le modèle donnent les épaisseurs de Ru (droites pointillées verticales) à déposer. 84
- Figure 3-7 : Comparaison du champ externe (bleu) à appliquer pour atteindre le piégeage optimal $H_{\text{piégeage}}^{\text{opt}}$ pour un capteur de stack 1 de largeur L_0 et donc intrinsèquement doté d'une anisotropie magnétocristalline (prédominante à L_0 élevé) et surtout une anisotropie de forme (prédominante pour des valeurs de L_0 de quelques microns). La droite rouge décrit l'évolution du champ d'anisotropie du capteur calculée en utilisant les données expérimentales (losanges rouges). On note que les valeurs mesurées de l'optimum (pour la réduction du bruit) en termes de piégeage externe (carrés bleus) se

positionnement sur une courbe de tendance linéaire dont la pente est l'opposé de celle de la droite rouge. Les lignes en pointillés gris correspondent à la résolution graphique de l'équation (3.I.1). 85

Figure 3-8 : Piégeage par la méthode 1 d'un capteur GMR. Evolution de la détectivité en fonction de l'intensité et du sens du piégeage de la couche libre pour différentes fréquences de mesure..... 86

Figure 3-9 : Impact sur la détectivité du capteur du bruit magnétique du dispositif. Cartographie des performances en fonction de la fréquence et du champ de piégeage. Les couleurs chaudes témoignent d'une « région » un fort impact du bruit magnétique. Les mesures sont réalisées sur un capteur de stack 1, de largeur 5 μm alimenté à 1 mA. 87

Figure 3-10 : Trois exemples de cartographies du bruit magnétique en fonction de la fréquence et du champ de piégeage externe. Les mesures sont réalisées sur trois capteurs vanne de spin de stack 1, de largeur 5 μm alimenté à 1 mA : SV-a, SV-b et SV-c. On notera les différences d'amplitude de bruit et de fréquence de coupure et la constance de la valeur de champ à appliquer (environ 1 mT) pour supprimer le bruit magnétique. 88

Figure 3-11 : Lien entre le bruit de mesure et l'état d'un fluctuateur magnétique isolé pour une certaine valeur de piégeage. La statistique entre les états 1 et 2 est modulée par l'intensité du champ de piégeage..... 89

Figure 3-12 : Equivalence entre les deux modèles d'un fluctuateur magnétique RTN. Le cas réel peut être envisagé comme une combinaison des deux..... 91

Figure 3-13: Représentation schématisée simplifiée du système à deux niveaux d'énergie d'un oscillateur RTN (gauche). Régression linéaire issue de l'équation (3.II.9) pour les données expérimentales obtenues avec le fluctuateur RTN *a*. 92

Figure 3-14 : Résolution graphique pour le fluctuateur RTN *a*. La courbe rouge découle de l'équation (3.II.1), la courbe noire de l'équation (3.II.10)..... 93

Figure 3-15 : Etude d'un autre fluctuateur (RTN *b*) (gauche) du même barreau GMR. La courbe bleue est la régression linéaire issue de l'équation (3.II.9). La courbe rouge découle de l'équation (3.II.1) et la courbe noire de l'équivalent de l'équation (3.II.10) pour RTN *b*, avec $2M_s V_b \sin^2 \theta_b^2 \cdot (k_B T)^{-1} = 38 \text{ mT}^{-1}$. Schéma avec taille relative des deux fluctuateurs RTN *b* et RTN *a* (droite). 94

Figure 3-16 : Images MFM de deux capteurs GMR. (a) Image topographique d'un barreau de 5 μm , stack 1. (b) Image magnétique, mode « lift », du barreau stack 1. (c) Image topographique d'un barreau de 4 μm , stack 2, $t_{Ru} = 1,9 \text{ nm}$. (d) Image magnétique, mode « lift », du barreau stack 2. Les échelles des images topographiques et magnétiques voient leur minimum fixé à zéro et sont normalisées par leur valeur maximale. L'intérêt de l'observation est ici essentiellement qualitatif. 95

Figure 3-17 : Mesure de piégeage sur un capteur TMR de test. Diminution du bruit magnétique avec l'intensité du champ de piégeage..... 96

Figure 3-18 : Dépendance du bruit à basse fréquence mesurée sur un oscillateur TMR à base de vortex (a). Mise en perspective par rapport à la réponse classique en champ du STVO d'après Locatelli *et al.* (ref)..... 97

Figure 3-19 : Photographie du dispositif de mesure « sonde 3D » (gauche). Exemple d'image magnétique brute d'un micro-aimant réalisée avec le dispositif à une hauteur d'environ 300 μm de l'échantillon (droite). 98

Figure 3-20 : Linéarisation de la réponse d'un capteur par application d'un champ de piégeage externe H_{bias} d'après Silva *et al.* (Ref). Simulation macrospin de la dépendance du champ coercitif H_c (caractéristique de l'ouverture de l'hystérésis de la réponse) en fonction de H_{bias} . Evolution de l'allure de la réponse (miniature) : réponse hystérétique sans piégeage et réponse linéaire lorsque le piégeage est suffisamment fort. 99

Figure 3-21: Evolution du niveau de bruit (haut) et de la détectivité (bas) à 1 kHz pour différentes multi-GMR, en fonction de la largeur L du capteur d'après Torrejon *et al.* (ref). N est le nombre de répétition de la simple vanne de spin dans le stack.100

I) Méthodologie

1) Réduction du bruit : Etat de l'art

Les problématiques de réduction du bruit de mesure sont l'un des enjeux essentiels des applications « capteurs »^{1,2}. Le bruit total est la superposition des divers événements dégradant la mesure et qui peuvent avoir des origines physiques différentes. Les méthodes utilisables pour le réduire peuvent se focaliser sur une ou plusieurs sources de bruit en particulier. Dans le cas précis des capteurs magnétorésistifs, on rappelle que deux grandes catégories de bruit sont distinguables selon leur origine, magnétique ou électrique, et peuvent être abordées de façon indépendante.

Les sources de bruit prédominantes, et donc la stratégie à adopter, dépendent fortement de l'application envisagée. Une mesure à haute fréquence, supérieure au kHz typiquement, sera essentiellement limitée par le bruit thermique et d'éventuelles perturbations magnétiques de l'environnement du capteur. Dans ce cas, l'attention sera essentiellement focalisée sur le blindage du dispositif ou encore le contrôle du système. Au-delà du GHz, du bruit supplémentaire, dû à l'apparition d'ondes de spin, peut rendre la mesure plus complexe^{3,4}. A plus basse fréquence, ce sont le bruit en $1/f$ et parfois le RTN qui sont prédominants avec souvent une contribution magnétique du même ordre de grandeur ou supérieure à la composante électrique. Il peut alors être pertinent selon la situation de jouer sur la taille, la structure du capteur⁵, la forme du capteur^{2,6} ou encore son alimentation. Des stratégies classiques en science de la mesure ; multiplexage des capteurs pour moyenniser le bruit de mesure⁷, modulation et filtrage du signal^{8,9} peuvent aussi être mises en place.

Comme discuté précédemment, c'est souvent la contribution magnétique du RTN et du bruit en $1/f$ qui se montre la plus limitante pour les mesures à basse fréquence^{1,10,11}. En effet, cette contribution d'origine magnétique dégrade bien sûr le rapport signal-sur-bruit mais également dégrade fortement la répétabilité de mesure de par ses dépendances plus complexes que le bruit électrique aux différents paramètres physiques du système. Ce sont les stratégies de réduction de ce bruit magnétique qui vont nous intéresser dans la suite de ce chapitre.

2) Piégeage de la couche libre d'une magnétorésistance

a) Motivation et stratégies

Nous avons énoncé précédemment la nécessité de créer une faible anisotropie (i.e. : un piégeage) au niveau de la couche libre d'un capteur GMR afin de l'orienter à 90° dans le plan par rapport à la couche de référence et ainsi obtenir une variation linéaire de la réponse résistive à un signal magnétique externe¹² (Figure 3-1). De plus, il est montré qu'un piégeage suffisant dans le plan de la couche libre supprime l'essentiel du bruit magnétique présent¹³⁻¹⁶. Il est en général communément admis que le gain obtenu en supprimant le bruit magnétique est contrebalancé par la perte

de sensibilité due au piégeage. L'idée de ce travail est de tester cette hypothèse en générant un piégeage sur la couche libre, par différentes méthodes et pour de faibles valeurs de piégeages (de quelques dizaines de μT à quelques dizaines de mT). L'emploi de cette stratégie doit se concevoir comme une tentative d'amélioration de capteurs dont la conception et les performances s'approchent déjà le plus possible de l'état de l'art. A titre d'exemples, les capteurs présentés dans ce chapitre sont gravés selon une forme de « yoke »^{6,17}, pour stabiliser les domaines magnétiques dans le bras principal du motif. La structure des divers empilements magnétiques a aussi été testée au laboratoire (travaux non publiés) pour optimiser au mieux, avant micro ou nanofabrication, les différents paramètres (sensibilité, MR, décalage à l'origine, hystérésis).

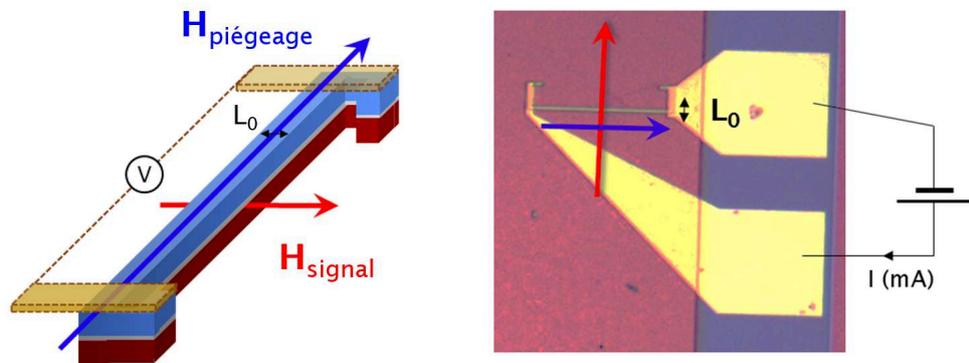


Figure 3-1: Principe général de la méthode de piégeage d'un capteur GMR. Une anisotropie (ou champ équivalent) de piégeage (vecteur bleu) est appliquée perpendiculairement à la direction de sensibilité (vecteur rouge) du capteur de largeur L_0 . La couche de référence (couche inférieure rouge du schéma) conditionne la direction du signal mesuré tandis que l'effet du piégeage affecte essentiellement la couche libre (couche supérieure bleue). La vue schématique du capteur (gauche) est mise en regard avec une image au microscope optique d'un dispositif réel (droite). Dans ce cas précis, $L_0 = 5 \mu\text{m}$.

Dans cette étude, nous nous concentrons sur l'impact, en termes de sensibilité et de niveau de bruit, du piégeage de la couche libre des GMR. Une attention toute particulière est accordée aux régimes des faibles champs de piégeage. Ce piégeage peut être appliqué selon trois différentes méthodes (voir Figure 3-2) :

- *Méthode 1*

Un champ externe d'intensité contrôlée est appliqué au capteur via un aimant permanent ou bien, pour plus de flexibilité, par un système de bobines contrôlé par un générateur de courant.

- *Méthode 2*

Un couplage interne à l'empilement GMR est défini au moment du dépôt de la structure par l'ajout d'un empilement de couches minces (que nous désignerons par la suite comme « couche de piégeage »). Ce couplage est créé par interaction

RKKY avec la couche initialement libre. Il peut être ferromagnétique ou antiferromagnétique, mais comme nous l'avons montré expérimentalement, le signe n'a pas d'influence visible sur l'effet de stabilisation (Figure 3-8). On s'intéressera donc par la suite uniquement à la valeur absolue de ce couplage.

- *Méthode 3*

L'anisotropie de forme du capteur est enfin également employée comme dernière méthode de couplage pour le capteur GMR. L'intensité du couplage est inversement proportionnelle à la largeur L_0 de la GMR. Les capteurs de ce chapitre présentent des largeurs comprises entre 1 μm et 20 μm pour un rapport d'aspect (longueur : largeur) de 50 : 1.

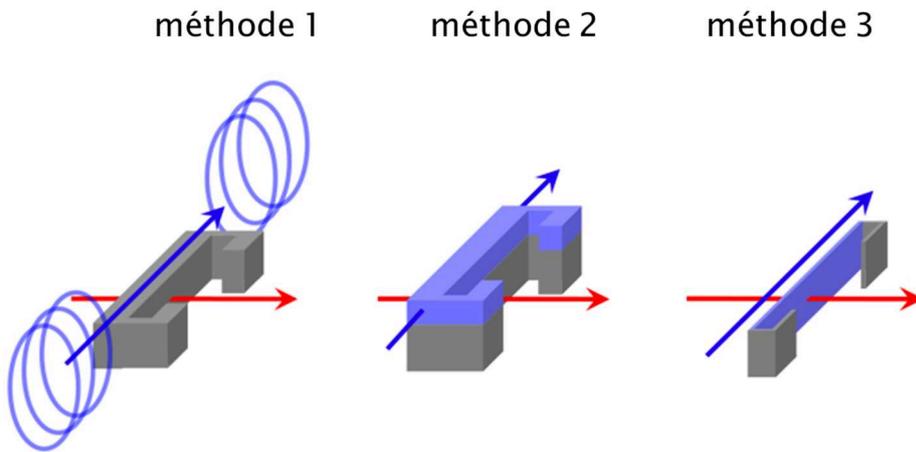


Figure 3-2 : Méthodes de piégeage utilisée pour la stabilisation de la couche libre. De gauche à droite : couplage par application d'un champ magnétique externe (méthode 1), couplage interne (méthode 2) au stack, couplage par anisotropie de forme (méthode 3).

Deux types de structures sont utilisées dans les données présentées par la suite pour valider les méthodes ci-dessus. Un premier stack (stack 1), constitué d'une vanne de spin « simple » nous permet de tester les méthodes 1 et 3, soit respectivement : couplage par champ externe et par anisotropie de forme. Le stack 1 possède la structure suivante (voir également Annexe II) : Ta (3) / Ni₈₁Fe₁₉ (3,5) / Co₉₀Fe₁₀ (1,5) / Cu (2,3) / Co₉₀Fe₁₀ (2,1) / Ru (0,85) / Co₉₀Fe₁₀ (2) / Pt₃₈Mn₆₂ (18) / Ta (3). Les épaisseurs entre parenthèses sont données en nanomètres. Enfin, un second lot de GMR avec des stacks similaires entre eux (stacks 2), constitués de vanne de spin présentant un couplage interne de la couche libre, nous permettent de tester la méthode 2. La séquence générique d'une GMR de stack 2 (Annexe II) est la suivante : Ru (1) / Pt₃₈Mn₆₂ (18) / Co₉₀Fe₁₀ (2) / Ru (0,85) / Co₉₀Fe₁₀ (2,1) / Cu (2,3) / Co₉₀Fe₁₀ (1) / Ni₈₁Fe₁₉ (4,5) / Ru (t_{Ru}) / Co₉₀Fe₁₀ (2) / Pt₃₈Mn₆₂ (11) / Ta (3) / Ru (3). Chaque stack diffère des autres par l'épaisseur de ruthénium t_{Ru} séparant la couche initialement libre de la spin valve Co₉₀Fe₁₀ (1) / Ni₈₁Fe₁₉ (4,5) de la couche de piégeage Co₉₀Fe₁₀ (2) / Pt₃₈Mn₆₂ (11). Pour notre étude t_{Ru} varie

entre 1,7 nm et 2,9 nm et conditionne directement la valeur du couplage RKKY appliqué^{18,19} pour un champ effectif ressenti par la couche libre compris entre 1,15 mT et 9,1 mT (en prenant en compte la contribution au piégeage de l’anisotropie de forme).

b) Observations (champ externe)

Regardons maintenant de près l’impact de ce piégeage sur le bruit et la sensibilité d’un capteur GMR. La Figure 3-3 exploite la méthode 2. On trace la réponse magnétorésistive de trois capteurs ($L_0 = 5 \mu\text{m}$) différemment piégés ainsi que les densités spectrales de bruit associées. Ces mesures sont réalisées selon les méthodologies exposées au Chapitre 2. Dans le cas de ces mesures de bruit, un champ AC de calibration (850 nT_{RMS}, 15 Hz) est appliqué selon l’axe sensible pour extraire d’une manière complémentaire et comparer *in situ* la sensibilité du capteur GMR et permettre de la façon la plus directe possible, c’est à dire sans nécessiter le tracé et le calcul de la pente de la réponse $R = f(H)$, le calcul rapide de la détectivité. Deux constats qualitatifs peuvent être faits (Figure 3-3). Premièrement, on observe la réduction graduelle de la sensibilité, matérialisée par diminution de la pente de la réponse magnétorésistive, avec l’augmentation de l’intensité du piégeage de la couche libre. Deuxièmement, on peut observer une diminution significative du niveau de bruit basse fréquence entre des valeurs de 1,4 mT et 1,8 mT de piégeage (de la courbe rouge vers la courbe bleue) tandis que pour le passage de 1,8 mT à 3,2 mT (de la courbe bleue à la courbe verte) le spectre reste apparemment inchangé. Une dépendance non-linéaire du niveau de bruit total est donc observée sur la gamme [1,4 mT ; 3,2 mT]. Cette évolution est également à rapprocher, comme on le développe par la suite, de la suppression de l’hystérésis avec l’augmentation du piégeage.

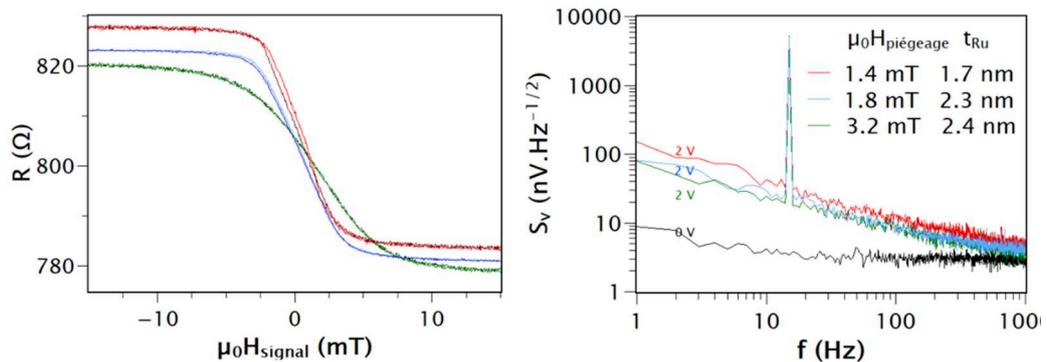


Figure 3-3 : Courbes caractéristiques : magnétorésistance en fonction du champ selon l’axe de sensibilité (gauche) et densité spectrale de bruit (droite) mesurées pour 3 capteurs-témoins piégés avec des couplages différents obtenus par la méthode 2.

Pour aller plus loin dans l’analyse, observons maintenant les résultats de la Figure 3-4 obtenus sur un unique capteur GMR de stack 1 via la méthode 1. Ce capteur est piégé par une bobine enroulée autour du cœur de $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ en forme de

yoke et permettant de concentrer le signal sur le capteur GMR. Comme attendu et d'après le modèle macrospin de Stoner-Wohlfarth^{13,20}, la sensibilité (en bleu sur la Figure 3-4) décroît continuellement et de façon inversement proportionnelle au champ de piégeage externe (Annexe III) appliqué sur la gamme [0 mT ; 30 mT]. Quant au bruit, on observe une diminution plus brutale entre 0 mT et 2 mT appliqué et un niveau constant au-delà de cette dernière valeur du champ. Cette variation du bruit est attribuée à la suppression du bruit magnétique, conduisant à une réduction du niveau de bruit total initial vers une valeur « minimale » qui n'est autre que le niveau de bruit d'origine purement électrique. Nous discutons de façon plus détaillée de la physique du phénomène dans la suite de ce chapitre.

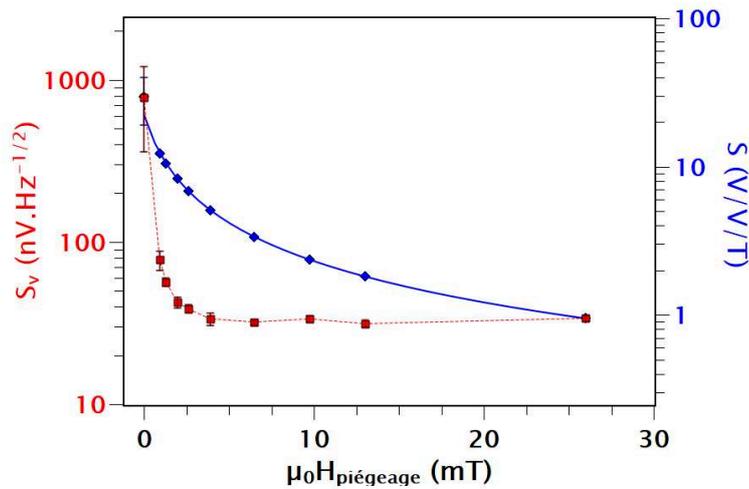


Figure 3-4 : Diminution du niveau de bruit S_v (ici intégré entre 25 Hz et 30 Hz) et de la sensibilité du capteur S avec l'augmentation du piégeage externe. La courbe bleue correspond à l'ajustement du modèle de Stoner-Wohlfarth (ligne pleine) sur les données expérimentales (losanges). La courbe rouge est une interpolation linéaire (ligne pointillée) sur les valeurs expérimentales (carrés) de S_v .

Des deux courbes de la Figure 3-4, on peut calculer la détectivité (Figure 3-5) du capteur GMR à 30 Hz pour les mesures avec la méthode 1, c'est à dire pour un piégeage externe (carrés bleus). On peut en particulier relever l'existence d'une valeur de piégeage effective optimale pour laquelle le bruit magnétique est supprimé tout en conservant une baisse raisonnable de la sensibilité de mesure. Cela se traduit par l'amélioration de la détectivité typiquement entre un facteur 3 et un facteur 10 pour cet optimum. Ici par exemple, pour la méthode 1 appliquée au stack 1, la détectivité à 30 Hz passe, par l'application d'un champ effectif de 2,75 mT, de 30 nT.Hz^{-1/2} à 5 nT.Hz^{-1/2} avec une amélioration nette de la répétabilité (voir barres d'erreur) due à la suppression du RTN. Sur la Figure 3-5 sont également tracés les résultats expérimentaux obtenus avec les méthodes 2 et 3 et pour lesquels la même tendance est observée. Pour les piégeages faibles une réduction significative du bruit magnétique est observée. Elle se traduit par un gain en détectivité suivi par une détérioration de la détectivité guidée par la perte de sensibilité à bruit électrique constant.

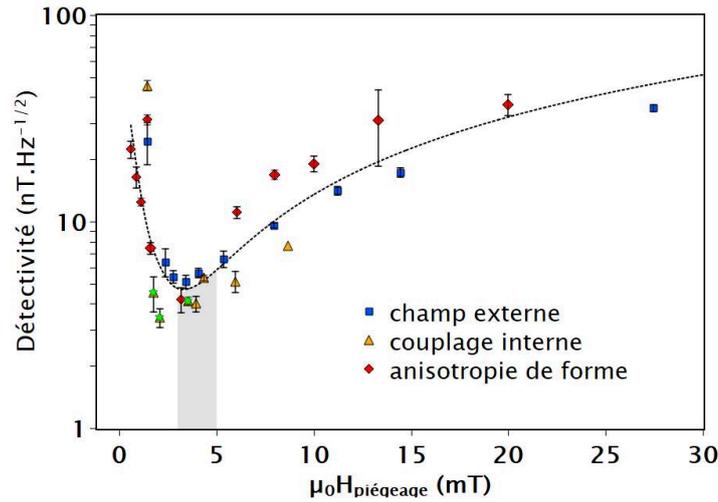


Figure 3-5 : Détektivité à 30 Hz en fonction du champ de piégeage effectif appliqué pour les 3 méthodes : champ externe (1), couplage interne (2) et anisotropie de forme (3). Pour la comparaison de la valeur de détectivité, le volume de chaque capteur de la méthode 3 est renormalisé à celui d'un capteur de largeur $L_0 = 5 \mu\text{m}$. Les trois points (méthode 2) mis en évidence par des étoiles vertes correspondent aux exemples de la Figure 3-3. La zone grisée correspond à la zone d'utilisation optimale des capteurs considérés (absence de bruit magnétique et sensibilité satisfaisante). La courbe en pointillée est une interpolation de l'ensemble des points expérimentaux permettant de mettre en lumière la tendance générale ²¹.

Il est possible de combiner les différentes méthodes en fonction de l'application envisagée. Deux exemples témoignent d'un principe de superposition linéaire des différentes méthodes de piégeage. On note que dans le cas des méthodes 1 et 2, la composante de piégeage due à l'anisotropie de forme (méthode 3) est prise en considération dans le calcul du piégeage effectif et estimée à 1,15 mT. Cette valeur est la valeur de plus faible piégeage effectif présenté sur la Figure 3-5. De plus, le point de piégeage le plus faible (1,15 mT) obtenu pour les stacks 2 (méthode 2) a été obtenu par compensation du piégeage interne par un champ externe de signe opposé (méthode 1). Ceci témoigne une fois de plus de ce principe de superposition. En résumé, le piégeage effectif d'un capteur est la somme algébrique des différents piégeages mis en jeu ; l'anisotropie magnétocristalline, l'anisotropie de forme (prédominante aux faibles dimensions latérales), la somme des couplages internes (RKKY, couplage d'échange...), l'ajout d'un champ extérieur (bobine, aimant...).

c) En pratique...

Dans l'optique d'une utilisation pratique, discutons maintenant du choix des méthodes à mobiliser. Comme le champ effectif appliqué est simplement la somme linéaire des différents champs appliqués sur la couche libre, le principe général est donc d'appliquer un champ effectif total égal ou légèrement supérieur au champ de piégeage optimal (voir la zone grisée de la Figure 3-5). Pour la méthode 1, la meilleure détectivité est obtenue pour un piégeage effectif de 2,75 mT qui intègre une contribution de l'anisotropie de forme égale à 1,15 mT. Le champ externe à

appliquer pour ce stack précis (stack 1) est de 1,6 mT. Notons que dans le cas général on cherche à éviter de stabiliser le système de mesure avec un élément extérieur (bobine, aimant) comme dans la méthode 1, c'est pourquoi on s'intéresse aussi tout particulièrement aux méthodes 2 et 3. Pour la méthode 2, le point essentiel consiste à déterminer l'épaisseur de Ru nécessaire pour atteindre 1,1 mT de couplage interne, ce qui, une fois additionnés aux 1,15 mT de l'anisotropie de forme pour un capteur de 5 μm de large, correspondent au couplage optimal de 2,25 mT mesuré sur les stacks 2.

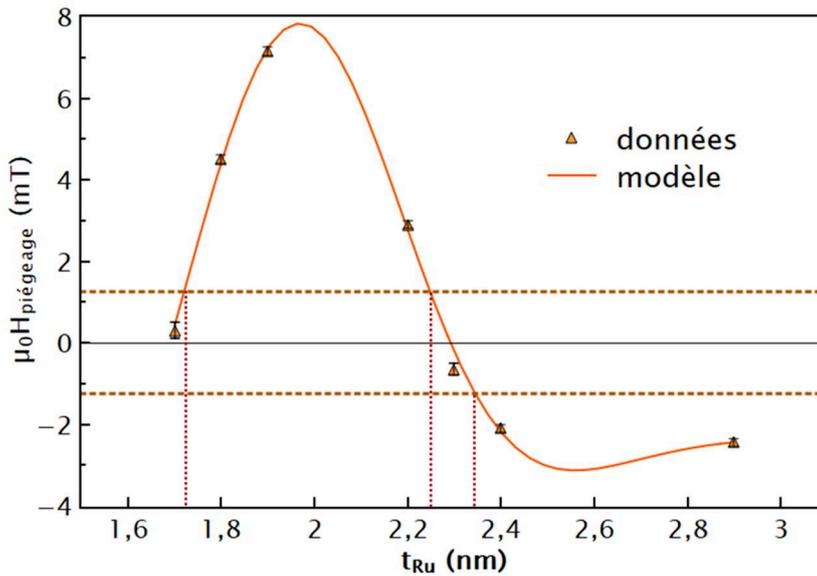


Figure 3-6 : Couplage magnétique interne (après soustraction de la contribution due à la forme) appliqué à la couche libre dans des capteurs GMR (stack 2, méthode 2) en fonction de l'épaisseur de l'espaceur de ruthénium. Le modèle d'ajustement des données expérimentales est basé sur le modèle théorique détaillé par Bruno *et al.*¹⁸. Les intersections entre les droites en pointillés horizontales (la valeur de l'intensité du couplage interne optimal à appliquer) et le modèle donnent les épaisseurs de Ru (droites pointillées verticales) à déposer.

La Figure 3-6 donne l'évolution du couplage RKKY entre la couche initialement libre et la couche de piégeage en fonction de l'épaisseur de l'espaceur de Ru. Trois épaisseurs sont compatibles avec un piégeage optimal ; 1,75 nm, 2,25 nm et 2,35 nm. Sachant que la MR décroît lorsque l'épaisseur de Ru augmente (en configuration CIP, l'effet GMR est court-circuité proportionnellement à t_{Ru}), on choisit préférentiellement la valeur la plus faible pour t_{Ru} , soit 1,75 nm. Aucune différence significative n'a été observée, à même valeur absolue de piégeage, entre les configurations de piégeage antiparallèle ou parallèle entre les couches.

Enfin, dans le cas de la méthode 3, il faut calculer la largeur critique L_c associée à la meilleure limite de détection obtenue pour $H_{\pi\acute{e}ageag}^{opt}$. Pour un rapport d'aspect suffisamment élevé, la dépendance entre le champ de piégeage $H_{\pi\acute{e}ageage}$

issue de l'anisotropie de forme et la largeur L du capteur s'approxime, comme introduit au Chapitre 1, par l'équation (3.I.1) suivante ^{12,22-24} :

$$L_c \propto M_s t / H_{\text{piégeage}}^{\text{opt}} \quad (3.I.1)$$

où M_s et t sont respectivement les valeurs de l'aimantation à saturation et l'épaisseur de la couche libre. Le calcul réalisé pour la méthode 3 fournit $L_c = 2,25 \mu\text{m}$ dans le cas du stack 1, dont la valeur de l'optimum en champ a déjà été préalablement mesurée par la méthode 1 et vaut 2,75 mT. Dans le cas d'un stack très différent, il faudrait au préalable mesurer à nouveau $H_{\text{piégeage}}^{\text{opt}}$ via la méthode 1. On retrouve le résultat de la méthode 3 graphiquement sur la Figure 3-7. Il s'agit de trouver la valeur de L_0 pour laquelle l'application d'un champ extérieur pour atteindre l'optimum est nulle ($H_{\text{ext}} = 0$) ou bien lorsque L_0 est telle que le champ de piégeage issue de l'anisotropie de forme H_{forme} et de l'anisotropie magnétocristalline H_{mc} vaut $H_{\text{piégeage}}^{\text{opt}}$.

Rappelons que, bien qu'en valeur absolue les trois méthodes contribuent au piégeage effectif de manière équivalente, le piégeage par anisotropie de forme est axial mais non directionnel. Les méthodes 1 et 2 de piégeage, au contraire, définissent un sens de piégeage sans équivoque. Ainsi, les capteurs piégés par anisotropie de forme sont plus dépendants de leur histoire magnétique, de par la présence de deux positions magnétiques stables, contrairement aux deux autres méthodes.

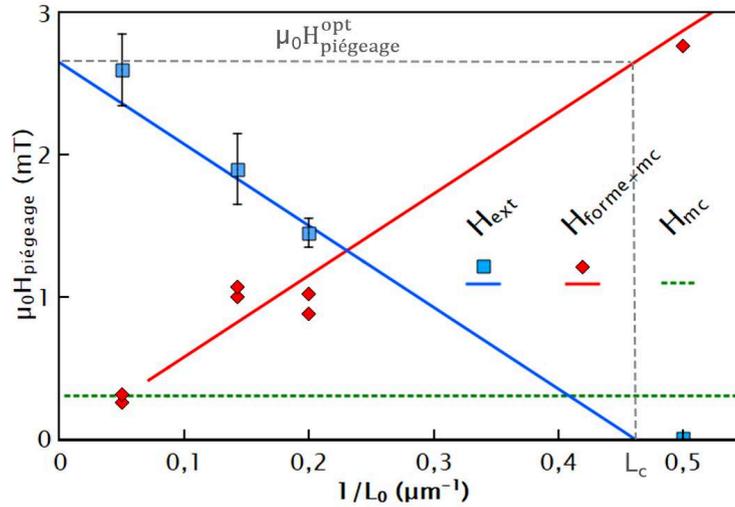


Figure 3-7 : Comparaison du champ externe (bleu) à appliquer pour atteindre le piégeage optimal $H_{\text{piégeage}}^{\text{opt}}$ pour un capteur de stack 1 de largeur L_0 et donc intrinsèquement doté d'une anisotropie magnétocristalline (prédominante à L_0 élevé) et surtout une anisotropie de forme (prédominante pour des valeurs de L_0 de quelques microns). La droite rouge décrit l'évolution du champ d'anisotropie du capteur calculée en utilisant les données expérimentales (losanges rouges). On note que les valeurs mesurées de l'optimum (pour la réduction du bruit) en termes de piégeage externe (carrés bleus) se positionnent sur une courbe de tendance linéaire dont la pente est l'opposé de celle de la droite rouge. Les lignes en pointillés gris correspondent à la résolution graphique de l'équation (3.I.1).

Il est important de relever à nouveau, à la lumière de ces exemples, la complémentarité entre les méthodes. Tout d'abord, notons le fort caractère ajustable de la méthode 1. Lorsqu'un petit aimant permanent (ou une micro-bobine) peut être fixé à proximité de la GMR, tout en respectant les contraintes dues aux champs de fuite ou à l'espace disponible ²⁵, il est alors possible de réaliser le piégeage optimal par application d'un champ externe. Il est également envisageable, pour certaines applications comme la mesure de résonance magnétique ²⁶ ou bien la détection de cellules biologiques utilisant des nanoparticules magnétiques ²⁷, de contrôler la direction du fort champ magnétique statique nécessaire perpendiculairement au plan du capteur de telle sorte que le champ résiduel dans le plan établisse un piégeage optimal. Quand l'utilisation d'un piégeage externe est impossible, l'anisotropie de forme ou le piégeage interne au stack peuvent être employés, par exemple pour les GMR employées pour la mesure dans les systèmes automobiles. En résumé, la stratégie de piégeage sera une combinaison des méthodes 1,2 et 3 et dépendra de l'application visée.

d) Dépendance en fréquence de la détectivité des capteurs piégés

L'amélioration de la détectivité d'un capteur grâce à cette stratégie est uniquement possible lorsque du bruit magnétique basse fréquence, bruit en $1/f$ ou RTN, est présent. Ainsi, pour chaque fréquence avant la fréquence de coupure du bruit magnétique du capteur, on peut trouver un optimum de piégeage de la couche libre. On peut le constater sur la Figure 3-8 dans le cas d'une GMR (stack 1) piégée par un champ externe (méthode 1). On note, une fois de plus, que les résultats recueillis sont symétriques par rapport à $\mu_0 H = 0$ mT et non hystérétiques pour les valeurs positives comme négatives du champ. Ceci nous a permis tout au long de la discussion de négliger le champ d'Ørsted créé par le courant alimentant la GMR et d'analyser les résultats indépendamment du signe du piégeage total.

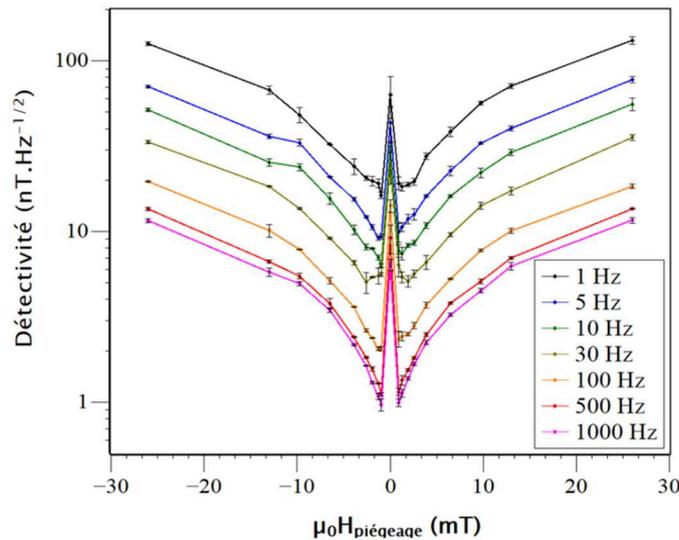


Figure 3-8 : Piégeage par la méthode 1 d'un capteur GMR. Evolution de la détectivité en fonction de l'intensité et du sens du piégeage de la couche libre pour différentes fréquences de mesure.

Une autre manière de visualiser l'apport de la méthode est de considérer le gain en détectivité uniquement dû à la disparition du bruit magnétique. C'est ce qui est réalisé sur la Figure 3-9. On soustrait aux données expérimentales, comme celles de la Figure 3-8, les valeurs théoriques calculées pour la détectivité attendue. Pour ce calcul on utilise la sensibilité calculée en utilisant le modèle macrospin (Annexe III) et le bruit modélisé comme la somme du bruit en $1/f$ et du bruit thermique (bruit d'origine électrique uniquement). La valeur du bruit en $1/f$ électrique peut être estimé à partir d'une mesure à fort piégeage par exemple. On peut finalement estimer la « réserve » disponible pour l'optimisation de la détectivité, à chaque fréquence et pour un stack donné, que l'on peut espérer obtenir par une stratégie de réduction du bruit magnétique (Figure 3-9). En d'autres termes, chaque mesure de spectre de bruit permet d'obtenir une « colonne » de la figure ci-dessous. Chaque courbe de la Figure 3-8 revient finalement prendre une « tranche horizontale » à une fréquence donnée de la Figure 3-9.

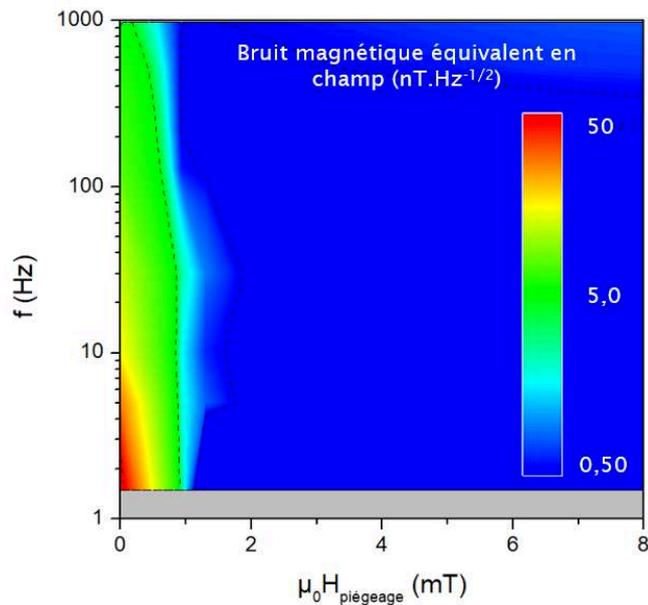


Figure 3-9 : Impact sur la détectivité du capteur du bruit magnétique du dispositif. Cartographie des performances en fonction de la fréquence et du champ de piégeage. Les couleurs chaudes témoignent d'une « région » un fort impact du bruit magnétique. Les mesures sont réalisées sur un capteur de stack 1, de largeur $5\ \mu\text{m}$ alimenté à 1 mA.

Comme le rappelle la Figure 3-10, Le bruit magnétique est une grandeur très variable même au sein d'une même famille de capteurs et pour des conditions expérimentales équivalentes. Il est donc difficile de donner un chiffre global sur le gain qu'apportera l'application de la méthode à un capteur en particulier. En revanche, la valeur de piégeage à appliquer pour atteindre l'optimum pour les capteurs d'une même famille semble être une grandeur plus robuste, contrairement à l'amplitude du bruit magnétique (à champ nul) ou à la fréquence de coupure du bruit magnétique.

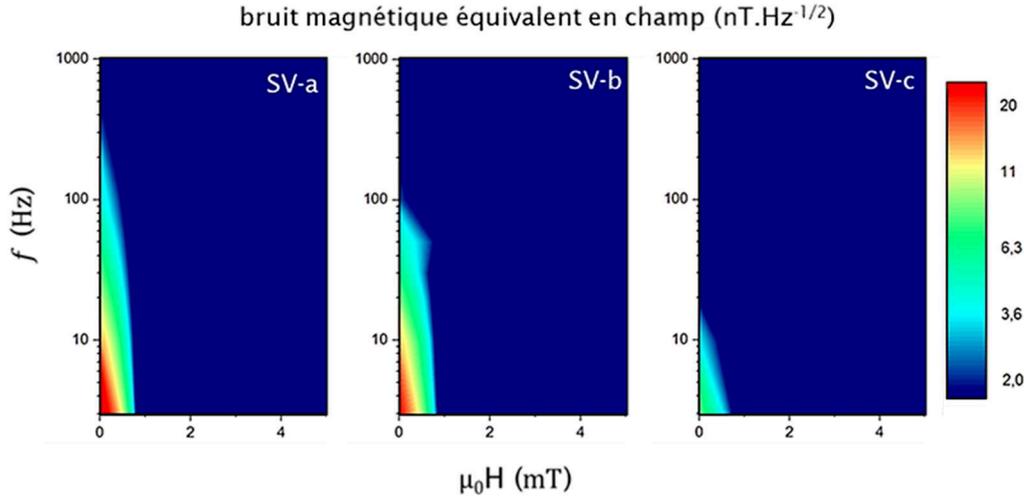


Figure 3-10 : Trois exemples de cartographies du bruit magnétique en fonction de la fréquence et du champ de piégeage externe. Les mesures sont réalisées sur trois capteurs vanne de spin de stack 1, de largeur $5 \mu\text{m}$ alimenté à 1 mA : SV-a, SV-b et SV-c. On notera les différences d’amplitude de bruit et de fréquence de coupure et la constance de la valeur de champ à appliquer (environ 1 mT) pour supprimer le bruit magnétique.

II) Et la physique dans tout cela ?

1) Modèle

Comme il est possible de l’observer sur la Figure 3-3 de ce chapitre, un lien entre bruit magnétique et comportement hystérétique du capteur magnétorésistif peut être fait. On observe une relation directe entre l’ouverture du cycle de l’hystérésis et l’amplitude du bruit magnétique. Nous avons dans le Chapitre 1 souligné le lien existant entre l’hystérésis de la réponse d’un matériau magnétique à sa structure micromagnétique ; structure en domaines, cohérence plus ou moins bonne du retournement de l’aimantation globale... Ici, l’idée principale est d’utiliser les mesures de bruit magnétique pour récupérer des données structurales sur la couche libre du capteur et ses micro-défauts magnétiques.

L’objectif de ce modèle simple est d’estimer des grandeurs caractéristiques d’un défaut magnétique (désigné ci-après par le terme « fluctuateur » magnétique) à partir de sa réponse RTN et de son comportement sous un piégeage contrôlé et exercé par la méthode 1. On considère le cas le plus simple d’un fluctuateur à l’origine d’un régime de RTN à deux niveaux. Les cas spécifiques d’un RTN à trois états ou plus et du bruit magnétique en $1/f$ peuvent tous deux être compris et interprétés sous certaines hypothèses comme une combinaison de régimes à RTN à deux états. Un certain nombre de cas sont illustrés dans l’Annexe IV. Le calcul présenté dans le cas simple est extensible à ces cas plus complexes, bien que rapidement plus lourd. L’interprétation physique du cas simple reste également valide a priori pour un RTN à plus de deux niveaux.

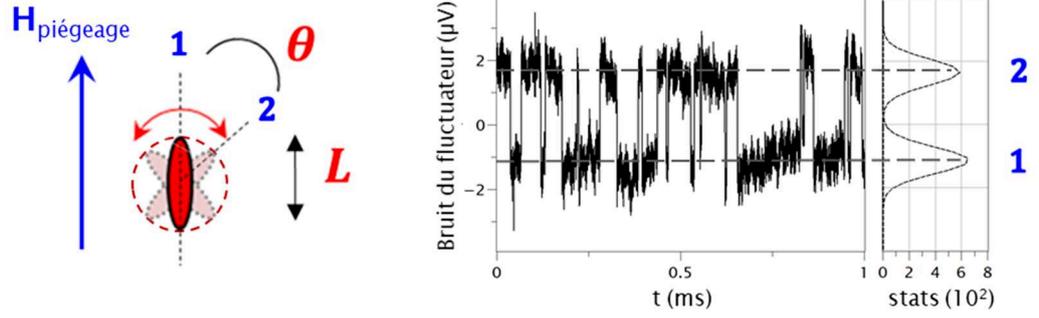


Figure 3-11 : Lien entre le bruit de mesure et l'état d'un fluctuateur magnétique isolé pour une certaine valeur de piégeage. La statistique entre les états 1 et 2 est modulée par l'intensité du champ de piégeage.

Soit un fluctuateur magnétique de taille caractéristique L , au sein de la couche libre d'épaisseur t , orienté initialement selon l'axe facile d'anisotropie de la couche (position 1). Celui-ci oscille entre cet état 1 (le plus stable) et un second état (position 2) pour lequel l'aimantation du défaut présente un angle θ avec l'axe facile, comme représenté sur la Figure 3-11. Une première équation permet de relier l'amplitude relative de la fluctuation en tension $\partial U/U$ (équivalente à la fluctuation relative de la résistance $\partial R/R$) de l'oscillateur RTN de volume $V = t \cdot L^2$ à la valeur de la magnétorésistance MR_{GMR} de l'ensemble de la GMR²⁸ de volume (de couche libre) V_{GMR} et de résistance R à champ nul. Autrement dit, le fluctuateur est considéré comme une « petite GMR » fluctuant à l'intérieur de la « grande ».

$$\frac{\partial R}{R} = \frac{V \cos(\pi/2 - \theta)}{V_{GMR}} MR_{GMR} \quad (3.II.1)$$

Il reste maintenant à introduire le second ingrédient : l'influence du champ magnétique de piégeage sur le RTN magnétique. Cet ajout se fait en prenant en compte la dépendance en champ des temps caractéristiques respectifs des deux états du fluctuateur : τ_1 et τ_2 . En l'absence de champ, la statistique de l'oscillation, i.e. le ratio entre les deux temps caractéristiques, suit une loi d'Arrhenius^{1,29}.

Chaque temps caractéristique τ_i possède une énergie d'activation associée $E_{a,i}$.

$$E_{a,i} = E_s - E_i \quad (3.II.2)$$

où E_s est l'énergie de seuil du fluctuateur (voir Figure 3-12) et E_i l'énergie associée à l'état i . Or, l'expression du temps caractéristique τ_i dépend de $E_{a,i}$:

$$\tau_i \propto \exp\left(\frac{E_{a,i}}{k_B T}\right) \quad (3.II.3)$$

Ainsi, à champ nul, le système à deux niveaux est caractérisé par la différence d'énergie entre ces états ΔE_0 , comparée à l'énergie thermique $k_B T$ et telle que :

$$\tau_1/\tau_2 = \exp(\Delta E_0/k_B T) \quad (3.II.4)$$

L'ajout d'un champ de piégeage $\mu_0 \mathbf{H}_{\text{piégeage}}$, modifie l'énergie potentielle à franchir pour l'oscillateur : on ajoute l'énergie Zeeman du champ sur l'oscillateur à ΔE_0 .

$$\Delta E = \Delta E_0 + \mu_0 \mathbf{H}_{\text{piégeage}} \cdot \Delta \mathbf{m}_{12} \quad (3.II.5)$$

où $\Delta \mathbf{m}_{12}$ est la variation locale du vecteur d'aimantation de l'oscillateur entre les états 1 et 2 du RTN. On aboutit donc à l'équation (3.II.6).

$$\tau_1/\tau_2 = \exp(\Delta E/k_B T) \quad (3.II.6)$$

En projetant le vecteur $\Delta \mathbf{m}_{12}$ sur la direction du champ $\mathbf{H}_{\text{piégeage}}$ on obtient l'équation (3.II.7).

$$|\Delta \mathbf{m}_{12} \cdot \mathbf{H}_{\text{piégeage}}| = 2M_s V \sin^2(\theta/2) \cdot H_{\text{piégeage}} \quad (3.II.7)$$

Pour conclure cette introduction au modèle choisi, une dernière clarification de la physique du système s'impose par rapport au cas « réel » observé. Dans la pratique, l'objet qui fluctue pourrait être un grain « mal orienté » (si la couche libre est polycristalline) mais il pourrait tout aussi bien être une paroi séparant deux domaines magnétiques. Si l'on considère l'aimantation locale, on peut montrer qu'il existe une équivalence formelle entre le modèle présenté jusqu'ici avec une fluctuation angulaire de \mathbf{M} et le modèle jumeau où la variation d'aimantation locale est induite par le déplacement de la paroi d'une distance l_0 . Dans les deux cas, la taille de l'observation typique de la fluctuation de \mathbf{M} est assimilée à L définie précédemment et on a une bijection entre les ensembles de définition de l_0 , soit $[0 ; L]$, et de θ , soit $[0 ; \pi]$. Le choix de l'un ou l'autre modèle est donc ici une pure convention mais qui s'appuie directement sur une réalité physique. Par exemple, un fluctuateur se retournant d'un angle $\pi/2$ est équivalent à avoir une paroi de domaine ayant parcouru une distance $L/2$, soit la moitié de la taille caractéristique où l'aimantation locale fluctue. Le cas réel se situe vraisemblablement quelque part entre ces deux modèles simples représentés sur la Figure 3-12.

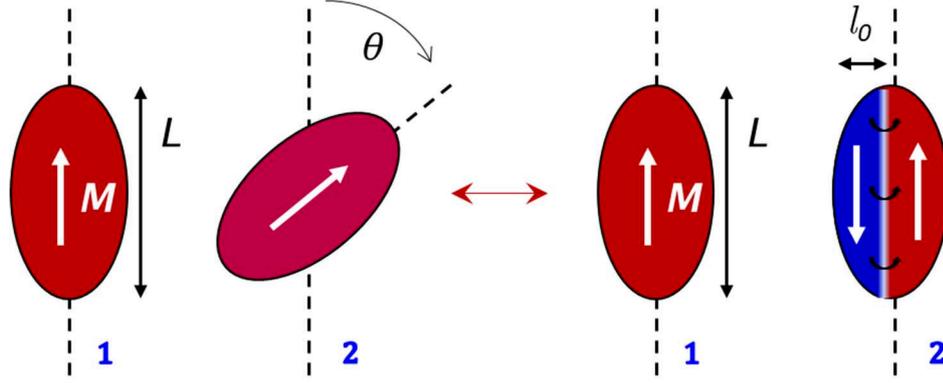


Figure 3-12 : Equivalence entre les deux modèles d'un fluctuateur magnétique RTN. Le cas réel peut être envisagé comme une combinaison des deux.

2) Caractéristiques physiques d'un fluctuateur magnétique isolé

Dans cette section, illustrons à travers un exemple complet le modèle que nous venons de définir. On considère un capteur (stack 1) à piégeage faible (quelques dizaines de μT) qui développe un régime RTN magnétique à deux niveaux sur une certaine gamme de champ présentée sur la Figure 3-13.

Expérimentalement, l'estimation du ratio entre temps caractéristiques τ_1 et τ_2 est réalisée par le rapport du temps passé dans les états 1 et 2 pendant un temps donné (typiquement 10 s). On peut alors ajuster l'équation linéaire découlant de l'équation (3.II.6) en faisant varier le champ de piégeage.

$$k_B T \cdot \ln(\tau_1/\tau_2) = \Delta E_0 + \mu_0 \mathbf{H}_{\text{piégeage}} \cdot \Delta \mathbf{m}_{12} \quad (3.II.8)$$

Celle-ci s'écrit, d'après l'équation (3.II.7) comme :

$$k_B T \cdot \ln(\tau_1/\tau_2) = \Delta E_0 + 2M_s V \sin^2(\theta/2) \cdot \mu_0 H_{\text{piégeage}} \quad (3.II.9)$$

Le résultat de la régression linéaire d'un fluctuateur-témoin (noté RTN *a*) est représenté sur la Figure 3-13.

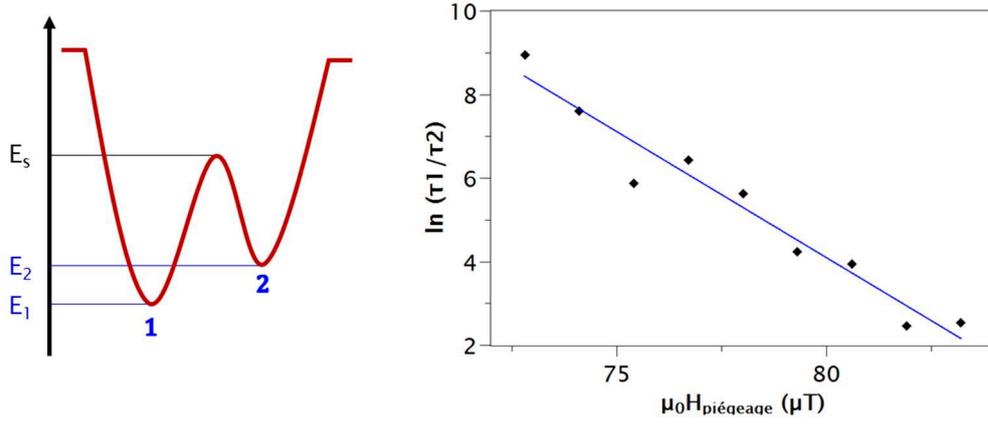


Figure 3-13: Représentation schématique simplifiée du système à deux niveaux d'énergie d'un oscillateur RTN (gauche). Régression linéaire issue de l'équation (3.II.9) pour les données expérimentales obtenues avec le fluctuateur RTN a .

De cette régression linéaire on peut déduire plusieurs données intéressantes. Tout d'abord, connaissant l'équation 3.II.8, il est possible d'estimer la variation d'énergie ΔE sur toute la gamme de champ de piégeage. Bien que celle-ci évolue, elle reste du même ordre de grandeur que son ordonnée à l'origine, à savoir de l'ordre de $k_B T$. On mesure ensuite la pente de cette régression :

$$2M_s V \sin^2(\theta/2) \cdot 1/k_B T = 30,2 \text{ mT}^{-1} \quad (3.II.10)$$

Les paramètres des équations (3.II.1) et (3.II.10) sont connus ou estimables : $MR = 6\%$, $k_B T = 25 \text{ meV}$, $V_{GMR} = 5 \times 250 \times 5 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}^3$. On peut également estimer l'aimantation de la bicouche $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19} / \text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ d'épaisseur $t = 5 \text{ nm}$ par :

$$M_s t = M_s^{\text{NiFe}} \cdot t_{\text{NiFe}} + M_s^{\text{CoFe}} \cdot t_{\text{CoFe}} \quad (3.II.11)$$

Avec $\mu_0 M_s^{\text{NiFe}} = 1 \text{ T}$, $\mu_0 M_s^{\text{CoFe}} = 1,5 \text{ T}$, $t_{\text{NiFe}} = 3,5 \text{ nm}$ et $t_{\text{CoFe}} = 1,5 \text{ nm}$.

On peut ainsi résoudre le système d'équation $\{(3.II.1) ; (3.II.10)\}$, à deux inconnues L et θ . La résolution graphique de ce système est illustrée figure 3-14. On rappelle notre hypothèse sur le fluctuateur : $V = t \cdot L^2$.

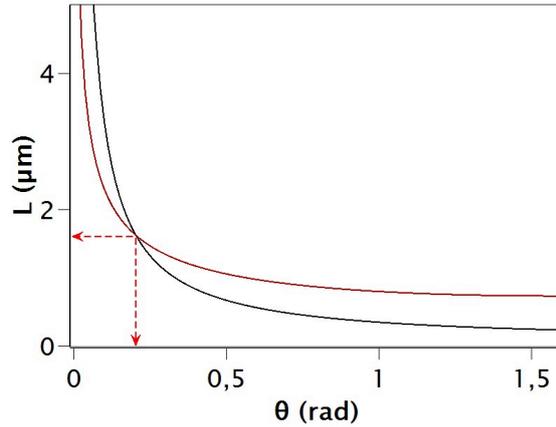


Figure 3-14 : Résolution graphique pour le fluctuateur RTN a . La courbe rouge découle de l'équation (3.II.1), la courbe noire de l'équation (3.II.10).

On trouve ainsi, pour RTN a , une taille de caractéristique L_a de $1,6 \mu\text{m}$ pour un angle θ_a d'environ $0,22 \text{ rad}$ (57°), ce qui est équivalent à un déplacement de paroi d'une distance l_a , soit d'environ 7% de L_a .

La résolution graphique s'effectue de même pour tout fluctuateur RTN observé et suffisamment stable pour être observé sur une gamme mesurable de champs de piégeage. En effet pour de nombreux fluctuateurs, la gamme de stabilité identifiable n'excède pas le microtesla, ce qui rend leur contrôle via une bobine de piégeage compliqué et nécessiterait un dispositif plus précis. Le cas d'un second fluctuateur (RTN b) observé pour le même capteur GMR, sur une autre gamme de piégeage, est présenté sur la Figure 3-15. On trouve cette fois-ci, pour RTN b , une taille de caractéristique L_b de $0,48 \mu\text{m}$ pour un angle θ_b d'environ $2,35 \text{ rad}$ (135°), ce qui est équivalent à un déplacement de paroi d'une distance l_b , soit d'environ 75% de L_b .

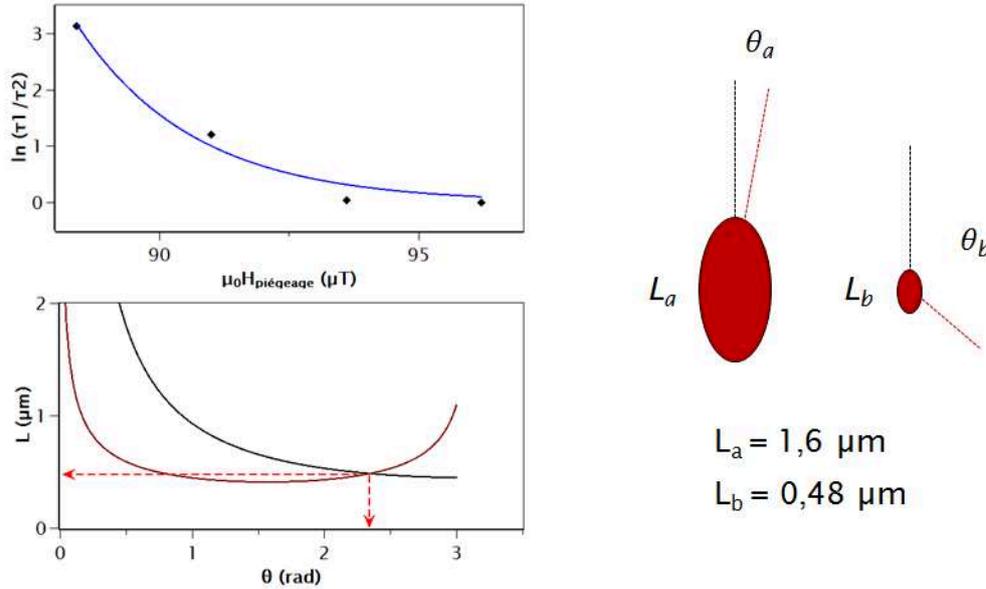


Figure 3-15 : Etude d'un autre fluctuateur (RTN *b*) (gauche) du même barreau GMR. La courbe bleue est la régression linéaire issue de l'équation (3.II.9). La courbe rouge découle de l'équation (3.II.1) et la courbe noire de l'équivalent de l'équation (3.II.10) pour RTN *b*, avec $2M_s V_b \sin^2(\theta_b/2) \cdot (k_B T)^{-1} = 38 \text{ mT}^{-1}$. Schéma avec taille relative des deux fluctuateurs RTN *b* et RTN *a* (droite).

Moins d'une dizaine de fluctuateurs ont été caractérisés, dans différents capteurs GMR, pour des tailles typiques calculées allant de quelques centaines de nanomètres à moins de $2 \mu\text{m}$ au maximum. Les angles θ peuvent prendre a priori toutes les valeurs entre 0 et π . On notera qu'avec des écarts en énergie de l'ordre de $k_B T$, ces fluctuateurs sont extrêmement sensibles à des champs magnétiques, même faibles de l'ordre du microtesla. Ainsi, la suppression du RTN magnétique, et sous certaines hypothèses du bruit en $1/f$ magnétique, peut être reliée au comportement dépendant du champ de l'ensemble des fluctuateurs magnétiques du système.

3) Compléments d'interprétation et perspectives

a) Visualiser les défauts magnétiques : autres méthodes

D'autres analyses et expériences complémentaires ont été menées en parallèle des travaux présentés ci-dessus. L'observation des capteurs GMR au MFM a été réalisée. La pointe magnétique du MFM est initialement aimantée perpendiculairement au plan du capteur, elle est donc sensible aux gradients des champs de fuite dans cette direction. Différents échantillons de capteurs GMR ont été ensuite mesurés et les images obtenues sur deux de ces capteurs (stack 1 et stack 2) sont présentées sur la Figure 3-16. Deux constats principaux viennent compléter l'interprétation attribuant le RTN magnétique à la présence de défauts magnétiques dans la GMR. Tout d'abord, on note la présence de zones localisées, de tailles caractéristiques de l'ordre de quelques centaines de nanomètres ou du micromètre,

pour lesquelles on a un contraste significatif perpendiculairement au plan du capteur. On peut rapprocher cette observation de l'existence de parois de domaines de Bloch, de grains d'anisotropie plus faible (mal cristallisés, mal orientés) s'orientant facilement dans le champ rayonné par la pointe MFM ou alors de joints de grains avec une configuration micromagnétique plus sensible au champ de la pointe.

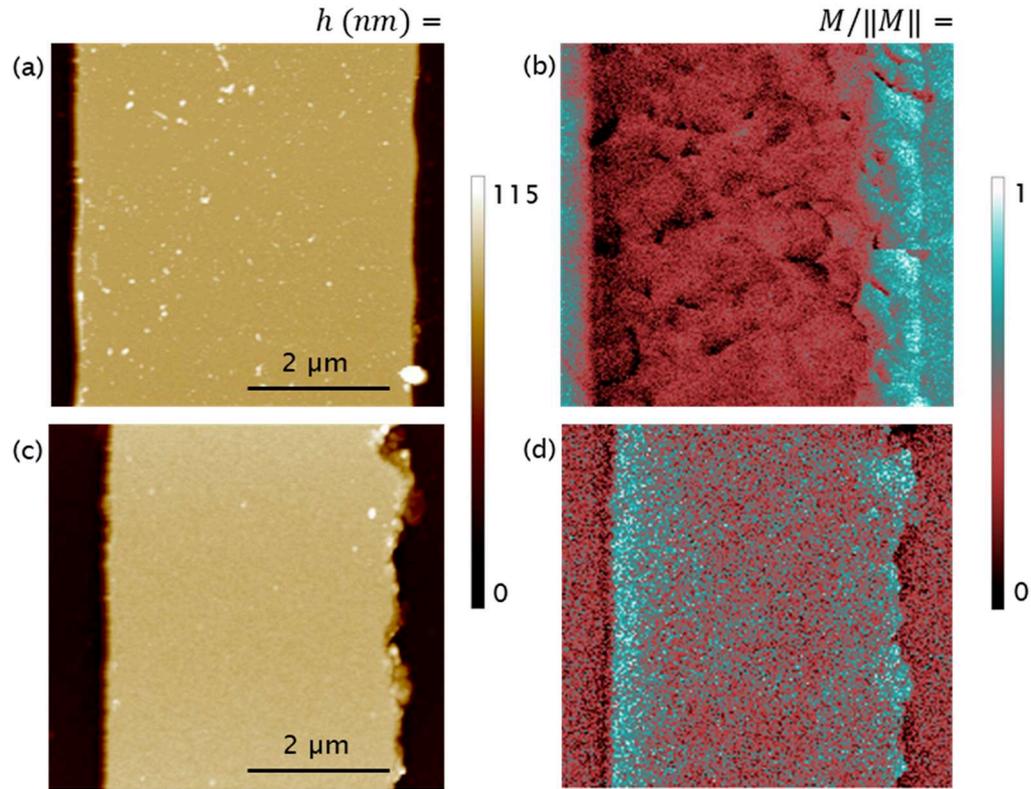


Figure 3-16 : Images MFM de deux capteurs GMR. (a) Image topographique d'un barreau de 5 μm , stack 1. (b) Image magnétique, mode « lift », du barreau stack 1. (c) Image topographique d'un barreau de 4 μm , stack 2, $t_{Ru} = 1,9$ nm. (d) Image magnétique, mode « lift », du barreau stack 2. Les échelles des images topographiques et magnétiques voient leur minimum fixé à zéro et sont normalisées par leur valeur maximale. L'intérêt de l'observation est ici essentiellement qualitatif.

Le second constat qui peut être fait, et on le voit bien sur la Figure 3-16, est la différence de densité surfacique de ces défauts entre un capteur GMR non piégé et présentant du RTN magnétique (stack 1) et un capteur fortement piégé intrinsèquement (couplage RKKY d'environ 8 mT sur un stack 2, soit nettement au-delà de l'optimum). Comme on pouvait s'y attendre pour le capteur non piégé, sur une zone d'environ $5 \times 5 \mu\text{m}^2$, on dénombre plusieurs dizaines de défauts, c'est-à-dire autant de candidats potentiels pour produire du bruit magnétique en fluctuant. En revanche, pour le capteur fortement piégé, très peu de zones présentant significativement ces forts contrastes caractéristiques des défauts sont observées, à l'exception de quelques rares cas, souvent localisées sur les bords du barreau. Pour ce second cas, l'hypothèse de la disparition des fluctuateurs

magnétiques sous l'effet d'un piégeage suffisant semble probable. Le cas de deux capteurs du stack 1 de largeurs (i.e., d'anisotropies de forme) différentes sera comparé dans le Chapitre 4. Des simulations réalisées sur le logiciel de simulation micromagnétique OOMMF (Annexe I), pour ces deux cas, vont également dans le même sens (voir Chapitre 4).

b) Perspectives

En guise de perspectives à ce premier travail, j'évoque ici brièvement trois axes d'étude de notre laboratoire qui peuvent s'appuyer ou s'inspirer des résultats présentés dans ce chapitre.

i. Jonctions tunnel magnétiques

L'utilisation de capteurs TMR peut se révéler intéressant pour certaines applications, de par leur sensibilité élevée ou de leur résistance indépendante de la taille et de la forme par rapport aux GMR. En effet, la résistance d'un capteur TMR est fixée par l'épaisseur de sa barrière isolante. Les dimensions latérales peuvent donc être réduites fortement tout en conservant une résistance du capteur suffisamment élevée³⁰⁻³². L'une des contraintes principales des capteurs TMR est leur niveau de bruit, électrique mais aussi magnétique, très élevé aux basses fréquences. Des résultats préliminaires, réalisés pendant l'étude précédente nous ont permis de montrer que la même physique s'exerçait et qu'il était possible, par le piégeage de jouer sur des fluctuateurs magnétiques et ainsi de réduire fortement le bruit de mesure.

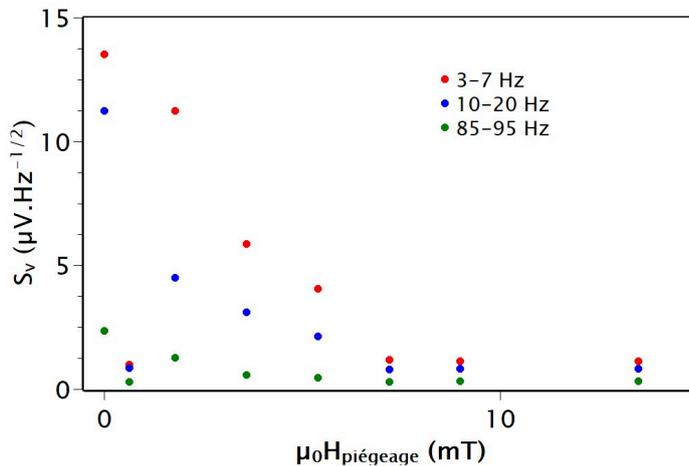


Figure 3-17 : Mesure de piégeage sur un capteur TMR de test. Stack TMR utilisé : Ta (5) / CuN (10) / Ta (5) / Ru (2) / Co₇₀Fe₃₀ (1,5) / Ru (0,85) / Co₄₀Fe₄₀B₂₀ (1,4) / MgO (3,2) / Co₄₀Fe₄₀B₂₀ (2,6) / Ta (0,1) / Co₇₀Fe₃₀ (1) / Ni₈₁Fe₁₉ (12) / Ta (5) / Cu (5) / Ru (5). Géométrie de l'échantillon : 4 plots TMR de 5 μm de diamètre. Tension d'alimentation de 500 mV. Diminution du bruit magnétique avec l'intensité du champ de piégeage.

L'une des limitations majeures des performances des TMR comme capteurs est la présence d'une forte hystérésis dans leur réponse magnétorésistive. Celle-ci nécessite un champ de piégeage plus fort que les GMR (autour de 10 mT) pour être compensée. En effet le recuit de cristallisation de la barrière nécessaire à l'obtention d'un grand ratio TMR induit aussi des anisotropies magnétocristallines importantes. Parmi les pistes de réduction de bruit pour améliorer la mesure TMR, indépendamment d'une amélioration du stack TMR, on peut envisager de coupler une stratégie de piégeage³³ (relativement fort donc) pour supprimer le bruit magnétique avec une méthode de modulation^{8,14} pour supprimer le bruit électrique et améliorer *in fine* la détectivité du capteur. L'augmentation de la fréquence de modulation au-delà du MHz typiquement a notamment été l'un des enjeux d'un travail de collaboration avec une équipe du CNRS-Thalès. Un résumé de ce travail, basé sur des nano-oscillateurs à transfert de spin et reposant sur la génération d'un état « vortex » de l'aimantation dans un pilier TMR (STVO pour *Spin-Torque Vortex Oscillator*) est proposé en Annexe V.

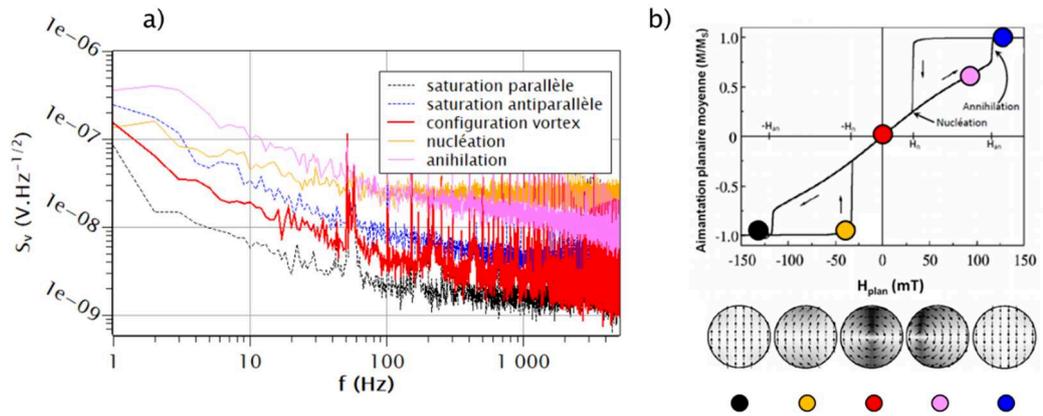


Figure 3-18 : Dépendance du bruit à basse fréquence mesurée sur un oscillateur TMR à base de vortex (a). Mise en perspective par rapport à la réponse classique en champ du STVO d'après Locatelli *et al.*³⁴.

ii. Exemple d'application possible : la sonde GMR 3D

L'amélioration de la détectivité des GMR peut cette fois-ci trouver une application dans la mesure 3D de champ magnétique. Un dispositif appelé « sonde 3D » est en cours de développement au laboratoire^{35,36}. Le but est d'avoir plusieurs capteurs, orientés dans différentes directions et sur une même sonde, afin de réaliser des mesures quantitatives des trois composantes du champ, le tout avec une hauteur contrôlée de quelques centaines à quelques dizaines de micromètres entre la pointe et l'échantillon. L'échantillon est déplacé durant le scan, sur les trois axes x, y (plan de scan) et z (contrôle de la hauteur asservi) grâce à un moteur. Des bobines d'excitation peuvent être placées de part et d'autre du montage afin de pouvoir sonder la susceptibilité magnétique de l'échantillon (voir Chapitre 5). La Figure 3-19 illustre ce dispositif expérimental ainsi que deux exemples de mesure de champ

magnétique. L'utilisation de capteurs GMR avec piégeage optimisé permet d'envisager l'imagerie de champ, par ce dispositif, d'échantillons faiblement magnétiques avec une meilleure répétabilité.

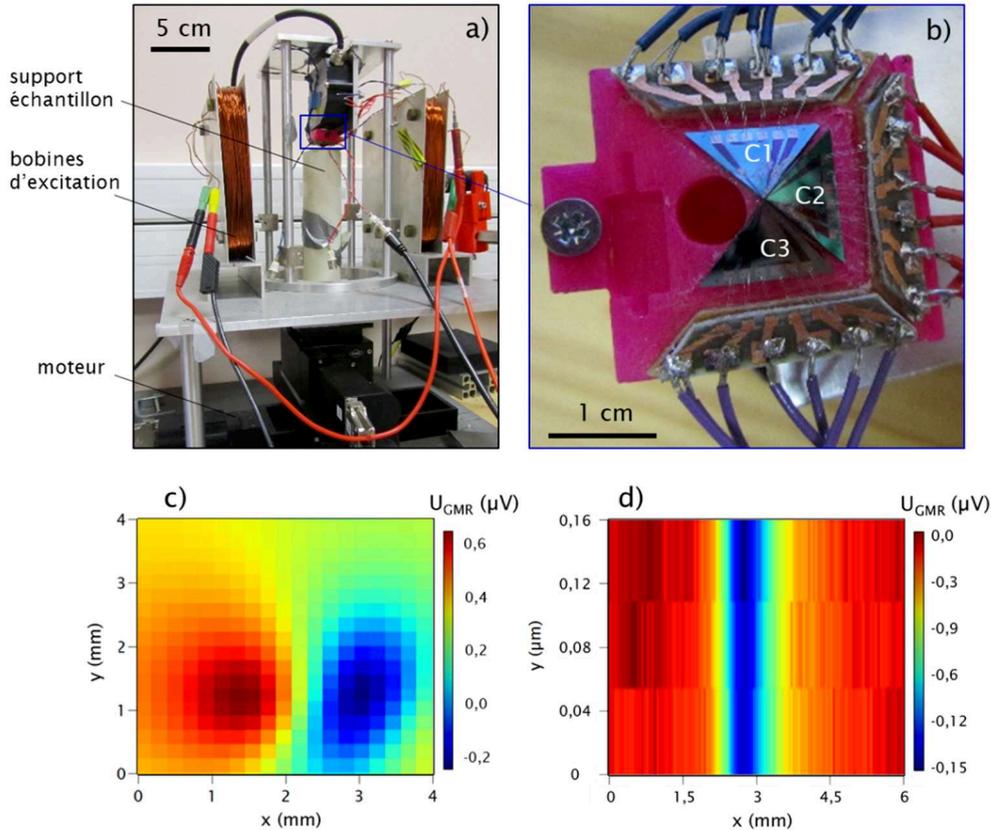


Figure 3-19 : (a) Photographie du dispositif de mesure « sonde 3D ». (b) Photographie de la sonde, elle-même dotée de trois capteurs GMR : C1, C2 et C3. (c) Exemple d'image magnétique brute d'un micro-aimant réalisée avec le dispositif à une distance d'environ 300 μm de l'échantillon par le capteur C1 alimenté à 200 mV. (d) Image brute d'une ligne conductrice, traversée par un courant de 50 mA par le capteur C1 alimenté à 200 mV et à une distance de 300 μm de l'échantillon.

iii. Stratégies de linéarisation

Le lien entre la présence d'une hystérésis et l'utilisation d'un piégeage magnétique ou d'une anisotropie a déjà été évoqué à plusieurs reprises dans ce chapitre. Une autre approche de l'utilisation d'un champ de piégeage est de le considérer comme un outil pour linéariser la réponse du capteur ¹². Plus le piégeage est grand, plus l'hystérésis se referme et plus la réponse du capteur est linéaire. On peut montrer que la zone optimale de piégeage décrite dans la Figure 3-5 précédemment dans ce chapitre correspond aux valeurs de piégeages à peine plus grandes que la valeur minimale nécessaire pour refermer complètement l'hystérésis du capteur (et donc de réduire au maximum le bruit magnétique par la même occasion).

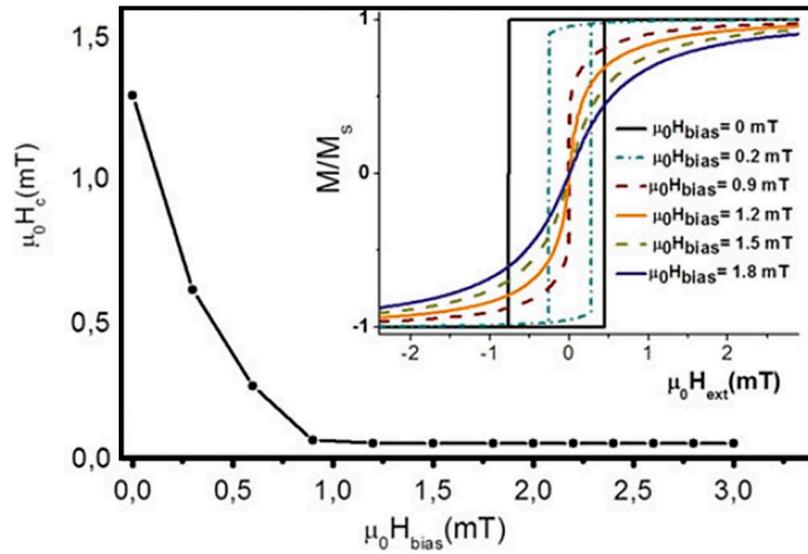


Figure 3-20 : Linéarisation de la réponse d'un capteur par application d'un champ de piégeage externe H_{bias} d'après Silva *et al.*¹². Simulation macrospin de la dépendance du champ coercitif H_c (caractéristique de l'ouverture de l'hystérésis de la réponse) en fonction de H_{bias} . Evolution de l'allure de la réponse (miniature) : réponse hystérique sans piégeage et réponse linéaire lorsque le piégeage est suffisamment fort.

Une autre stratégie, proche de ces méthodes de piégeage, consiste à empiler plusieurs capteurs GMR au sein d'un même stack. Au-delà d'un certain nombre de répétition d'une même GMR dans le stack (typiquement 5 répétitions), ces capteurs présentent une réponse linéaire en champ ainsi qu'une certaine robustesse au RTN magnétique. Le « piégeage » est dans ce cas précis appliqué par l'action du champ dipolaire interne au stack entre les couches libres et dépendant du nombre de répétition dans la multi-GMR²³.

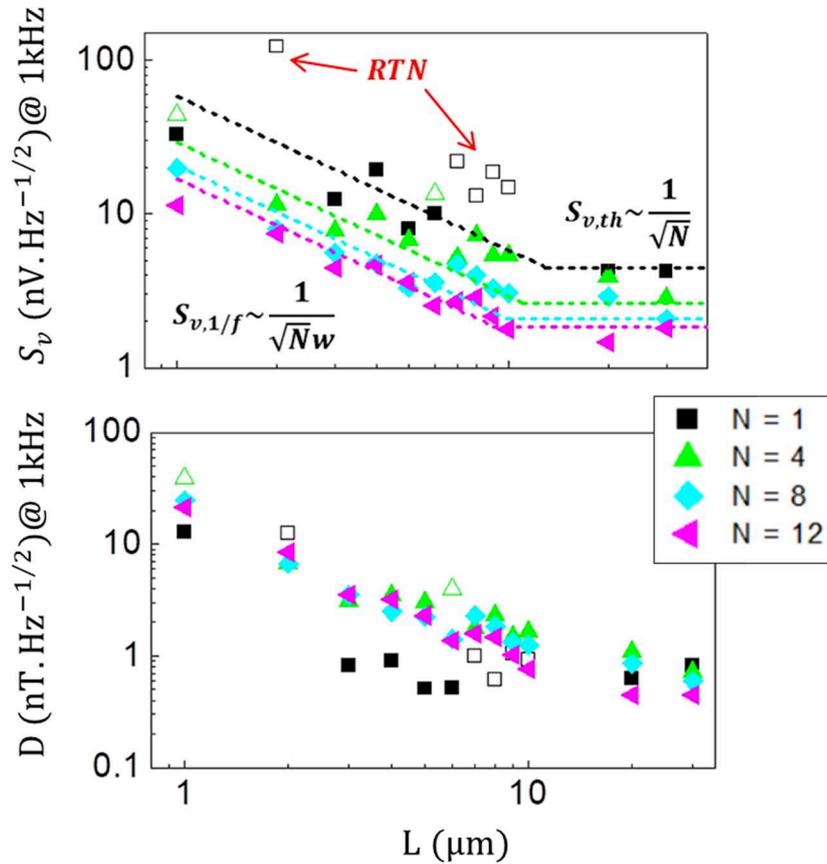


Figure 3-21: Evolution du niveau de bruit (haut) et de la détectivité (bas) à 1 kHz pour différents multi-GMR, en fonction de la largeur L du capteur d'après Torrejon *et al.*²³. N est le nombre de répétition de la simple vanne de spin dans le stack.

Dans ce troisième chapitre nous nous sommes concentrés sur une méthode d'amélioration de la réponse du capteur (détectivité, répétabilité), à savoir la réduction du bruit d'origine magnétique. Deux intérêts (outre l'amélioration de la détectivité) de cette méthode par piégeage du capteur magnétorésistif sont à ne pas négliger. Premièrement, cette méthode permet, en plus de réduire le bruit, de moduler la gamme de linéarité de la réponse du capteur et donc de pouvoir l'adapter à l'échantillon mesuré. Deuxièmement, la possibilité de combiner librement trois stratégies différentes rend également cette méthode versatile. La (ou les) stratégies à adopter peuvent ainsi être adaptées à telle ou telle application. Pour notre application de microscopie, si des nanocapteurs GMR sont utilisés pour gagner en résolution spatiale, alors ces capteurs présenteront par construction un bruit magnétique réduit et une gamme de linéarité plus grande. Le Chapitre 4 est dédié à la fabrication et à la caractérisation de ces nano-GMR.

En bref

- Développement d'une méthode de réduction du bruit magnétique dans les capteurs GMR basée sur des techniques de linéarisation
- Gain de la méthode et stratégies à mettre en œuvre pour l'employer
- Interprétation physique des phénomènes mis en jeu.
- Détermination expérimentale des paramètres physiques des défauts magnétiques à l'origine du bruit de mesure.

Bibliographie

1. Raquet, B. Electronic Noise in Magnetic Materials and Devices. in *Spin Electronics* (eds. Ziese, M. & Thornton, M. J.) vol. 569 232–273 (Springer Berlin Heidelberg, 2001).
2. Fermon, C. & Pannetier-Lecoecur, M. Noise in GMR and TMR sensors. in *Giant Magnetoresistance (GMR) Sensors* (2013). doi:10.1007/978-3-642-37172-1_3.
3. Zhou, Y., Zhu, J.-G. & Kim, N. Thermally excited ferromagnetic resonance as diagnostic tool for spin valve heads. *J. Appl. Phys.* **93**, 8579–8581 (2003).
4. Wittrock, S. *et al.* Low offset frequency $1/f$ flicker noise in spin-torque vortex oscillators. *Phys. Rev. B* **99**, 235135 (2019).
5. Wisniowski, P., Almeida, J. M. & Freitas, P. P. $1/f$ Magnetic Noise Dependence on Free Layer Thickness in Hysteresis Free MgO Magnetic Tunnel Junctions. *IEEE Trans. Magn.* **44**, 2551–2553 (2008).
6. Fermon, C., Pannetier-Lecoecur, M., Biziere, N. & Cousin, B. Optimised GMR sensors for low and high frequencies applications. *Sens. Actuators Phys.* **129**, 203–206 (2006).
7. Guerrero, R. *et al.* Low frequency noise in arrays of magnetic tunnel junctions connected in series and parallel. *J. Appl. Phys.* **105**, 113922 (2009).
8. Pannetier-Lecoecur, M., Solignac, A., Trauchessec, V. & Fermon, C. System and Method for the Suppression of Low-Frequency Noise from Magnetoresistive Sensors with Tunnel Magnetoresistance. (2018).
9. Trauchessec, V. *Local magnetic detection and stimulation of neuronal activity.* (Paris Saclay, 2017).

10. Hardner, H. T., Weissman, M. B., Salamon, M. B. & Parkin, S. S. P. Fluctuation-dissipation relation for giant magnetoresistive 1/f noise. *Phys. Rev. B* **48**, 16156–16159 (1993).
11. Hardner, H. T., Hurben, M. J. & Tabat, N. Noise and magnetic domain fluctuations in spin-valve GMR heads. *IEEE Trans. Magn.* **35**, 2592–2594 (1999).
12. Silva, A. V. *et al.* Linearization strategies for high sensitivity magnetoresistive sensors. *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* **72**, 10601 (2015).
13. Huang, L. *et al.* Noise suppression and sensitivity manipulation of magnetic tunnel junction sensors with soft magnetic Co_{70.5}Fe_{4.5}Si₁₅B₁₀ layer. *J. Appl. Phys.* **122**, 113903 (2017).
14. Wisniowski, P. *et al.* Reduction of low frequency magnetic noise by voltage-induced magnetic anisotropy modulation in tunneling magnetoresistance sensors. *Appl. Phys. Lett.* **105**, 082404 (2014).
15. Mazumdar, D. *et al.* Low frequency noise in highly sensitive magnetic tunnel junctions with (001) MgO tunnel barrier. *Appl. Phys. Lett.* **91**, 033507 (2007).
16. Ozbay, A. *et al.* Low frequency magnetoresistive noise in spin-valve structures. *Appl. Phys. Lett.* **94**, 202506 (2009).
17. Chen, J. Y., Carroll, N., Feng, J. F. & Coey, J. M. D. Yoke-shaped MgO-barrier magnetic tunnel junction sensors. *Appl. Phys. Lett.* **101**, 262402 (2012).
18. Bruno, P. Theory of interlayer magnetic coupling. *Phys. Rev. B* **52**, 411–439 (1995).
19. Bruno, P. & Chappert, C. Oscillatory coupling between ferromagnetic layers separated by a nonmagnetic metal spacer. *Phys. Rev. Lett.* **67**, 1602–1605 (1991).
20. Lacheisserie, É. D. T. de. *Magnétisme*. (EDP Sciences, 2012).
21. Moulin, J. *et al.* Optimizing magnetoresistive sensor signal-to-noise via pinning field tuning. *Appl. Phys. Lett.* **115**, 122406 (2019).
22. Chang, H. & Burns, J. Demagnetizing and Stray Fields of Elliptical Films. *J. Appl. Phys.* **37**, 3240–3245 (1966).
23. Torrejon, J. *et al.* Multiple Giant-Magnetoresistance Sensors Controlled by Additive Dipolar Coupling. *Phys. Rev. Appl.* **13**, 034031 (2020).
24. Osborn, J. A. Demagnetizing Factors of the General Ellipsoid. *Phys. Rev.* **67**, 351–357 (1945).

25. Barbieri, F. *et al.* Local recording of biological magnetic fields using Giant Magneto Resistance-based micro-probes. *Sci. Rep.* **6**, 39330 (2016).
26. Guitard, P. A. *et al.* Local nuclear magnetic resonance spectroscopy with giant magnetic resistance-based sensors. *Appl. Phys. Lett.* **108**, 212405 (2016).
27. Soares, R. *et al.* Go with the flow: advances and trends in magnetic flow cytometry. *Anal. Bioanal. Chem.* (2019) doi:10.1007/s00216-019-01593-9.
28. Xiao, M., Klaassen, K. B., van Peppen, J. C. L. & Kryder, M. H. Extra-low-frequency noise in giant magnetoresistance recording heads. *J. Appl. Phys.* **85**, 5855–5857 (1999).
29. Jiang, L. *et al.* Low-frequency magnetic and resistance noise in magnetic tunnel junctions. *Phys. Rev. B* **69**, 054407 (2004).
30. Ikeda, S. *et al.* Perpendicular-anisotropy CoFeB-MgO based magnetic tunnel junctions scaling down to 1X nm. in *2014 IEEE International Electron Devices Meeting* 33.2.1-33.2.4 (2014). doi:10.1109/IEDM.2014.7047160.
31. Sato, H. *et al.* Comprehensive study of CoFeB-MgO magnetic tunnel junction characteristics with single- and double-interface scaling down to 1X nm. in *2013 IEEE International Electron Devices Meeting* 3.2.1-3.2.4 (2013). doi:10.1109/IEDM.2013.6724550.
32. Park, C. *et al.* Systematic optimization of 1 Gbit perpendicular magnetic tunnel junction arrays for 28 nm embedded STT-MRAM and beyond. in *2015 IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM)* 26.2.1-26.2.4 (2015). doi:10.1109/IEDM.2015.7409771.
33. Montebianco, E. *et al.* MTJ based magnetic sensors, low frequency noise correction factor. (*en preparation*).
34. Locatelli, N. Dynamique par transfert de spin et synchronisation d'oscillateurs couplés à base de vortex magnétiques. (2012).
35. Hadadeh, F., Solignac, A., Pannetier-Lecoeur, M., Sergeeva-Chollet, N. & Fermon, C. 3D Magnetic Imaging With GMR Sensors. *IEEE Sens. J.* **19**, 10403–10408 (2019).
36. Hadadeh, F. 3D Probe for Magnetic Imaging and Non-destructive Testing. <http://www.theses.fr> (Université Paris-Saclay (ComUE), 2018).

Chapitre 4 :

Nanocapteurs magnétorésistifs

« La taille importe peu... Regarde-moi. Est-ce par la taille que tu dois me juger ? »

Maître Yoda (Frank Oz), *Star Wars : Episode V*, 1980.

Chapitre 4 :	Nanocapteurs magnétorésistifs.....	105
I)	« Etat de l'art » : procédé standard de fabrication des GMR.....	110
1)	Le procédé.....	110
a)	Gravure.....	110
b)	Dépôt de matière.....	110
c)	Lithographie optique.....	111
d)	Protocole de fabrication des microcapteurs GMR.....	113
II)	Nanofabrication.....	116
1)	Fabriquer des nanocapteurs GMR.....	117
a)	Lithographie électronique.....	117
b)	Anthologie des échecs constructifs : stratégies non-retenues.....	118
c)	Déroulement du nouveau procédé.....	123
2)	Images, défauts et contraintes des nano-GMR.....	125
a)	Premières observations.....	125
b)	Contraintes spécifiques aux nanocapteurs GMR.....	127
III)	Caractérisation.....	129
1)	Performances.....	129
a)	Réponse magnétique des nano-GMR.....	129
b)	Densité spectrale de bruit.....	130
c)	Défectivité.....	132
2)	Défauts dans les nano-GMR.....	135
	Bibliographie.....	142

Figure 4-1 : Principes comparés des méthodes de dépôt par voie physique (PVD) par pulvérisation (gauche) et par évaporation (droite).....111

Figure 4-2 : Exemples de masques d'échantillons GMR pour la lithographie optique. GMR de rapport d'aspect 1 : 50 et de largeur L de 1 μm à 30 μm (gauche). Masque pour une sonde GMR (droite). Les étapes définissant les motifs des GMR (rouge), des contacts (bleu) et de la passivation (vert) sont présentés.....113

Figure 4-3 : Plaque de test portant plusieurs lots d'échantillons GMR. Exemple d'un lot de capteurs GMR pour tester les performances en fonction de la taille, à rapport d'aspect constant, et basé sur le masque de gauche de la Figure 4-2.....113

Figure 4-4 : Premières étapes clés du procédé standard de microfabrication des capteurs GMR. a) Dépôt du stack GMR par pulvérisation cathodique. b) Enrésinement. c) Exposition (lithographie optique). d) Développement du motif. e) Gravure ionique. f) Lithographie optique et dépôt des contacts par évaporation. Usuellement, une étape de passivation (dépôt d'un isolant de protection par pulvérisation) est réalisée pour protéger les capteurs.115

Figure 4-5 : Principes comparés des méthodes de lithographie parallèle (gauche), comme la lithographie optique, et séquentielle (droite), comme les lithographies laser et électronique. On note l la résolution typique de chaque méthode. Pour les lithographies optique et laser, l est de l'ordre de 1 μm . l est d'environ 10 nm en lithographie électronique. Usuellement, en lithographie optique, l'insolation de la résine s'effectue à travers un masque physique (verre chromé). En lithographie électronique ou laser, c'est plutôt le faisceau qui se déplace pour définir le motif d'un masque « virtuel ». Dans le premier cas, la résolution dépend du masque, du contact et de la résine. Dans le second cas, le principal facteur limitant est le faisceau (électronique ou laser) et sa qualité de focalisation, mais aussi la résine.118

Figure 4-6 : Etapes supplémentaires d'un procédé de nanofabrication par la méthode « directe ». Les étapes δ_i) remplacent les étapes de b) à e) du procédé standard. δ_1) Exposition (lithographie électronique). δ_2) Développement des motifs. δ_3) Gravure ionique (nano-GMR).119

Figure 4-7 : Etapes supplémentaires d'un procédé de nanofabrication par la méthode « négative ». Les étapes η_i) remplacent les étapes de a) à e) du procédé standard. η_1) Exposition (lithographie électronique). η_2) Développement des motifs (puits de résine). η_3) Dépôt GMR par-dessus la résine. η_4) Lift off de la résine, révélation des motifs nano-GMR.120

Figure 4-8 : Etapes supplémentaires d'un procédé de nanofabrication par la méthode « masque physique ». Les étapes φ_i) remplacent les étapes de b) à e) du procédé standard. φ_1) Définition d'un masque « physique » (Ti, SiO₂...) par lithographie électronique et dépôt). φ_2) Gravure ionique autour du masque. φ_3) Retrait du masque : gravure chimique, ou potentiellement durant la gravure φ_2 avec un suivi en spectrométrie de masse par exemple.....121

Figure 4-9 : Le stack test n°3. Allure de la courbe de réponse , normalisée par sa valeur maximale et ramenée à une valeur minimale de 0, en fonction de la taille. La microfabrication est réalisée par le procédé standard (*std*).....122

Figure 4-10 : Résultats comparés de tests préliminaires, en taille micron, des méthodes transposables a priori pour la réalisation de nano-GMR. Comparaison de quelques paramètres fondamentaux de chaque lot.123

Figure 4-11 : Etapes supplémentaires du procédé de nanofabrication des capteurs GMR. Les nouvelles étapes n_i s'intercalent entre les étapes e) et f) du procédé de microfabrication standard. n_1) Enrésinement et exposition en lithographie électronique. n_2) Développement des rectangles d'amincissement. n_3) Amincissement des GMR par gravure ionique, obtention de nano-GMR.124

Figure 4-12 : Focus sur l'étape d'amincissement des GMR. Portion du masque (numérique) avec étape d'amincissement (rouge foncé) superposée aux étapes gravure GMR (rouge) et contacts (bleu). Le masque virtuel (gauche) est mis en regard avec les images en microscopie optique du procédé après la lithographie (centre) et après gravure des rectangles d'amincissement (droite).125

Tableau 4-2 : Protocole de fabrication des nano-GMR. Etape détaillée de la nanofabrication intégrée au procédé de microfabrication standard des GMR.125

Figure 4-13 : Lot de nanocapteurs GMR. (Gauche) Puce collée et connectée sur un support QFN. (Centre) Zone centrale observée au microscope optique, de l'échantillon pour les mesures tests de capteurs de 2 μm , 1 μm , 800 nm, 600 nm, 400 nm, 200 nm, 100 nm et 50 nm dans le sens horaire (Droite) Image au microscope électronique à balayage d'un nanocapteur GMR de 200 nm de large.126

Figure 4-14 : Contrôle de la largeur et de l'épaisseur d'un barreau nano-GMR au MEB. Inclinaison du support échantillon à 45° d'angle pour mesurer la valeur projetée de l'épaisseur dans le plan d'observation.127

Figure 4-15 : Principales sources d'ESD en micro et nanoélectronique (gauche). Eléments de circuit pour une protection basique contre les décharges électrostatiques, intégrés au pont de Wheatstone (cas d'une mesure de bruit typique).128

Figure 4-16 : Réponse normalisées, pour comparaison visuelle de la sensibilité, pour les capteurs d'un lot de nano-GMR (stack 1') de différentes largeurs à même rapport d'aspect (1 : 10).129

Figure 4-17 : Evolution de la sensibilité des capteurs GMR (stack 1') autour du micron pour 3 lots de tailles caractéristiques : 100 nm à 2 μm et 3 lots de 1 μm à 10 μm . L'ajustement (courbe rouge) est réalisé selon le modèle macrospin.130

Figure 4-18 : Mesure du paramètre α de Hooge pour des capteurs simple vanne de spin du stack 1'. Chaque point expérimental représente un capteur GMR (mesuré en moyenne 3 fois). En rouge (triangles) sont représentés les mesures selon le procédé standard pour des largeurs supérieures au micron. En bleu (triangles) sont représentés les capteurs selon ce même procédé mais saturés par un champ (bruit magnétique supprimé). Enfin, en vert sont représentés les nanocapteurs réalisés selon le procédé de nanofabrication par amincissement. L'ajustement sur la loi de Hooge est réalisé sur les mesures des nano-GMR en excluant les capteurs de 100 nm. L'erreur de mesure sur chaque point est de l'ordre de la taille du symbole et n'est donc pas représentée sur ce graphique pour des raisons de lisibilité.132

- Figure 4-19 : Courbes de détectivité comparées pour des capteurs magnétorésistifs réalisés par amincissement (stack 1').....134
- Figure 4-20 : Détectivités à 30 Hz en fonction de la largeur de la GMR pour deux catégories de capteurs réalisés par amincissement : vanne de spin (stack 1') en rouge et vanne de spin avec piégeage interne de la couche libre (stack 2') en bleu. Les deux courbes d'ajustement sont basées sur la loi de Hooge et le modèle macrospin (eq. 4.III.2 et 4.III.3). L'erreur de mesure sur chaque point est de l'ordre de la taille du symbole et n'est donc pas représentée sur ce graphique pour des raisons de lisibilité.....135
- Tableau 4-3 : Détectivités moyennes obtenues pour différentes tailles de capteurs amincis réalisés avec le stack 1'.....135
- Figure 4-21 : Observation au MFM de deux capteurs micro-GMR (stack 1) de 7 μm (haut) et 1 μm (bas) de large respectivement. Les images topographiques (gauche) et magnétiques (droite) sont représentées. La pointe MFM est polarisée verticalement par rapport au plan du capteur.136
- Figure 4-22 : Exemples expérimentaux de courbes de réponse pour des nanocapteurs GMR (stack 1) obtenus par amincissement. Observation de la présence de « sauts » d'amplitude et position en champ variant selon la taille du capteur.137
- Figure 4-23 : Mise en perspective de la courbe de réponse mesurée d'un nanocapteur GMR de 100 nm réalisé par amincissement avec une simulation micromagnétique (OOMMF) d'un capteur aminci témoin de même géométrie et modélisé en première approximation par le comportement de sa couche libre. La GMR est approximée dans le cadre de la simulation à une couche de NiFe de 5 nm d'épaisseur pour une discrétisation de l'aimantation en éléments de 10 nm. Des explications complémentaires sont données en Annexe I.....138
- Figure 4-24: Aimantation (normalisée par rapport à l'aimantation à saturation) simulée pour différentes largeurs de barreaux de NiFe soumis à un champ magnétique variant entre -30 mT et +30 mT. L'épaisseur de la couche de NiFe est fixée à 5 nm. L'aimantation du barreau est discrétisée en éléments de 20 nm. Le rapport d'aspect entre la largeur et la longueur de chaque barreau vaut 1 : 10.139
- Figure 4-25 : Influence de la présence de défauts (portions non magnétiques en rouge) dans le barreau (rectangle noir) sur l'apparition de sauts dans la courbe de réponse des nanocapteurs. Les zones identifiées (cercles colorés) sont celles dans lesquelles le comportement de l'aimantation est désolidarisée du reste du barreau et qui sont responsables de l'apparition de sauts. Chaque barreau présente des dimensions de 200 nm \times 2 μm pour une épaisseur de 5 nm de NiFe pour une taille de discrétisation de l'aimantation de 20 nm. Pour une meilleure lisibilité, les distributions d'aimantation présentées (simulations OOMMF : inserts en dessous de chaque courbe) sont moyennées localement par rapport à la discrétisation effective de la simulation. Le champ magnétique est appliqué de +30 mT vers -30 mT. a) Barreau sans défauts : les sauts sont dus aux effets de bord. b) et c) Barreau avec un défaut unique (fissure ou trou) proche d'une extrémité : apparition d'un second saut dû à la zone délimitée par le défaut et le bord le plus proche. d) Barreau présentant de multiples défauts.140

I) « Etat de l'art » : procédé standard de fabrication des GMR

Avant d'aborder en détail les problématiques de fabrication des nanocapteurs GMR, il convient de se familiariser dans un premier temps avec les techniques de microfabrication nécessaires pour développer de façon standard des capteurs de taille caractéristique supérieure au micromètre.

1) Le procédé

La fabrication des capteurs GMR repose sur un certain nombre de techniques (de dépôt, de gravure...) articulées entre elles par des étapes de lithographie. Les tailles caractéristiques étant suffisamment grandes, on se base ici sur des techniques de lithographie optique UV (ou bien parfois sur de la lithographie laser).

a) Gravure

La gravure ionique (Ion Beam Etching ou IBE) consiste en l'attaque physique du substrat par des espèces ioniques contenues dans un gaz ou un plasma. Lors d'une gravure physique, un plasma est généré dans la chambre de gravure et les ions sont accélérés par un champ électrique et bombardent la surface du substrat (à graver). L'effet de gravure est produit par l'action physique du flux d'ions incident. Pour des énergies comprises entre 10 eV et 5000 eV, de la matière est éjectée par le flux d'ions. Au-delà, un risque d'implantation ionique dans le substrat (dopage) est présent. Pour que le mouvement des ions soit balistique, c'est-à-dire que ceux-ci se propagent en ligne droite vers le substrat, il est important de travailler à basse pression, typiquement 10^{-4} mbar. Ce type de gravure est anisotrope et peu sélectif chimiquement. L'avancée de l'étape de gravure peut être contrôlé par un SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometer) lorsqu'une plus grande précision est requise, comme par exemple dans le cas de la gravure de l'espaceur isolant d'une TMR.

b) Dépôt de matière

Les techniques de dépôt utilisées dans nos protocoles sont des techniques dites « physiques » (Physical Vapor Deposition ou PVD) ^{1,2}. Dans le cas général, le substrat est mis en contact avec un gaz porteur. Certaines des espèces contenues dans le gaz s'adsorbent à la surface du substrat et vont former une couche qui constitue le dépôt.

i. Evaporation (contacts)

Le matériau à déposer est placé dans un creuset et placé face au substrat. Le montage est placé dans une chambre à basse pression (8.10^{-8} bar). Le contenu du creuset est chauffé par une source d'électrons qui permet sa sublimation. Le phénomène de sublimation produit un flux d'atomes qui s'adsorbent à la surface du

substrat. Grâce à sa simplicité, c'est une méthode couramment utilisée au laboratoire. Cependant les dépôts sont assez lents (quelques $\text{\AA} \cdot \text{s}^{-1}$), la méthode est essentiellement utilisée pour les dépôts métalliques. Dans notre cas, elle sert au dépôt des contacts électriques.

ii. *Pulvérisation (stack GMR et passivation)*

Le stack GMR est un empilement de couches minces déposées sur un wafer de silicium par pulvérisation cathodique. Pour cette méthode, le principe physique est similaire à celui de la gravure ionique. Il est ici nécessaire de créer un plasma. Le substrat est placé cette fois à l'anode et non plus à la cathode. Le matériau à déposer est placé à la cathode. La cathode est ensuite soumise à une forte énergie qui conduit à une éjection de matière qui va ensuite se déposer au niveau du substrat. Les ions pénètrent le substrat typiquement sur des profondeurs d'une ou deux couches atomiques. De cette façon, l'adhésion entre le dépôt et le substrat est de bonne qualité. Cette méthode résulte ainsi en une meilleure adhésion que le dépôt par évaporation, elle permet également de déposer une plus large variété de matériaux. Cette méthode est utilisée pour les dépôts des stacks GMR mais aussi des couches de passivation (Si_3N_4 , SiO_2).

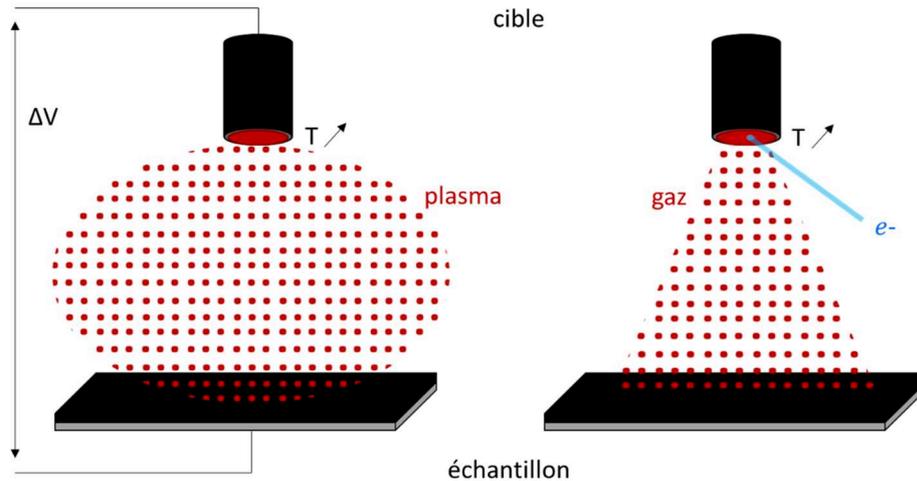


Figure 4-1 : Principes comparés des méthodes de dépôt par voie physique (PVD) par pulvérisation (gauche) et par évaporation (droite)

c) *Lithographie optique*

Le procédé de lithographie optique permet de définir les motifs micrométriques de l'échantillon par insolation et développement d'une résine photosensible. Il se déroule en plusieurs étapes détaillées ci-dessous :

- *Nettoyage/préparation de l'échantillon.*

L'objectif de cette étape est de retirer les poussières et impuretés sur la surface de l'échantillon et ainsi d'obtenir une meilleure adhésion de la résine photosensible. Les échantillons sont successivement nettoyés dans un bain d'acétone puis d'isopropanol, le tout dans une cuve à ultrasons à température ambiante.

- *Enrésinement et recuit*

Pour cette étape le substrat est placé sur une « tournette ». Celui-ci est recouvert uniformément de résine photosensible. Le type de résine est choisi en fonction de l'épaisseur et de la précision du motif souhaitée, par exemple de la résine AZ5214 pour la réalisation des motifs GMR. Comme la résolution nécessaire est moins contraignante dans le cas des motifs des contacts, on peut utiliser cette même résine, ou bien une résine plus visqueuse (formant alors une couche plus épaisse quand elle est étalée à vitesse identique sur un substrat). La vitesse de rotation de la tournette détermine l'épaisseur de la résine. Un recuit permet ensuite d'évaporer le solvant et de durcir la résine.

- *Alignement du masque et exposition de l'échantillon*

L'exposition est réalisée sur un aligneur de masque de type MJB4 qui réalise le positionnement et la mise en contact entre le masque et l'échantillon. L'échantillon doit être positionné selon trois degrés de liberté $[x, y, \theta]$. L'aligneur irradie à une longueur d'onde de 365 nm avec une énergie de 10 mJ. cm^{-2} . La durée de l'exposition dépend de l'étape du processus réalisé (type de résine, épaisseur...). Le masque qui permet de définir les motifs choisis est réalisé au préalable par lithographie laser ou lithographie électronique. Il est composé d'un substrat en quartz et d'une couche de chrome qui permet de définir les parties non-insolées pendant l'exposition. La conception et le dessin des masques de ce manuscrit a été réalisé au laboratoire tandis que la fabrication a été, pour la plupart du temps, sous-traitée à un organisme extérieur (Toplan).

- *Développement de l'échantillon*

L'échantillon est immergé dans un développeur basique (AZ351B pour les résines AZ) pendant certain temps (moins d'une minute en général) pour retirer la résine insolée (dans le cas d'une résine positive). L'échantillon est ensuite rincé dans un bécher d'eau déionisée avant d'être recuit pendant une minute sur une plaque à $110 \text{ }^\circ\text{C}$ afin de durcir la photorésine.

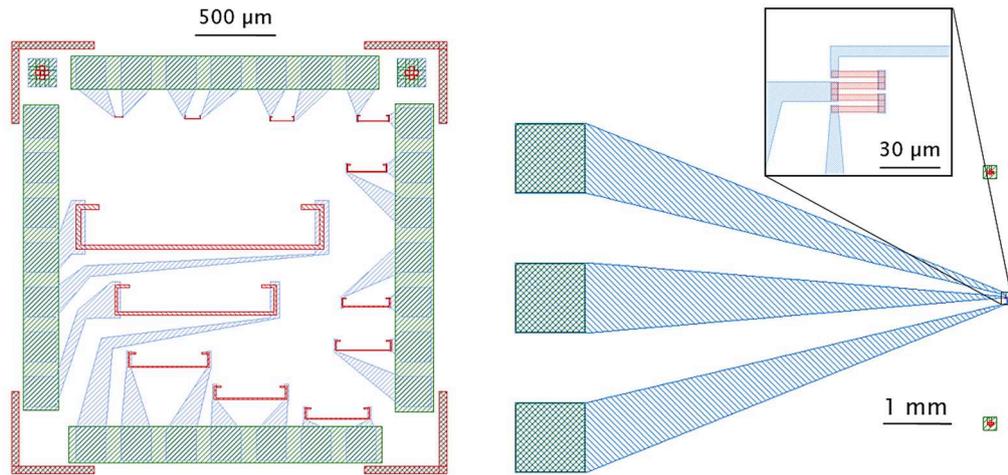


Figure 4-2 : Exemples de masques d'échantillons GMR pour la lithographie optique. GMR de rapport d'aspect 1 : 50 et de largeur L de 1 µm à 30 µm (gauche). Masque pour une sonde GMR (droite). Les étapes définissant les motifs des GMR (rouge), des contacts (bleu) et de la passivation (vert) sont présentés.

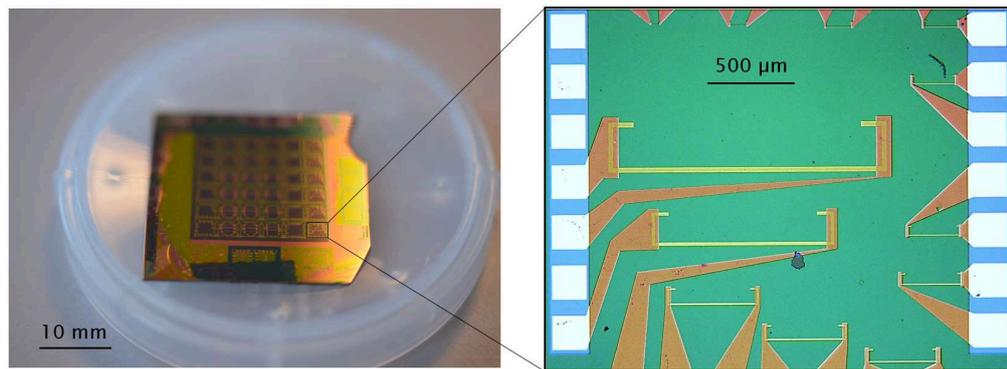


Figure 4-3 : Plaque de test portant plusieurs lots d'échantillons GMR. Exemple d'un lot de capteurs GMR pour tester les performances en fonction de la taille, à rapport d'aspect constant, et basé sur le masque de gauche de la Figure 4-2.

d) Protocole de fabrication des microcapteurs GMR

Les principales méthodes ayant été introduites, décrivons maintenant comment se déroule la fabrication d'un capteur GMR. La fabrication commence par la sélection et la réalisation du dépôt du stack GMR adapté à l'application ou à la série de mesures visées. Cette étape est réalisée sur une machine de dépôt par pulvérisation cathodique (machine Rotaris par Singulus Technologies). L'obtention du stack souhaité nécessite un très bon contrôle des paramètres du dépôt (pression, vitesse de dépôt, homogénéité...) pour bénéficier d'une précision inférieure au nanomètre sur l'épaisseur des couches déposées, sur des surfaces de wafer allant jusqu'à 8". Des étapes de recuit sous champ pour orienter les couches ferromagnétiques sont nécessaires et peuvent être réalisées avant ou après les étapes en lithographie. On définit ensuite les motifs GMR par lithographie optique puis

gravure IBE. Une seconde étape de lithographie permet ensuite de venir déposer les contacts par évaporation.

Une troisième étape vise ensuite à passiver l'échantillon pour lui apporter une protection vis à vis du milieu extérieur (humidité, oxydation, maladresse de l'utilisateur...). Par lithographie on s'assure juste de garder libre les plots conducteurs définis à l'étape du dépôt des contacts pour permettre le raccord avec la chaîne de mesure. La découpe des lots de capteurs de l'échantillon (typiquement une dizaine de lots présentant une dizaine de capteurs chacun) est réalisée sur un système de découpe laser ou une scie diamantée. Les capteurs sont ensuite collés sur un support PCB³ ou QFN⁴ adapté. La connexion au circuit électronique est réalisée par microsoudure de microfils d'aluminium de diamètre 32 μm entre les contacts de l'échantillon et du support. Une résine d'encapsulation (durcie par UV ou cuisson sur plaque chauffante) est ensuite appliquée pour protéger les microcontacts.

Le protocole complet « typique » de fabrication d'un échantillon de capteurs GMR est détaillé ci-dessous dans le tableau 4-1. On notera qu'à chaque étape de lithographie correspond un masque conçu et « imprimé » au préalable. Pour chaque exemple de la Figure 4-2, il faut 3 masques de lithographie distincts (un par couleur). L'aire des échantillons étant en général faible (quelques mm^2), il est souvent possible de grouper l'ensemble des étapes de lithographie d'un même procédé sur le même masque.

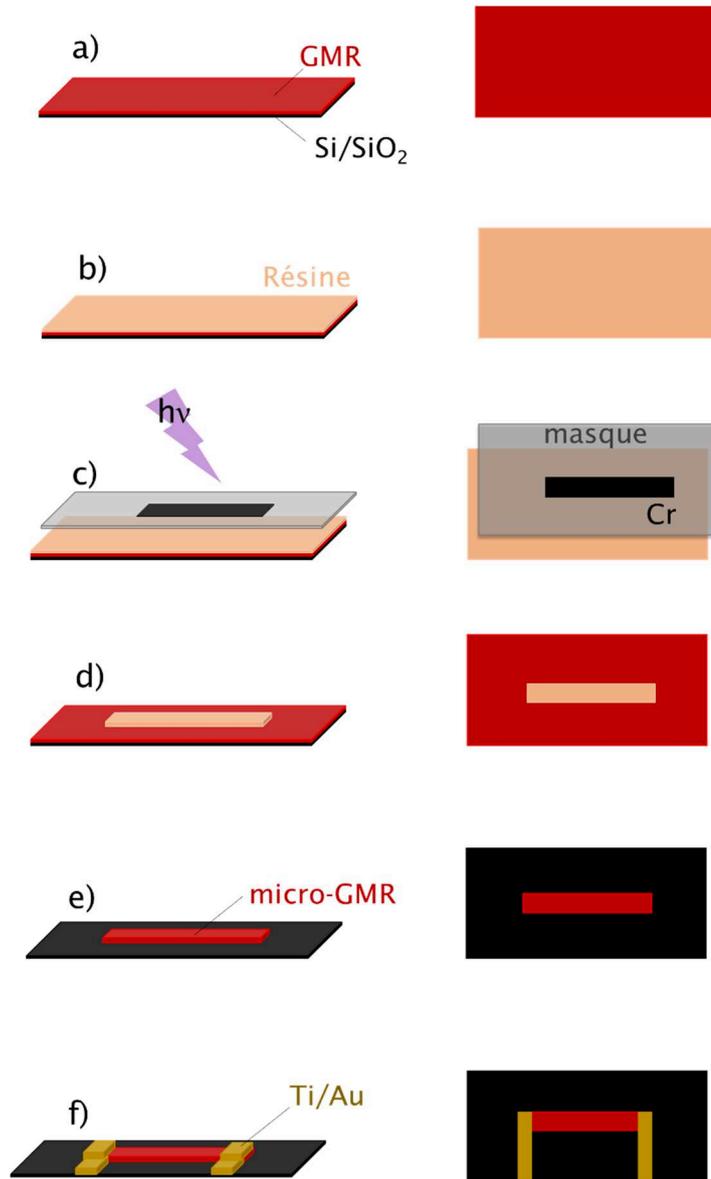


Figure 4-4 : Premières étapes clés du procédé standard de microfabrication des capteurs GMR. a) Dépôt du stack GMR par pulvérisation cathodique. b) Enrésinement. c) Exposition (lithographie optique). d) Développement du motif. e) Gravure ionique. f) Lithographie optique et dépôt des contacts par évaporation. Usuellement, une étape de passivation (dépôt d'un isolant de protection par pulvérisation) est réalisée pour protéger les capteurs.

Etape	Protocole
Dépôt GMR	<ul style="list-style-type: none"> - Dépôt multicouche GMR par pulvérisation, sur wafer Si avec un dépôt de SiO₂ de 500 nm en PECVD (Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition - dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma) - Recuit sous champ 1 h à 290 °C & 1 T (si l'antiferromagnétique est du PtMn. Le recuit pour de l'IrMn se fait à 180 °C)
Motif micro-GMR	<ul style="list-style-type: none"> - Lithographie UV : Résine AZ5214 : 5 s 500 rpm / 60 s 4000 rpm / 2 s 6000 rpm. Recuit 1 min à 110 °C. Exposition 5 s « vacuum contact » sur aligneur MJB4. Développement AZ351B 1:3, 45 s, pas de post recuit. - Gravure (IBE) : 90 W, ~ 7 mA à 1.10⁻⁴ mbar, rotation toutes les 5min durant 20min. - Lift off : acétone dans une cuve à ultrasons.
Contacts	<ul style="list-style-type: none"> - Lithographie UV : idem étape Micro-GMR. - Pré-gravure (IBE) : 30 s à 90 W, ~ 7 mA, à 1.10⁻⁴ mbar. - Evaporation : Ti 5 nm/Au 140 nm/Ti 5 nm. - Lift off : acétone dans une cuve à ultrasons.
Passivation	<ul style="list-style-type: none"> - Lithographie UV : Résine AZ5214 : 5 s 500 rpm / 60 s 4000 rpm / 2 s 6000 rpm. Recuit 1 min à 110 °C. Exposition 5 s « hard contact ». Développement AZ351B 1:3, 16 s, pas de post recuit. - Pulvérisation : Si₃N₄ ou Al₂O₃ : 1 h, ~ 70 nm, rotation en continue, 200 W, 5.10⁻³ mbar. - Lift off : acétone dans une cuve à ultrasons
+ Etapes finales du procédé (découpe, montage, microsoudure, encapsulation)	

Tableau 4-1 : Protocole standard de fabrication de micro-GMR.

II) Nanofabrication

Nous avons vu dans la première partie de ce chapitre quelles étaient les techniques standards et robustes qui interviennent dans la fabrication de capteurs GMR. L'un des objectifs du projet de microscopie autour duquel s'articule mon travail de thèse porte sur le développement d'un procédé robuste de fabrication de capteurs GMR nanométriques pour tester les limites, en termes de résolution spatiale accessible, de la technologie. La faisabilité de fabrication de structures nanométriques GMR a été démontré. En 1999, Kong *et al.*⁵ obtiennent des structures vanne de spin NiFe/Co/Cu/Co/NiFe jusqu'à 70 nm de large avec des valeurs de MR de l'ordre de 0,6 % pour les capteurs en dessous de 400 nm. Wood *et al.*⁶ (2004) obtiennent, à partir de stacks commerciaux $3 \times [\text{NiFeCo (4)/ CoFe (1,5) / CuAgAu (1,6) / CoFe (1,5)}] / \text{NiFeCo (4)}$, des structures jusqu'à 100 nm de large présentant des détectivités de l'ordre de $12 \mu\text{T} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ à 1 kHz (bruit

thermique) et de l'ordre de $1 \text{ mT} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ à 1 Hz (bruit en $1/f$). Plus récemment Coelho *et al.* ⁷ obtiennent des structures de quelques centaines de nm avec une sensibilité de l'ordre de $0,1 \text{ \%}/\text{mT}$ pour une largeur de 200 nm mais sans donnée sur le niveau de bruit. Les stacks testés sont en revanche variés : top/bottom GMR, couche dure et libre pouvant comprendre ou non un SAF...

1) Fabriquer des nanocapteurs GMR...

a) Lithographie électronique

La principale contrainte imposée par la fabrication d'objets de tailles caractéristiques inférieures au micromètre réside dans la limite de résolution de la méthode de lithographie. Comme le rappellent Tabeling et Chen ², la limite de résolution δ en lithographie (fixée par la diffraction) est supérieure à la longueur d'onde λ et dépend de l'épaisseur t de la résine :

$$\delta \approx 3 \cdot (\lambda \cdot t)^{1/2} \quad (4.II.1)$$

Pour la lithographie optique, il est difficile de passer en dessous de $1 \text{ }\mu\text{m}$ pour δ de façon fiable et répétitive. Il est alors nécessaire d'avoir recours à une autre technique pour gagner en résolution sur les motifs : la lithographie électronique ⁸⁻¹⁰.

En lithographie électronique, la résine ¹¹ (sensible à l'irradiation par les électrons) va être exposée non pas à un rayonnement lumineux mais à un faisceau focalisé d'électrons et ceci à des puissances typiques de quelques dizaines de keV. Il s'agit cette fois d'une technique séquentielle (et non plus parallèle comme en lithographie optique), mobilisant un faisceau d'électrons localisés. Le masque et les motifs sont cette fois-ci virtuels et correspondent à un trajet que va effectuer le spot du canon à électron pour éclairer tel ou tel endroit de l'échantillon. On voit ici une première limitation par rapport à la lithographie optique où l'utilisation d'un masque physique permet d'éclairer d'un coup tout l'échantillon. Là où une exposition optique ne prend que quelques secondes, une exposition électronique prend quelques minutes. On peut également ajouter à cela la nécessité d'avoir un dispositif avec une platine de contrôle aux déplacements suffisamment fins, l'impact d'une erreur de positionnement étant d'autant plus important que les motifs sont de tailles réduites. L'opération est réalisée sous vide et l'alignement de l'échantillon s'effectue au microscope électronique à balayage.

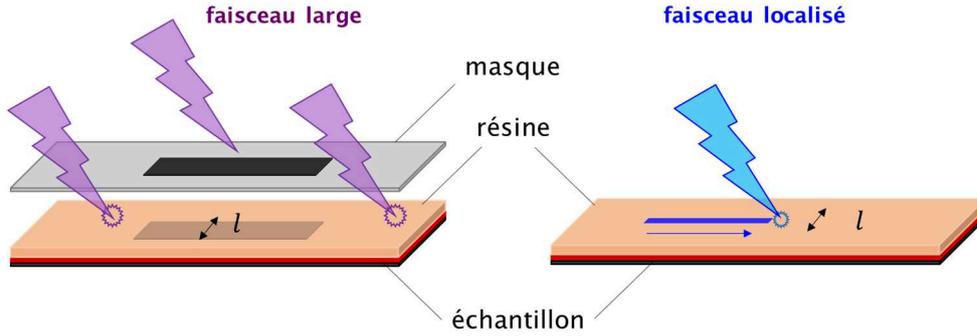


Figure 4-5 : Principes comparés des méthodes de lithographie parallèle (gauche), comme la lithographie optique, et séquentielle (droite), comme les lithographies laser et électronique. On note l la résolution typique de chaque méthode. Pour les lithographies optique et laser, l est de l'ordre de $1\ \mu\text{m}$. l est d'environ $10\ \text{nm}$ en lithographie électronique. Usuellement, en lithographie optique, l'insolation de la résine s'effectue à travers un masque physique (verre chromé). En lithographie électronique ou laser, c'est plutôt le faisceau qui se déplace pour définir le motif d'un masque « virtuel ». Dans le premier cas, la résolution dépend du masque, du contact et de la résine. Dans le second cas, le principal facteur limitant est le faisceau (électronique ou laser) et sa qualité de focalisation, mais aussi la résine.

b) Anthologie des échecs constructifs : stratégies non-retenues

Déterminer la méthode à adopter pour réaliser un procédé de fabrication, (ou une expérience au sens large) est un processus qui passe souvent par de nombreux tests. C'est cette phase d'apprentissage, qui conduit et donne du sens à l'approche finale choisie, qui est retranscrite ci-après dans le cas du choix de la stratégie de nanofabrication adaptée aux nano-GMR.

i. Méthode « directe » : δ

Le choix de la méthode à adopter pour la fabrication de ces nanocapteurs est a priori ouvert. Le raisonnement le plus simple nous conduit à vouloir remplacer l'étape de microfabrication des GMR (lithographie optique et gravure) par une étape de nanofabrication en lithographie électronique basée sur le même principe. Cette première méthode est explicitée sur les schémas de la Figure 4-6.

La résine choisie pour ce procédé est une résine négative ⁸ (les motifs exposés restent sur l'échantillon lors du développement) pour minimiser la zone à exposer (et donc la durée d'exposition). La résolution attendue des motifs est de l'ordre de $50\ \text{nm}$ pour cette résine, la ma-N 2400, à une dose de $200\ \mu\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$. En revanche, lors de nos premiers tests, il s'est avéré que cette résine ne résistait pas à l'étape de gravure des GMR (typiquement $30\ \text{min}$ de gravure IBE). Ainsi, nous avons dû envisager et tester d'autres méthodes, évitant cette fois-ci de se baser sur la résine comme masque de gravure. Par la suite, la résine PMMA A6 (Polyméthacrylate de méthyle), une résine positive ⁸ cette fois-ci, qui résiste à l'étape de gravure ionique sera utilisée.

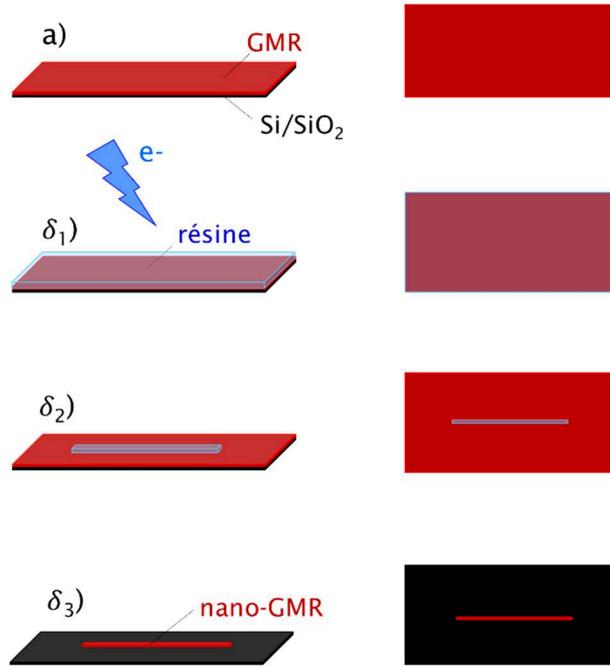


Figure 4-6 : Etapes supplémentaires d'un procédé de nanofabrication par la méthode « directe ». Les étapes δ_i remplacent les étapes de b) à e) du procédé standard. δ_1) Exposition (lithographie électronique). δ_2) Développement des motifs. δ_3) Gravure ionique (nano-GMR).

ii. Méthode négative : η

Cette fois-ci, l'étape de lithographie électronique est réalisée avant le dépôt de la GMR sur le wafer de silicium. On réalise donc des « puits » de résine PMMA dans lesquels la multicouche GMR va ensuite pouvoir être déposée. Pour réduire les problèmes de bord du dépôt, on peut utiliser un précurseur à la résine pour réaliser des bords de puits en « casquette »^{12,13}.

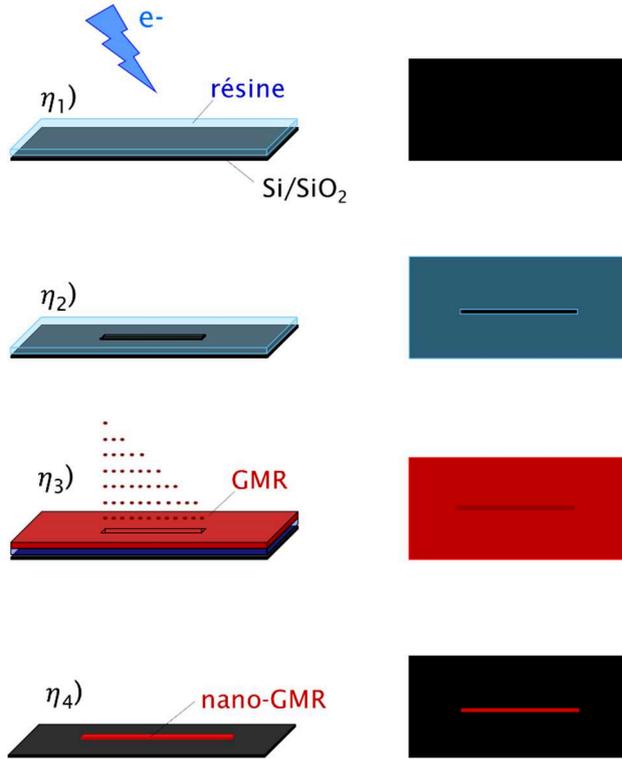


Figure 4-7 : Etapes supplémentaires d'un procédé de nanofabrication par la méthode « négative ». Les étapes η_i remplacent les étapes de a) à e) du procédé standard. η_1) Exposition (lithographie électronique). η_2) Développement des motifs (puits de résine). η_3) Dépôt GMR par-dessus la résine. η_4) Lift off de la résine, révélation des motifs nano-GMR.

iii. Méthode par « masque physique » : φ

Une deuxième méthode, consiste à déposer un masque physique à la surface de l'échantillon pour définir par gravure les motifs nanométriques et pallier à la non-tendue à la gravure des résines électroniques. Autrement dit, il faut choisir un matériau dont l'épaisseur et/ou la dureté soient telles que lors de l'étape de gravure ionique, la surface de GMR non-protégée par le masque soit totalement gravée avant que celui-ci ne soit totalement retiré ^{14,15}. Le titane ou l'aluminium, par exemple, sont de bons candidats. Ils ont de plus le bon goût d'être déjà présents sur notre bâti d'évaporation. Une fois la GMR gravée autour du motif il reste à retirer le masque. L'aluminium peut être dissout dans le développeur MF319, cette méthode sera utilisée plus tard également dans le cas du procédé de fabrication des microbras de levier flexibles. Pour le titane, on peut par exemple utiliser un suivi par spectrométrie de masse à ions secondaires (SIMS) durant la gravure. C'est ce qui est utilisé également pour contrôler l'épaisseur de la barrière dans la fabrication de piliers TMR.

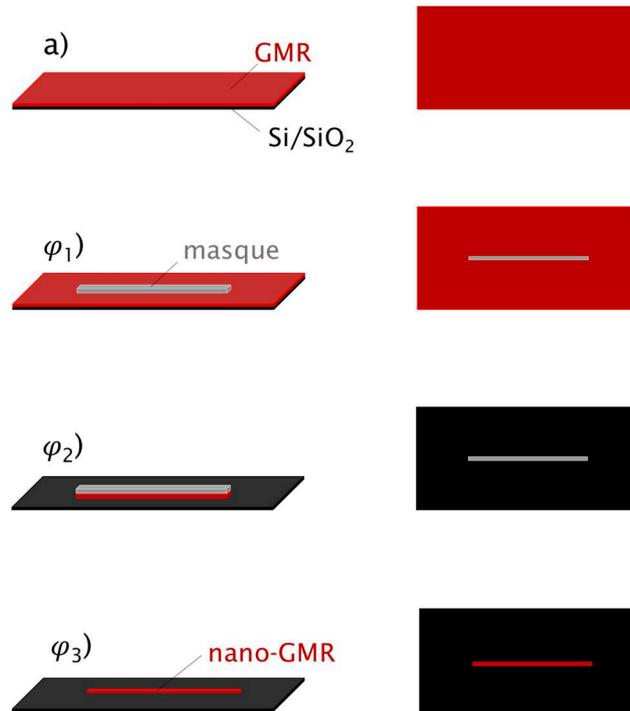


Figure 4-8 : Etapes supplémentaires d'un procédé de nanofabrication par la méthode « masque physique ». Les étapes φ_i) remplacent les étapes de b) à e) du procédé standard. φ_1) Définition d'un masque « physique » (Ti, SiO₂...) par lithographie électronique et dépôt). φ_2) Gravure ionique autour du masque. φ_3) Retrait du masque : gravure chimique, ou potentiellement durant la gravure φ_2) avec un suivi en spectrométrie de masse par exemple.

iv. Tests préliminaires en microfabrication

Avant de transposer le procédé en nanofabrication, plusieurs procédés de validation pour les différentes méthodes ont été réalisés en lithographie optique. Le stack 3 (Annexe II), de structure Ru (1) / Ir₈₀Mn₂₀ (7,5) / Co₉₀Fe₁₀ (3) / Cu (2,3) / Co₉₀Fe₁₀ (2) / Ta (0,2) / Ni₈₁Fe₁₉ (3) / Ta (5) en nm, a été choisi pour faciliter l'interprétation des tests. En effet, celui-ci, bien que n'étant pas le stack le plus « performant » présente des caractéristiques utiles pour une discrimination rapide et qualitative des procédés en fonction de la largeur des GMR. On notera, sur la Figure 4-9, la régularité particulière de l'allure des courbes de réponses (résistance en fonction du champ appliqué selon l'axe sensible), la continuité de l'évolution de la pente et une faible hystérésis (permettant une interprétation fiable des résultats obtenus, indépendamment de la taille considérée) et le point d'inflexion de la réponse remarquablement stable malgré l'*offset* important.

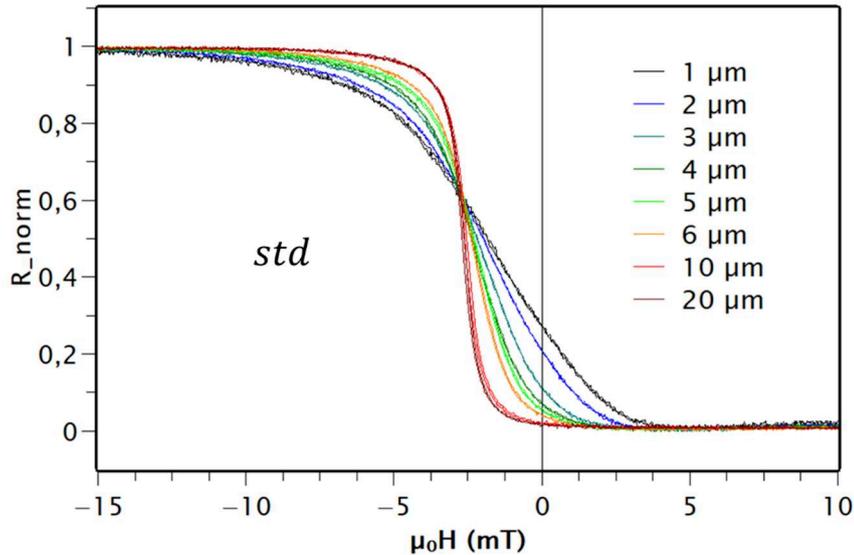


Figure 4-9 : Le stack test n°3. Allure de la courbe de réponse, normalisée par sa valeur maximale et ramenée à une valeur minimale de 0, en fonction de la taille. La microfabrication est réalisée par le procédé standard (*std*).

On note également une valeur de MR de 6 % environ ainsi qu'une pente maximale de 2 %/mT pour un capteur de 5 μm . Ces valeurs sont similaires aux stacks 1 et 1' (voir Annexe II) qui sont les plus performants en termes de détectivité. Ceci permet également de tirer un parallèle entre les résultats obtenus ici et avec les deux stacks envisagés pour les applications « capteur ». Les courbes de la Figure 4-9 sont données pour le procédé de microfabrication standard.

Les résultats des tests préliminaires sont présentés sur la Figure 4-10 pour les méthodes φ et η et comparés au procédé standard (noté *std*). Pour le procédé φ , une couche Al (quelques nm) / Ti (70 nm) est déposée pour profiter de la robustesse du titane tout en permettant un retrait rapide du masque par rinçage au MF319. La tenue du masque est contrôlée par suivi SIMS durant la gravure de la GMR. Le procédé η est réalisé avec une simple épaisseur de résine PMMA (sans précurseur).

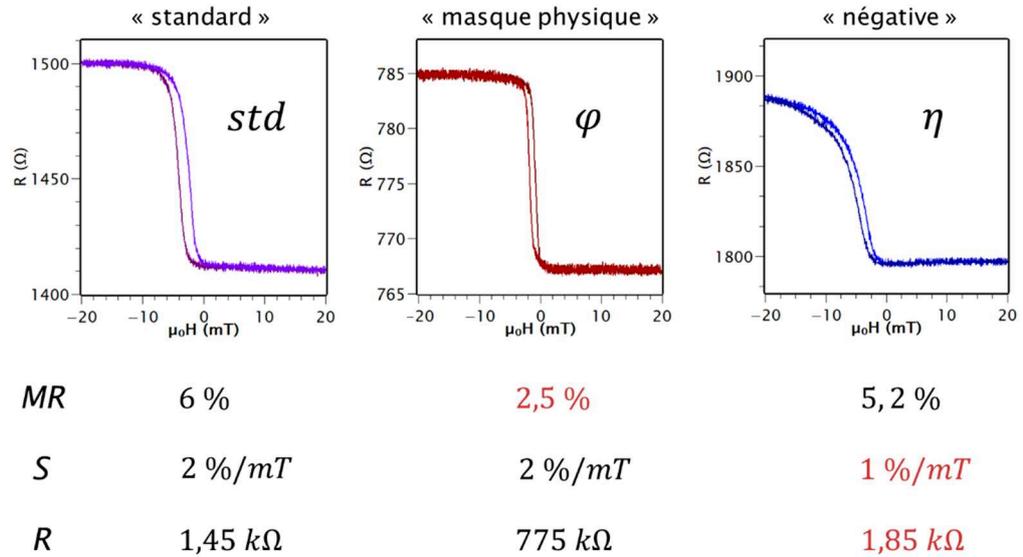


Figure 4-10 : Résultats comparés de tests préliminaires, pour des capteurs de 5 μm de large, des méthodes transposables a priori pour la réalisation de GMR submicroniques (nano-GMR). Comparaison de quelques paramètres fondamentaux de chaque lot.

La comparaison des réponses des différents lots de capteurs montre que chaque méthode comporte sa difficulté propre. Pour le procédé φ , on note une perte de MR (d'un facteur 2 environ) ainsi qu'une perte similaire de la résistivité. Ceci s'interprète par le retrait plus complexe que prévu du masque. Celui-ci, toujours présent (en partie au moins) se comporte comme une résistance équivalente en parallèle du capteur GMR. La réponse de l'ensemble masque et capteur voit donc sa résistance diminuer mais également sa magnétorésistance globale qui est court-circuitée. Dans le cas de la méthode η , une déformation de la courbe de réponse est constatée avec une diminution de la pente et un hystérésis plus « traînant » sur les extrémités de la courbe. Ceci peut s'expliquer par un problème au niveau de l'état de surface lors du dépôt GMR, par exemple une rugosité non uniforme, probablement induite par de petites zones de résine mal développées ou mal retirées durant le *lift off* durant les étapes η .

c) Déroulement du nouveau procédé

Comme observé lors des premiers tests préliminaires, le procédé nano-GMR a tout intérêt à se reposer au maximum sur le procédé standard, qui reste à ce stade celui qui fournit les meilleures performances. Un travail resterait à faire sur le retrait du masque de la méthode φ notamment. Si l'on cherche une méthode reposant au maximum sur la lithographie optique (fiable et robuste), alors une nouvelle stratégie peut émerger. Cette dernière option, que nous avons finalement choisie, repose sur la fabrication de micro-GMR dans un premier temps, via la lithographie optique. Une étape d'amincissement des capteurs en lithographie électronique est ensuite réalisée : deux rectangles d'amincissement sont définis de part et d'autre de la

GMR, espacés de la largeur du nanocapteur voulu, puis la zone intérieure de chaque rectangle est gravée par IBE (gravure ionique).

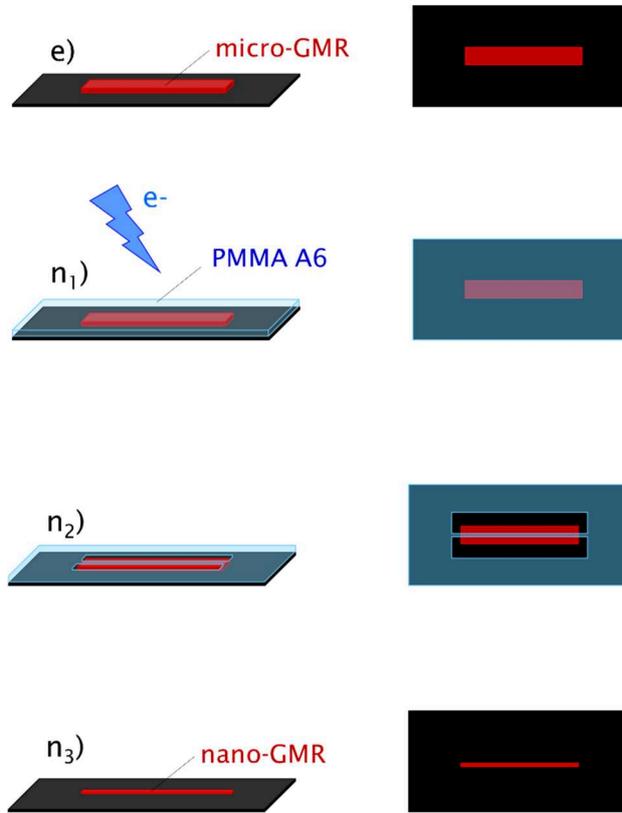


Figure 4-11 : Etapes supplémentaires du procédé de nanofabrication des capteurs GMR. Les nouvelles étapes n_i s'intercalent entre les étapes e) et f) du procédé de microfabrication standard. n_1) Enrésinement et exposition en lithographie électronique. n_2) Développement des rectangles d'amincissement. n_3) Amincissement des GMR par gravure ionique, obtention de nano-GMR.

On note la relative simplicité de la méthode qui introduit finalement juste une étape de lithographie électronique, associée à une étape de gravure standard. Les premiers tests de nano-GMR ont été réalisés sur un système de lithographie Raith Elphy couplé à un MEB. Les lots suivants, notamment ceux liés à la fabrication de pointes GMR intégrant des nanocapteurs ont été menés sur un système {MEB + Raith E-Line} doté notamment d'une platine permettant le positionnement précis automatisé de motifs nanométriques sur la surface d'un wafer entier (wafer 2 pouces). Sur ce dernier dispositif, on atteint moins d'un micron d'erreur de repositionnement entre les extrémités opposées du wafer. Ceci permet de réaliser, relativement rapidement par rapport au premier système de lithographie électronique, de nombreux lots par échantillon et de traiter des cas, comme les pointes GMR, où les motifs sont relativement éloignés les uns des autres. Pour cela des motifs de réaligement adaptés doivent être placés sur le masque : certains aux extrémités de la zone de lithographie pour corriger les erreurs sur les « longues »

distances, d'autres inclus dans chaque motif pour contrôler le repositionnement. Le protocole détaillé est présenté dans le tableau 4-2.

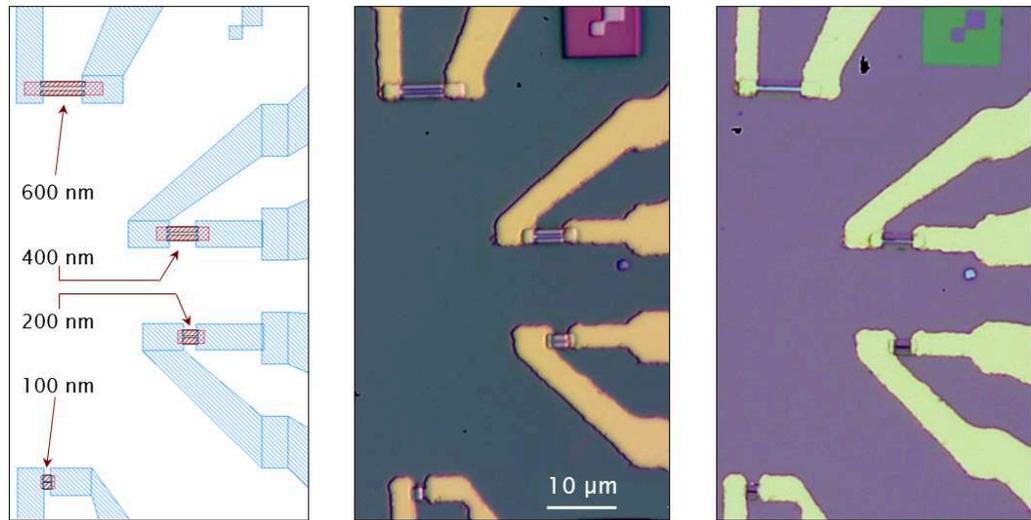


Figure 4-12 : Focus sur l'étape d'amincissement des GMR. Portion du masque (numérique) avec étape d'amincissement (rouge foncé) superposée aux étapes gravure GMR (rouge) et contacts (bleu). Le masque virtuel (gauche) est mis en regard avec les images en microscopie optique du procédé après la lithographie (centre) et après gravure des rectangles d'amincissement (droite).

Étape	Protocole
<i>Étapes : du dépôt GMR (a) la gravure des micro-GMR (e)</i>	
Motif nano-GMR	<ul style="list-style-type: none"> - Lithographie électronique : Résine PMMA A6 : 60 s 6000 rpm. Recuit 10 min à 170 °C. Exposition : aligneur E-Line à 200 $\mu\text{C}\cdot\text{cm}^2$, spot 1, 25 keV. Développement MIKB: IPA, 1 min 30, eau, 30 s. - Gravure (IBE) : 90 W, ~ 7 mA à 1.10^{-4} mbar, rotation toutes les 5 min durant 20 min. - Lift off : acétone dans une cuve à ultrasons.
<i>Étapes : de la lithographie des contacts (f) à la fin du procédé</i>	

Tableau 4-2 : Protocole de fabrication des nano-GMR. Étape détaillée de la nanofabrication intégrée au procédé de microfabrication standard des GMR.

2) Images, défauts et contraintes des nano-GMR

a) Premières observations

Plusieurs lots de nanocapteurs GMR ont pu ainsi être réalisés, notamment basés sur les stacks 1' et 2'. Le stack 1' est un stack au comportement et aux performances très similaires au stack 1 présenté précédemment (Chapitre 3). De

même, le stack 2' présente une structure proche de la famille de stacks 2 présentés au Chapitre 3. Les structurations des stacks sont les suivantes : Ta (3) / Ni₈₁Fe₁₉ (5) / Co₉₀Fe₁₀ (2,1) / Cu (2,9) / Co₉₀Fe₁₀ (2,1) / Ru (0,85) / Co₉₀Fe₁₀ (2) / Ir₈₀Mn₂₀ (7,5) / Ru (0,4) / Ta (3), en nm, pour le stack 1' et Ta (3) / Ni₈₁Fe₁₉ (1) / Ru (1) / Pt₃₈Mn₆₂ (18) / Co₉₀Fe₁₀ (2,1) / Ru (0,85) / Co₉₀Fe₁₀ (2,1) / Cu (2,3) / Co₉₀Fe₁₀ (3) / Ru (2,6) / Co₉₀Fe₁₀ (3) / Pt₃₈Mn₆₂ (11) / Ta (5) pour le stack 2'. A la différence de la famille de stacks 2, le stack 2' a été pensé pour répondre à un objectif de compensation des champs de fuite de la couche dure. Les enjeux de cette problématique seront exposés dans le Chapitre 5. Le comparatif détaillé des différents stacks est donné en Annexe II.

Les capteurs ont ensuite été conditionnés de la même manière que pour leurs homologues aux tailles microniques : passivation, découpe, collage sur puce, contacts en microsoudure et résine d'encapsulation. En toute logique, la première opération de contrôle de la qualité du procédé s'effectue au microscope optique. Il est ainsi possible de déceler d'éventuels décalages entre les étapes de lithographie, contrôler quels sont les capteurs connectés et si certains sont dégradés ou court-circuités, comme c'est le cas par exemple pour le capteur de 50 nm de large de la Figure 4-13.

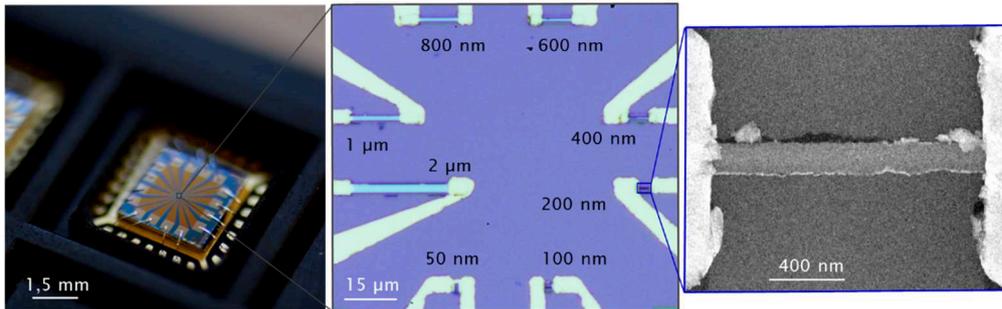


Figure 4-13 : Lot de nanocapteurs GMR. (Gauche) Puce collée et connectée sur un support QFN. (Centre) Zone centrale observée au microscope optique, de l'échantillon pour les mesures tests de capteurs de 2 µm, 1 µm, 800 nm, 600 nm, 400 nm, 200 nm, 100 nm et 50 nm dans le sens horaire (Droite) Image au microscope électronique à balayage d'un nanocapteur GMR de 200 nm de large.

Pour aller plus loin dans la caractérisation visuelle des nano-GMR, notamment dans le cas des plus petites tailles caractéristiques, l'utilisation de l'imagerie MEB peut se révéler utile. Les possibles nano-fissures présentes dans le barreau peuvent être décelées ainsi que d'éventuelles irrégularités de gravure sur le barreau, ces dernières n'excédant rarement que quelques pourcents de la largeur du capteur. Un autre avantage du MEB est qu'il permet le contrôle précis des dimensions réelles du capteur par rapport aux dimensions nominales prévues. Les capteurs sont en moyenne 5 à 10 % plus larges qu'attendu.

Le contrôle de l'épaisseur du barreau GMR (typiquement quelques dizaines de nanomètres selon le stack) est nécessaire afin de vérifier que le « masque » de

PMMA a bien protégé la zone du nanocapteur contrairement au procédé avec la résine ma-N. On peut, bien sûr, utiliser un profilomètre mais il est également possible d’obtenir cette information en microscopie électronique en inclinant l’échantillon. Ainsi, pour une inclinaison d’un angle donné et pour une GMR d’épaisseur e , la projection e' de cette épaisseur est mesurée dans le plan d’observation. La connaissance de l’angle d’observation permet directement de remonter à la valeur de e . Dans le cas présenté sur la Figure 4-14, la projection e' est de 35 ± 2 nm à 45° d’angle, ce qui permet d’estimer e à 50 ± 3 nm. Cette valeur est cohérente avec l’épaisseur théorique attendue de 55 nm pour ce stack.

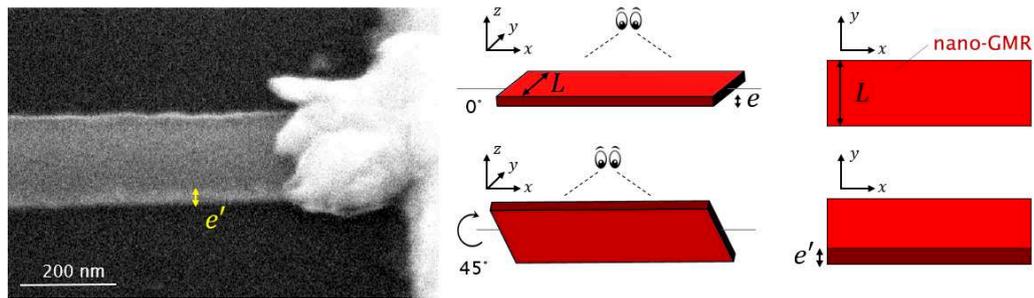


Figure 4-14 : Contrôle de la largeur et de l’épaisseur d’un barreau nano-GMR au MEB. Inclinaison du support échantillon à 45° d’angle pour mesurer la valeur projetée de l’épaisseur dans le plan d’observation.

b) Contraintes spécifiques aux nanocapteurs GMR

La diminution de la taille des GMR s’accompagne de nouvelles contraintes et précautions d’utilisation, tant au niveau de la manipulation des dispositifs que de la mesure.

L’alimentation du capteur doit être soigneusement choisie pour ne pas dépasser la puissance nominale admissible. A puissance constante, la densité de courant d’une nano-GMR augmente par rapport à un capteur micronique. Soient deux capteurs de $5 \mu\text{m}$ et 500 nm de large respectivement, de résistance $1 \text{ k}\Omega$ et alimentés avec la même puissance de 1 mW (soit un courant 1 mA circulant dans le matériau), d’un stack donné. Les capteurs sont connectés en configuration CIP (courant parallèle au plan). Dans cette configuration, on peut empiriquement faire l’hypothèse que la GMR est équivalente à deux fois son épaisseur de cuivre (environ $2 \times 2 \text{ nm}$ typiquement). Pour le capteur de $5 \mu\text{m}$, cela revient à une densité de courant de $5 \cdot 10^{11} \text{ A}\cdot\text{m}^{-2}$. Expérimentalement, pour ce capteur, on peut montrer qu’une puissance de 10 mW conduit souvent à la dégradation de la GMR. Cette valeur limite correspond à une densité de courant de $5 \cdot 10^{12} \text{ A}\cdot\text{m}^{-2}$, soit la densité de courant qui traverserait le capteur de 500 nm à 1 mW . On voit qu’en réduisant la taille, la puissance acceptée diminue proportionnellement.

De plus, les capteurs de petite taille sont très sensibles aux décharges électrostatiques ESD (ElectroStatic Discharges) qui peuvent entraîner une détérioration immédiate du capteur. Ces décharges se produisent lorsque soit l'un des éléments du circuit, soit le capteur ou bien l'utilisateur, a accumulé une charge électrostatique et se retrouve donc à un potentiel différent des autres éléments à la masse du montage et va donc se décharger de façon très brève et intense. A titre d'ordre de grandeur, la charge d'un utilisateur portant un vêtement en laine peut se décharger dans un circuit électrique sous plusieurs centaines de volts et cela durant moins de 100 ns, ce qui correspond à plus de dix fois la limite de ce type de système électrique (typiquement de quelques ampères) ¹⁶. Pour éviter cela, l'opérateur doit être en permanence raccordé à la masse, cela aussi bien entre les étapes de microfabrication que pendant les étapes de conditionnement et de caractérisation des dispositifs. Pendant les mesures, un soin particulier doit être pris afin de connecter entre-elles toutes les masses du montage expérimental. De plus, un circuit électronique de protection aux ESD, comprenant un condensateur en série avec deux diodes Zener en regard l'une de l'autre, est inséré sur le raccord entre la masse du capteur et la masse globale ^{17,18} comme présenté sur la Figure 4-15.

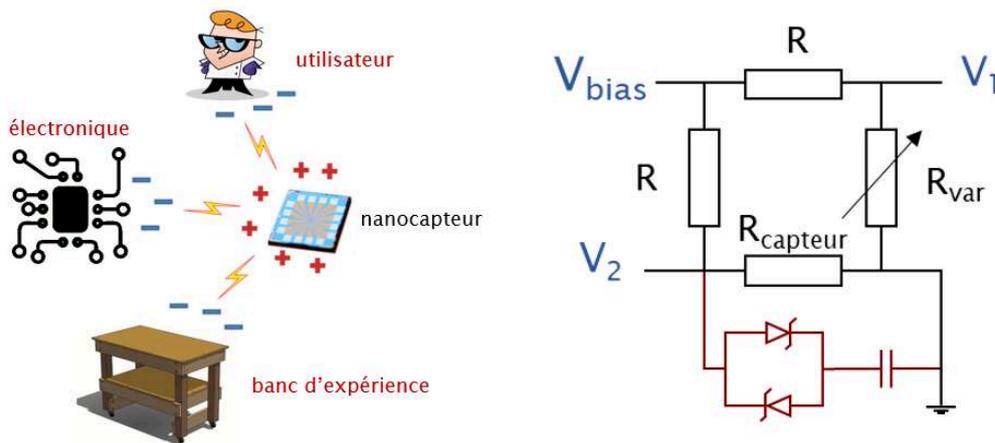


Figure 4-15 : Principales sources d'ESD en micro et nanoélectronique (gauche). Eléments de circuit pour une protection basique contre les décharges électrostatiques, intégrés au pont de Wheatstone (cas d'une mesure de bruit typique).

En guise de remarque, ce travail sur les nano-GMR est à nouveau à mettre en perspective avec de futures mesures sur des jonctions tunnel magnétiques. En effet, ces problématiques liées aux densités de courants traversant le capteur et aux ESD sont tout particulièrement critiques pour l'étude des TMR, notamment à cause de la présence (et de la relative fragilité) de la barrière tunnel. Travailler sur cet aspect dans le cas des nano-GMR permet également de baliser en partie de terrain pour d'autres développements et expériences utilisant les jonctions tunnel.

III) Caractérisation

1) Performances

En gardant en mémoire ces contraintes spécifiques aux capteurs de petite taille, il est maintenant possible de réaliser les caractérisations standards des performances de mesures du capteur.

a) Réponse magnétique des nano-GMR

Chaque wafer testé contient plusieurs lots de GMR de largeurs s'échelonnant entre 50 nm et 2 μm et réalisés par amincissement à partir de capteurs plus large. Le rapport d'aspect largeur : longueur est conservé et vaut 1 : 10. Un lot-témoin, non aminci, est également conservé pour comparaison. On peut confirmer à ce stade que l'amincissement vers un capteur de 1 μm ou 2 μm ne modifie en rien, comme attendu, la réponse du capteur par rapport au même capteur réalisé selon le procédé standard sans amincissement. On constate également, la continuité de la diminution de la pente des réponses (et donc de la sensibilité) prévu par le modèle macrospin (voir détail en Annexe III) et illustrée par les mesures de la Figure 4-16. Les capteurs de 100 nm et 200 nm n'atteignent pas la saturation avant les limites du champ appliqué par le dispositif de bobine d'Helmholtz. Le point d'inflexion de la caractéristique du capteur, qui peut en toute rigueur être comparé dans le cas des capteurs dont on dispose de la caractéristique complète (soit 400 nm et plus), reste stable.

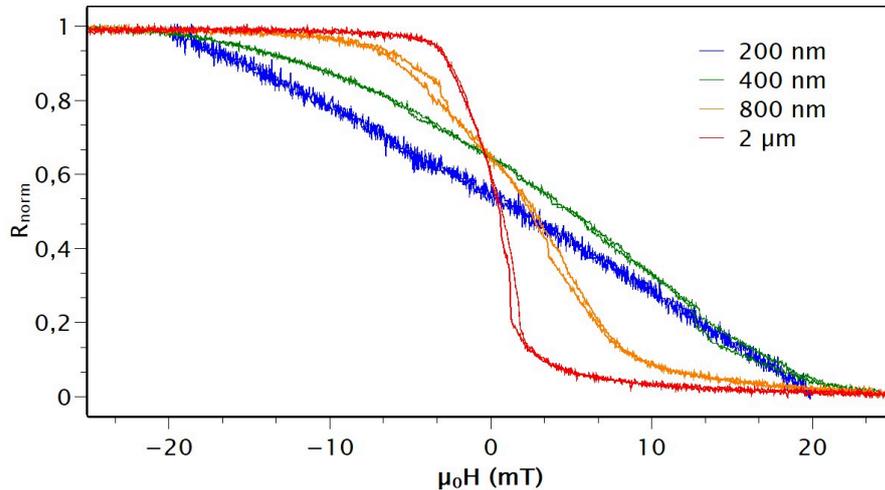


Figure 4-16 : Réponses normalisées, pour comparaison visuelle de la sensibilité, pour les capteurs d'un lot de nano-GMR (stack 1') de différentes largeurs à même rapport d'aspect (1 : 10).

Parfois la courbe caractéristique (réponse à un champ selon l'axe sensible) présente des « sauts », plus ou moins marqués, dont nous discuterons en fin de chapitre. Ces sauts sont, pour tous ceux que nous avons identifiés, bien localisés en

champ ce qui permet de réaliser des mesures sans avoir une grande source d'incertitude sur la valeur de la sensibilité autour de champ nul. L'évolution de la sensibilité est quant à elle également fidèle à ce qui est prédit par la théorie, à savoir qu'elle continue de suivre la loi macrospin, l'hypothèse étant a priori d'autant plus valable que l'anisotropie de forme (qui stabilise les dipôles magnétiques dans le barreau) augmente à mesure que la taille se réduit.

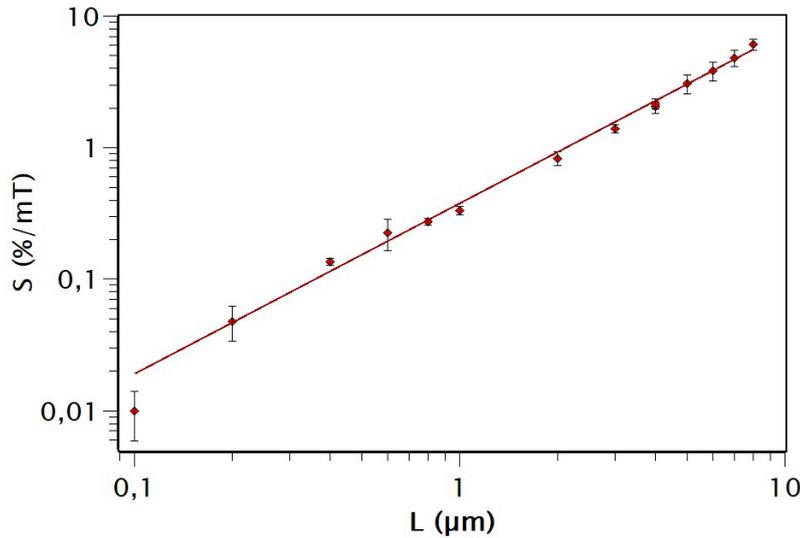


Figure 4-17 : Evolution de la sensibilité des capteurs GMR (stack 1') autour du micron pour 3 lots de tailles caractéristiques : 100 nm à 2 μm et 3 lots de 1 μm à 10 μm . L'ajustement (courbe rouge) est réalisé selon le modèle macrospin.

Egalement, une stabilité de la valeur de la magnétorésistance (MR), entre 5 et 6 % est mesurée pour ce stack, même aux tailles nanométriques. Une valeur stable de la résistance a été obtenue grâce à une conservation du même rapport d'aspect (1 : 10) entre les capteurs d'un même lot nano-GMR. On note toutefois une dérive croissante à l'approche des plus petites tailles : en moyenne pour un lot de résistances autour de 1 k Ω jusqu'au capteur de 400 nm, le capteur de 200 nm aura une résistance d'environ 1,2 k Ω tandis que le capteur de 100 nm pourra atteindre entre 1,5 et 2 k Ω typiquement. On peut faire la conjecture que cette dérive est due à un effet de la lithographie lorsque la taille devient très petite pouvant introduire des défauts dans le barreau GMR.

b) Densité spectrale de bruit

Focalisons-nous maintenant sur le bruit de mesure. Un premier constat, que nous pouvons réaliser à nouveau et qui a été largement détaillé au Chapitre 3, est la disparition du bruit magnétique dans ces capteurs. Ceci est dû à l'augmentation de l'influence de l'anisotropie de forme pour les faibles largeurs de GMR. Un résultat directement lié à ce constat est la grande stabilité de chaque nanocapteur en termes de rapport signal à bruit.

Dans le cas des GMR, le bruit basse fréquence non magnétique est principalement du bruit en $1/f$ qui suit empiriquement la loi de Hooge, qui est rappelée ici :

$$S_v^2(f) / V_{GMR}^2 = \alpha / f = \gamma_H / n_C \cdot V \cdot f \quad (4.III.1)$$

avec V_{GMR} la tension d'alimentation, f la fréquence de mesure, le paramètre α (adimensionnel) caractéristique du bruit en $1/f$, la densité de porteurs n_C , le volume V et le paramètre de Hooge γ_H .

On s'intéresse maintenant à l'évolution du paramètre α pour le stack 1' dans la Figure 4-18. Trois populations sont présentées sur ce graphique. Sont représentées en rouge des mesures sur des microcapteurs GMR (pour des largeurs allant de 1 μm à 100 μm). Ces capteurs peuvent présenter du bruit en $1/f$ et du RTN magnétique. Pour les capteurs de taille inférieure à 2 μm ($V < 2 \mu\text{m}^3$ environ), le RTN magnétique est supprimé par l'anisotropie de forme. Cela a été montré pour le stack 1 au Chapitre 3. En bleu sont représentées les données sur des capteurs du stack 1' dont le bruit magnétique a été supprimé par application d'un champ extérieur suffisant qui conduit à la saturation du capteur (champ fort appliqué selon l'axe sensible). Enfin, en vert (losanges) les données correspondant aux mesures sur des nanocapteurs sont représentées.

L'une des conséquences de la présence de bruit magnétique ($1/f$ et RTN) est l'apparition d'un écart global à la loi empirique de Hooge (qui serait obtenue en l'absence de bruit magnétique), avec une augmentation moyenne de la valeur du paramètre α mesurée sur un ou deux ordres de grandeurs typiquement. Ce constat peut être retrouvé en comparant les valeurs de α sur les différentes populations. Tout d'abord, deux remarques préliminaires peuvent être faites. Premièrement, il y a une continuité apparente entre les populations rouge (micro-GMR) et verte (nano-GMR) : on peut donc en première approximation exclure l'impact de la fabrication sur la valeur de α et considérer que les variations entre populations sont due à la présence ou non de bruit magnétique. Deuxièmement, les valeurs des nano-GMR de 100 nm de large (à l'extrême gauche du graphique) seront exclues du raisonnement : leur valeur de α est bien plus basse que celle des autres nanocapteurs et au vue des mesures, il est difficile d'affirmer que cette variation soit due à un problème de fabrication (de plus en plus probable au fur et à mesure que la taille diminue) ou bien à une réduction effective du niveau de bruit.

Il est alors possible d'estimer les valeurs du paramètre α pour chacune de ses populations et d'interpréter cette valeur sous certaines hypothèse. Aux valeurs de V élevées ($V > 10 \mu\text{m}^3$ environ), on peut comparer les populations rouge (micro-GMR non-saturées) et bleue (micro-GMR saturées). Une valeur spécifique du paramètre α de Hooge est calculée pour chacune d'elles. Pour les capteurs non-saturés, la valeur de α contient les informations sur le bruit en $1/f$ électrique, le bruit en $1/f$ magnétique et le RTN magnétique : $\alpha_{elec+mag} \sim \alpha_{mag} = 6,0 \cdot 10^{-12}$.

Les capteurs saturés (en bleu) possèdent uniquement l'information sur le bruit électrique du stack 1' : $\alpha_{elec} = 1,0 \cdot 10^{-13}$. Attribuer un sens physique à la valeur de α des nano-GMR (en vert) nécessite une hypothèse supplémentaire. Nous avons vu qu'au-delà d'une certaine valeur critique (autour de $3 \mu\text{m}$ de large pour le stack 1') le RTN magnétique était supprimé. Ainsi, aux petits volumes de capteur ($V < 10 \mu\text{m}^3$), la loi de Hooge reflète seulement le bruit en $1/f$, avec une composante électrique mais aussi magnétique d'après les mesures réalisées. On note également que cette tendance se prolonge aux volumes plus grands si l'on ne considère que les valeurs basses de α (autrement dit celles pour lesquelles le RTN est absent). La régression linéaire de la Figure 4-18 donne une valeur de α intermédiaire : $\alpha_{1/f (total)} \sim \alpha_{1/f (mag)} = 6,7 \cdot 10^{-13}$.

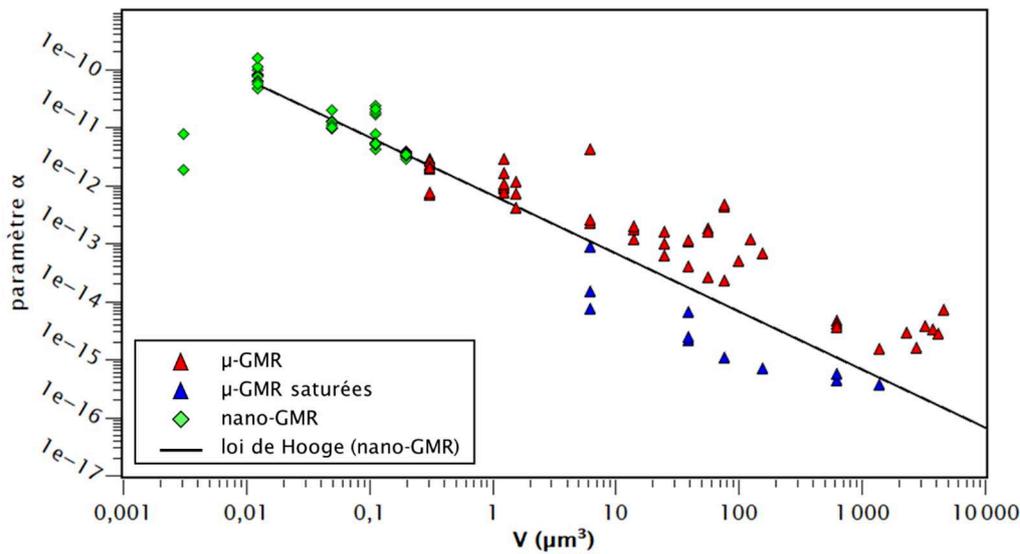


Figure 4-18 : Mesure du paramètre α de Hooge pour des capteurs simple vanne de spin du stack 1'. Chaque point expérimental représente un capteur GMR (mesuré en moyenne 3 fois). En rouge (triangles) sont représentés les mesures selon le procédé standard pour des largeurs supérieures au micron. En bleu (triangles) sont représentés les capteurs selon ce même procédé mais saturés par un champ (bruit magnétique supprimé). Enfin, en vert sont représentés les nanocapteurs réalisés selon le procédé de nanofabrication par amincissement. L'ajustement sur la loi de Hooge est réalisé sur les mesures des nano-GMR en excluant les capteurs de 100 nm. L'erreur de mesure sur chaque point est de l'ordre de la taille du symbole et n'est donc pas représentée sur ce graphique pour des raisons de lisibilité.

On peut noter de plus que la dispersion des mesures autour de la loi de Hooge en présence de RTN magnétique est plus élevée que dans les autres, d'un à deux ordres de grandeur. Ce constat peut être fait par analyse statistique des résidus par rapport au modèle, la méthodologie est détaillée en Annexe VI.

Cette étude illustre donc deux façons de caractériser le bruit dans les capteurs en comparant les valeurs mesurées du paramètre α de Hooge et les différentes régressions statistiques sur les données. Il est ainsi possible de caractériser statistiquement l'impact du bruit sur la distribution des valeurs prises

par le paramètre α de Hooge. Premièrement, en présence de bruit magnétique, on retrouve la déviation systématique à la loi (comme décrit dans la section sur l'étude des résidus de l'Annexe VI) conduisant à l'émergence d'une nouvelle valeur de α que nous avons explicité précédemment. Deuxièmement, en caractérisant la dispersion des mesures de α des capteurs non saturés et en la comparant par analyse de la variance à la dispersion après suppression du RTN magnétique (voir la section ANOVA de l'Annexe VI), un nouveau paramètre est donc disponible pour caractériser spécifiquement l'impact aléatoire du RTN sur le stack en question. De façon plus générale, ce même paramètre (la dispersion des mesures à la loi de Hooge) constitue un facteur de mérite pour caractériser la répétabilité des mesures des capteurs magnétorésistifs.

c) Défectivité

Dans la continuité directe des mesures de bruit et de sensibilité des capteurs nano-fabriqués, on détermine également la défectivité des nanocapteurs GMR obtenus. Dans le cas général, les nano-GMR se comportent de la manière attendue. Sachant que le bruit obéit fidèlement à la loi de Hooge et la sensibilité à une loi macrospin, la défectivité dépend alors de l'inverse du carré de la largeur. On rappelle :

$$S_v(f) = \frac{1}{\sqrt{V}} \cdot \sqrt{V_{GMR} \cdot \frac{\gamma_H}{n_C \cdot f}} = \frac{1}{L} \cdot \sqrt{V_{GMR} \cdot \frac{\gamma_H}{n_C \cdot f \cdot e \cdot K}} \quad (4.III.2)$$

avec K le rapport d'aspect constant (longueur : largeur). Sachant que S est inversement proportionnelle au champ d'anisotropie et donc dépend linéairement de la largeur L , la défectivité suit la relation :

$$D = S_v/S \propto 1/L^2 \quad (4.III.3)$$

Dans le cas d'un rapport d'aspect non conservé, cette dépendance serait en $1/L^{3/2}$.

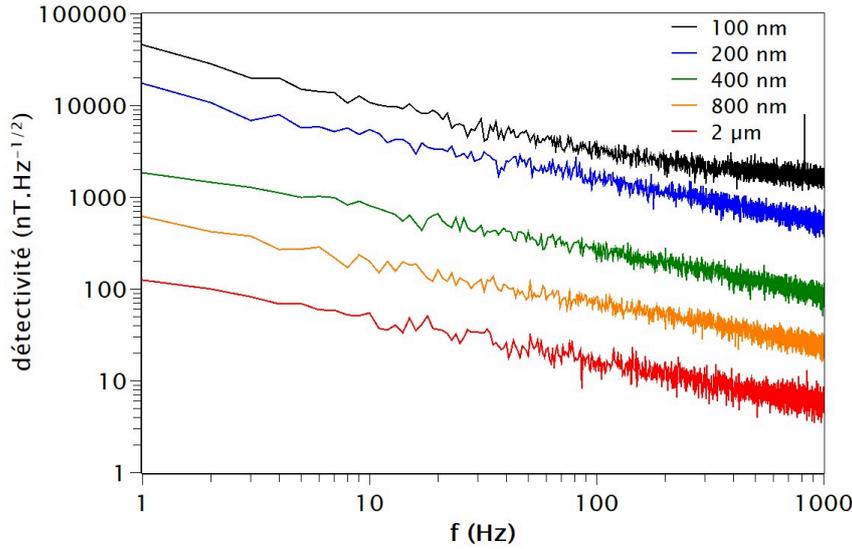


Figure 4-19 : Courbes de détectivité comparées pour des capteurs magnétorésistifs réalisés par amincissement (stack 1').

L'ajustement par la formule (4.III.3) avec les valeurs expérimentales (Figure 4-20), est d'autant plus correcte que les paramètres (sensibilité, bruit...) des capteurs suivent bien les lois attendues : les courbes de réponses sont centrées et linéaire et aucune intervention de bruit magnétique ne vient perturber la robustesse des mesures. Finalement, la source de variabilité prédominante entre les réponses de nano-GMR semblables est soit liée au procédé de fabrication (taille réelle du motif lithographié, défaut) soit à la dégradation partielle d'un des capteurs pendant ou avant les mesures (ESD). La Figure 4-20 permet un aperçu, de cette variabilité ainsi que de la dépendance de la détectivité à L^{-2} pour deux stacks utilisés dans la fabrication de nano-GMR : 1' et 2' (Annexe II). Le même constat peut être fait sur les stacks 1 et 2 (au bruit magnétique près, dans le cas du stack 1) utilisés uniquement pour la fabrication de micro-GMR. L'intérêt pratique du stack 2' sera discuté au Chapitre 5. A titre d'ordre de grandeur, le tableau 4-3 donne les valeurs typiques de détectivités obtenues pour les meilleures nano-GMR (stack 1') à présent. A titre de référence, il est à noter que la détectivité théoriquement attendue dans le bruit thermique pour un capteur de 200 nm de $1 \text{ k}\Omega$ (alimenté à 1 mA à température ambiante) serait de l'ordre de $200 \text{ nT} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$.

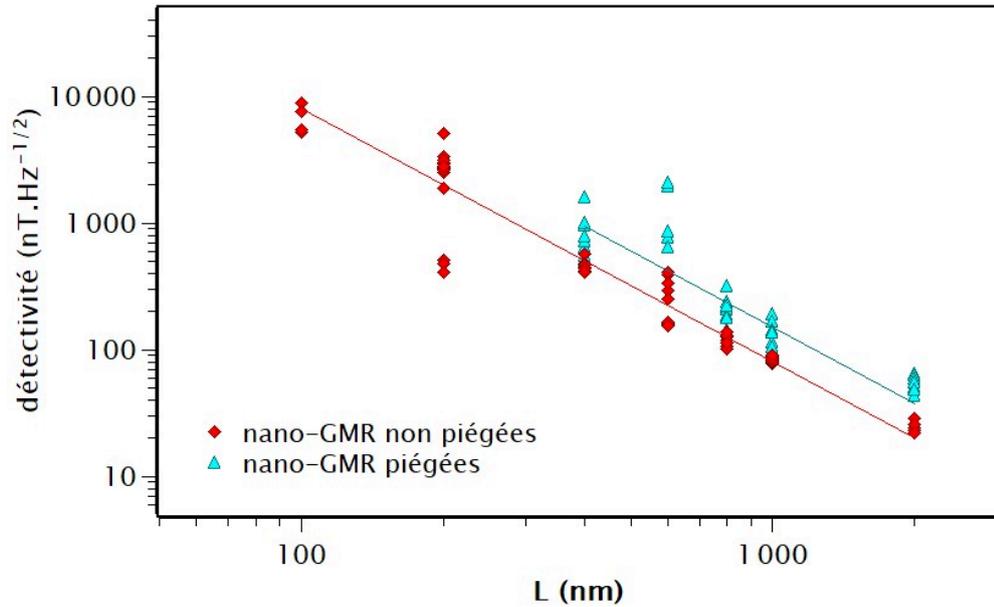


Figure 4-20 : Détectivités à 30 Hz en fonction de la largeur de la GMR pour deux catégories de capteurs réalisés par amincissement : vanne de spin (stack 1') en rouge et vanne de spin avec piégeage interne de la couche libre (stack 2') en bleu. Les deux courbes d'ajustement sont basées sur la loi de Hooge et le modèle macrospin (eq. 4.III.2 et 4.III.3). L'erreur de mesure sur chaque point est de l'ordre de la taille du symbole et n'est donc pas représentée sur ce graphique pour des raisons de lisibilité.

L	D ($\mu\text{T} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$)		
	10 Hz	100 Hz	1 kHz
1 μm	0,1	$3 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
400 nm	1	0,3	$5 \cdot 10^{-2}$
200 nm	4	2	0,8

Tableau 4-3 : Détectivités moyennes obtenues pour différentes tailles de capteurs amincis réalisés avec le stack 1'.

2) Défauts dans les nano-GMR

Ces nanocapteurs bien que privés de l'effet négatif du bruit magnétique ne sont pas exempts de défauts : en termes de performances avec notamment la perte de sensibilité qui accompagne l'augmentation du champ dipolaire avec la réduction de la taille mais aussi les contraintes liées à la « fragilité » de ces capteurs vis-à-vis des conditions de mesure et de manipulation usuelle. Pour continuer sur la thématique des défauts, sur la Figure 4-16, certaines irrégularités inhabituelles dans la réponse magnétique du capteur peuvent être présentes aux faibles largeurs de GMR, bien qu'elles n'influent en pratique pas sur la valeur de la sensibilité. Ces

irrégularités se présentent sous la forme de sauts dans la réponse $R = f(H)$. L'observation au microscope à force magnétique de capteurs micro-GMR (Figure 4-21) de $1\ \mu\text{m}$ et $7\ \mu\text{m}$ respectivement, permet de faire le constat suivant : la taille des défauts et leur densité surfacique observée sur la GMR varie peu, quelle que soit la largeur du barreau GMR.

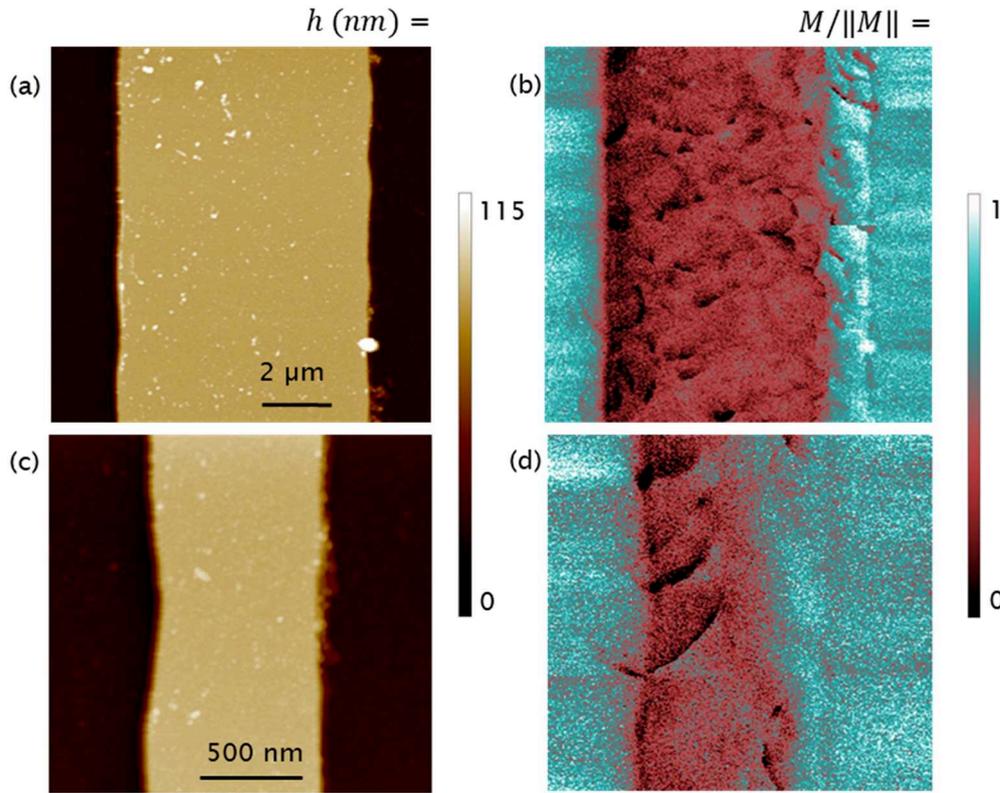


Figure 4-21 : Observation au MFM de deux capteurs micro-GMR (stack 1) de $7\ \mu\text{m}$ (haut) et $1\ \mu\text{m}$ (bas) de large respectivement. Les images topographiques (gauche) et magnétiques (droite) sont représentées. La pointe MFM est polarisée verticalement par rapport au plan du capteur.

Nous savons que ces nanocapteurs présentent moins de bruit magnétique par piégeage fort issu de leur interaction dipolaire. Or, l'observation précédente (faible variation de la taille et de la densité surfacique des défauts) permet de privilégier une hypothèse de stabilisation des défauts magnétiques, les empêchant de fluctuer, plutôt qu'une annihilation des défauts sous l'action du piégeage. Une seconde hypothèse est que dans le cas d'un retournement de la couche libre si ces défauts sont « fixes » alors les domaines qu'ils délimitent ont des chances de se comporter de façons relativement indépendantes les uns par rapport aux autres. De plus, la taille relative des défauts augmentant à mesure que la largeur du capteur diminue, alors leur influence devrait devenir plus forte pour les plus petits des barreaux GMR fabriqués. Et en effet, comme on peut le voir sur quelques exemples en Figure 4-22, lorsque la taille diminue, on observe des « sauts », de plus en plus marqués dans la courbe de magnétorésistance.

Les sauts sont d'autant plus larges en amplitude que la taille du capteur est petite. Cela va dans le sens de notre hypothèse selon laquelle la taille typique des domaines responsables évolue peu quand la taille du capteur varie. On peut également, par simple loi d'échelle sur l'amplitude du saut par rapport à la magnétorésistance du dispositif, estimer sommairement la taille des « zones » responsables de ce comportement. De rapides calculs dans les cas des trois exemples ci-dessous, et en considérant une MR de 6 % (comme pour le reste du stack 1') dans le cas des capteurs de 100 nm et 200 nm (non saturés sur la gamme de mesure), donne pour l'ensemble des sauts visibles ici des tailles typiques de l'ordre de 1 à 10 % du volume du barreau. Plus la taille des capteurs augmente, plus les sauts se font difficiles à identifier. S'ils sont souvent présents aux tailles de 200 nm et 100 nm, ils se font bien plus rares, en apparence tout du moins pour les tailles supérieures à 600 nm.

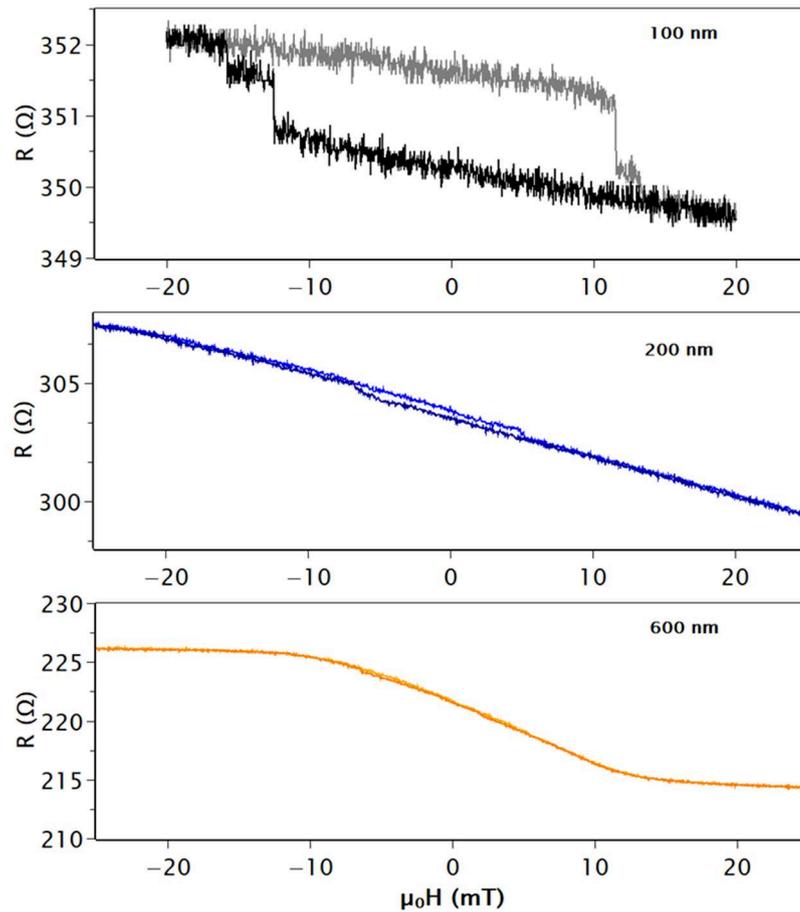


Figure 4-22 : Exemples expérimentaux de courbes de réponse pour des nanocapteurs GMR (stack 1) obtenus par amincissement. Observation de la présence de « sauts » d'amplitude et position en champ variant selon la taille du capteur.

Pour étayer les hypothèses précédentes, des simulations micromagnétiques ont été menées sur le logiciel OOMMF (voir Annexe I) et comparées aux expériences. Le barreau nano-GMR est modélisé par sa couche libre. Sa géométrie

prend en compte le changement de taille en fin de zone d'amincissement, les contacts sont considérés comme court-circuitant les portions non amincies. On soumet ensuite ce capteur-modèle au même cycle de champ magnétique de telle sorte à obtenir sa courbe de réponse en champ ainsi que le comportement de son aimantation locale.

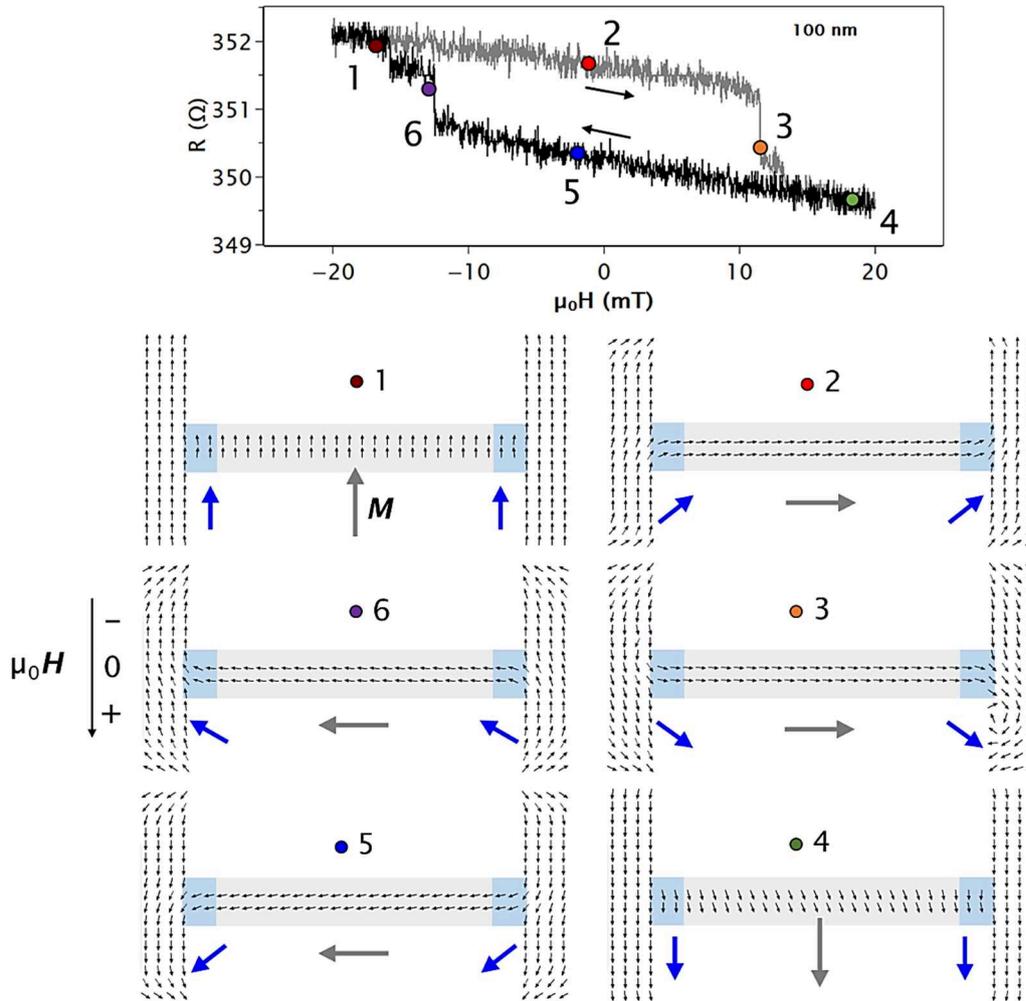


Figure 4-23 : Mise en perspective de la courbe de réponse mesurée d'un nanocapteur GMR de 100 nm réalisé par amincissement avec une simulation micromagnétique (OOMMF) d'un capteur aminci témoin de même géométrie et modélisé en première approximation par le comportement de sa couche libre. La GMR est approximée dans le cadre de la simulation à une couche de NiFe de 5 nm d'épaisseur pour une discrétisation de l'aimantation en éléments de 10 nm. Des explications complémentaires sont données en Annexe I.

Une telle géométrie permet d'observer des comportements très similaires aux différents cas expérimentaux. Comme on peut le voir dans le cas de la Figure 4-23, où le barreau simulé ne présente pas de « défaut », les sauts principaux de la réponse en champ sont causés par les deux bords de l'amincissement aux extrémités du barreau. Un décalage est présent entre la réponse de ces portions, par rapport au reste du corps du barreau et on peut suivre l'évolution de la microstructure

magnétique en parallèle de sa réponse magnétique globale. La Figure 4-24 illustre différentes simulations réalisées pour des barreaux nanométriques (NiFe). L'existence d'un saut dans la réponse (dû aux effets de bords) plus marqué aux tailles faibles est observée.

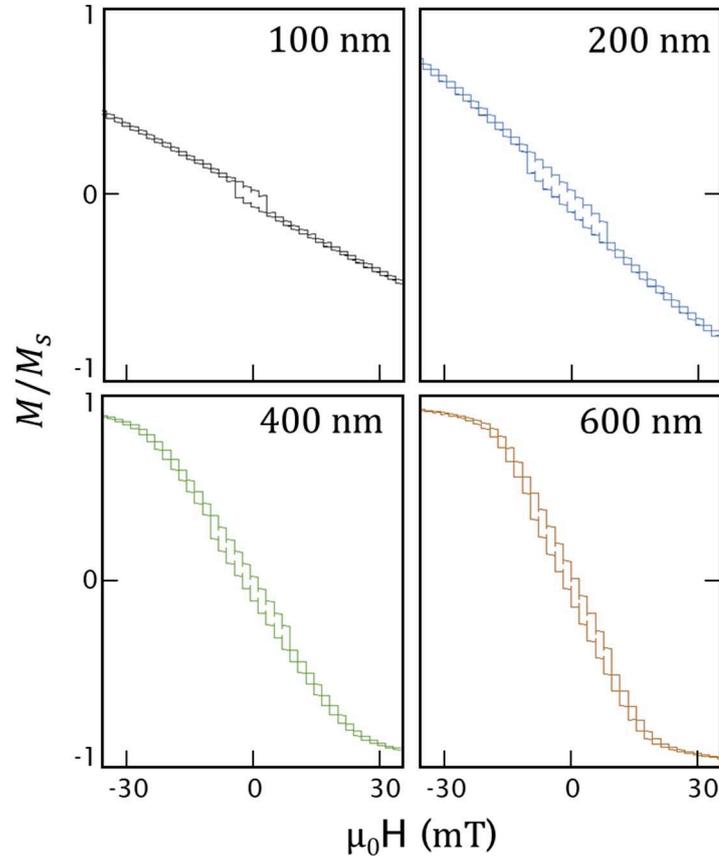


Figure 4-24: Aimantation (normalisée par rapport à l'aimantation à saturation) simulée pour différentes largeurs de barreaux de NiFe soumis à un champ magnétique variant entre -30 mT et +30 mT. L'épaisseur de la couche de NiFe est fixée à 5 nm. L'aimantation du barreau est discrétisée en éléments de 20 nm. Le rapport d'aspect entre la largeur et la longueur de chaque barreau vaut 1 : 10.

Pour aller plus loin, si on introduit des défauts (par exemple des fissures ou des zones moins magnétiques dans le barreau) dans le barreau simulé, typiquement sur le bord, alors on rajoute des comportements du même type, avec de petits sauts supplémentaires qui apparaissent dans la courbe de réponse $R = f(H)$ (comme dans le cas du capteur de 100 nm par exemple). Différents tests sont représentés sur la Figure 4-25 dans le cas d'un barreau de 200 nm de large. On observe que la présence de défauts modifie ou ajoute des sauts dans la réponse par rapport au cas où seuls les effets des bords sont présents. Il est à noter que pour un barreau présentant de rares défauts espacés entre-deux, alors ce sont les zones proches des bords qui seront les plus à même d'introduire des sauts. Ils contribuent en effet à amplifier l'effet « bloquant » des bords sur l'aimantation locale. En revanche, à moins de plusieurs défauts rapprochés dans la même zone, les zones centrales du barreau ne déforment

pas (ou peu) la réponse de l'ensemble. Dans le cas général, la taille typique des portions impliquées lors de sauts équivalents à ceux observés sur les courbes de magnétorésistance est de l'ordre de 1 à 10 % du volume du barreau, ce qui reste cohérent tant avec les calculs réalisés qu'avec les observations menées au MFM par exemple.

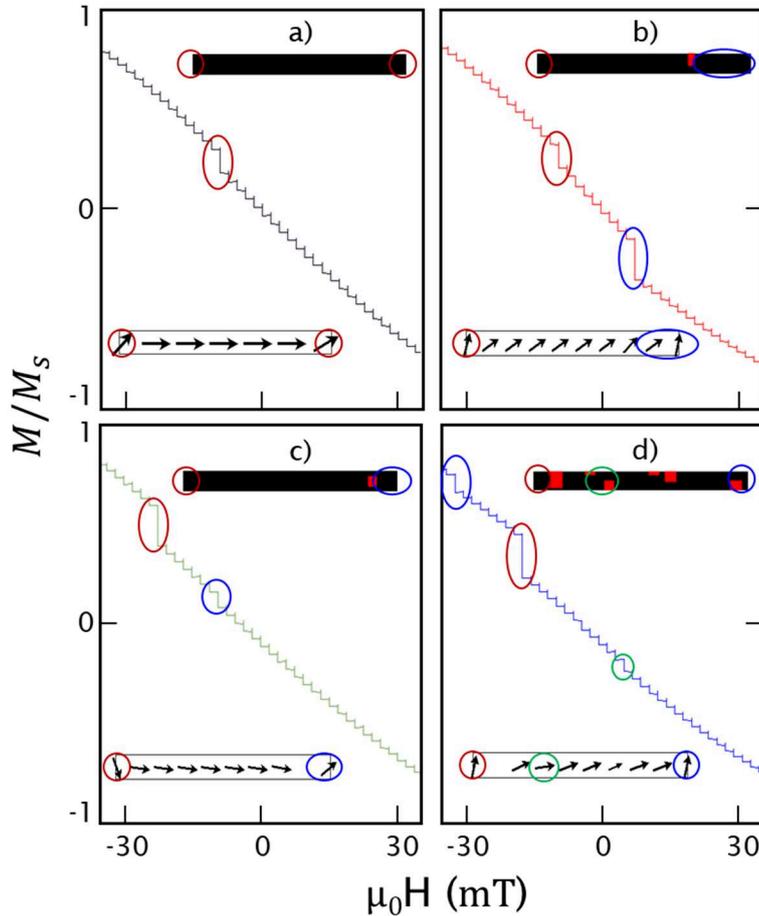


Figure 4-25 : Influence de la présence de défauts (portions non magnétiques en rouge) dans le barreau (rectangle noir) sur l'apparition de sauts dans la courbe de réponse des nanocapteurs. Les zones identifiées (cercles colorés) sont celles dans lesquelles le comportement de l'aimantation est désolidarisée du reste du barreau et qui sont responsables de l'apparition de sauts. Chaque barreau présente des dimensions de $200 \text{ nm} \times 2 \text{ }\mu\text{m}$ pour une épaisseur de 5 nm de NiFe pour une taille de discrétisation de l'aimantation de 20 nm . Pour une meilleure lisibilité, les distributions d'aimantation présentées (simulations OOMMF : inserts en dessous de chaque courbe) sont moyennées localement par rapport à la discrétisation effective de la simulation. Le champ magnétique est appliqué de $+30 \text{ mT}$ vers -30 mT . a) Barreau sans défauts : les sauts sont dus aux effets de bord. b) et c) Barreau avec un défaut unique (fissure ou trou) proche d'une extrémité : apparition d'un second saut dû à la zone délimitée par le défaut et le bord le plus proche. d) Barreau présentant de multiples défauts.

La suppression des principaux sauts dans la réponse est relativement simple à mener et consiste en la modification de la largeur des contacts pour venir court-circuiter les portions problématiques sur les bords du capteur. Une bonne maîtrise

de l'étape de lithographie permet aussi de réduire les irrégularités du barreau. On note aussi que ce problème de sauts est parfois présent, et plus visible sur les micro-GMR à faible rapport d'aspect, lorsqu'un décalage de l'alignement a eu lieu entre les étapes « GMR » et « contacts ». Sur de tels capteurs, l'impact des bords du barreau sur la réponse est potentiellement plus important. Un décalage des contacts est alors susceptible de « révéler » l'impact du bord le moins court-circuité...

Nous avons vu en détails dans ce chapitre les contraintes spécifiques liées au développement de nanocapteurs GMR. Ces contraintes sont en premier lieu liées à la définition d'une stratégie de fabrication mais également au conditionnement, à la manipulation et à la mesure de leurs propriétés (ESD, réduction des sauts dans la réponse). A travers la fabrication et la caractérisation de différents lots de capteurs fonctionnels, la faisabilité de GMR présentant des tailles allant jusqu'à 100 nm et avec des limites de détection à basse fréquence compatibles avec notre application (typiquement entre 100 nT et 10 μ T pour les capteurs de largeur comprise entre 800 nm et 100 nm) a été démontré. L'enjeu maintenant porte sur l'intégration de ces nano-GMR sur un micro-bras de levier et la réalisation d'images magnétiques. Ces deux points seront au cœur des problématiques et des discussions abordées dans le Chapitre 5.

En bref

- Développement d'un procédé de fabrication de nanocapteurs GMR par amincissement de capteurs microniques.
- Caractérisation des capteurs et continuité des performances entre ce nouveau procédé et le procédé standard en lithographie optique pour les tailles supérieures au micron.
- Réduction du bruit magnétique dans la même logique que le travail développé au Chapitre 3.
- Etude expérimentale de la loi empirique de Hooge sur 6 ordres de grandeur par rapport au volume du capteur GMR.
- Interprétation physique de la réponse des nanocapteurs aux tailles les plus faibles. Travail appuyé sur la simulation.

Bibliographie

1. Rai-Choudhury, P. *Handbook of Microlithography, Micromachining, and Microfabrication: Micromachining and microfabrication*. (SPIE Press, 1997).
2. Tabeling, P. & Chen, S. *Introduction to Microfluidics*. (Oxford University Press, 2005).
3. Printed circuit board. *Wikipedia* (2020).
4. Quad Flat No-leads package. *Wikipedia* (2019).
5. Kong, L., Pan, Q., Cui, B., Li, M. & Chou, S. Y. Magnetotransport and domain structures in nanoscale NiFe/Cu/Co spin valve. *J. Appl. Phys.* **85**, 5492–5494 (1999).
6. Wood, D. K., Ni, K. K., Schmidt, D. R. & Cleland, A. N. Submicron giant magnetoresistive sensors for biological applications. *Sens. Actuators Phys.* **120**, 1–6 (2005).
7. Coelho, P., Leitao, D. C., Antunes, J., Cardoso, S. & Freitas, P. P. Spin Valve Devices With Synthetic-Ferrimagnet Free-Layer Displaying Enhanced Sensitivity for Nanometric Sensors. *IEEE Trans. Magn.* **50**, 1–4 (2014).
8. Tseng, A. A., Chen, K., Chen, C. D. & Ma, K. J. Electron beam lithography in nanoscale fabrication: recent development. *IEEE Trans. Electron. Packag. Manuf.* **26**, 141–149 (2003).

9. Chen, Y. Nanofabrication by electron beam lithography and its applications: A review. *Microelectron. Eng.* **135**, 57–72 (2015).
10. Chen, W. & Ahmed, H. Fabrication of 5–7 nm wide etched lines in silicon using 100 keV electron-beam lithography and polymethylmethacrylate resist. *Appl. Phys. Lett.* **62**, 1499–1501 (1993).
11. Grigorescu, A. E. & Hagen, C. W. Resists for sub-20-nm electron beam lithography with a focus on HSQ: state of the art. *Nanotechnology* **20**, 292001 (2009).
12. Chen, Y., Peng, K. & Cui, Z. A lift-off process for high resolution patterns using PMMA/LOR resist stack. *Microelectron. Eng.* **73**, 278–281 (2004).
13. Cord, B., Dames, C., Berggren, K. K. & Aumentado, J. Robust shadow-mask evaporation via lithographically controlled undercut. *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.* **24**, 3139–3143 (2006).
14. Williams, K. R. & Muller, R. S. Etch rates for micromachining processing. *J. Microelectromechanical Syst.* **5**, 256–269 (1996).
15. Williams, K. R., Gupta, K. & Wasilik, M. Etch rates for micromachining processing-Part II. *J. Microelectromechanical Syst.* **12**, 761–778 (2003).
16. Ker, M.-D. & Hsu, K. C. Overview of on-chip electrostatic discharge protection design with SCR-based devices in CMOS integrated circuits. *IEEE Trans. Device Mater. Reliab.* **5**, 235–249 (2005).
17. Voldman, S. H. *ESD: Circuits and Devices*. (John Wiley & Sons, 2015).
18. Hardner, H. T., Hurben, M. J. & Tabat, N. Noise and magnetic domain fluctuations in spin-valve GMR heads. *IEEE Trans. Magn.* **35**, 2592–2594 (1999).

Chapitre 5 :

Microscopie magnétorésistive sous pointe

« Tout jugement oscille sur la pointe de l'erreur... La connaissance est une perpétuelle aventure à la lisière de l'incertitude. »

Frank Herbert, *Dune*, 1985.

Chapitre 5 :	Microscopie magnéto-résistive sous pointe	145
I)	Le Dispositif	151
1)	Principe du microscope GMR	151
2)	Propriétés des pointes GMR	154
a)	Propriétés mécaniques	154
b)	Propriétés magnétiques	156
3)	Montage expérimental	158
II)	Fabrication des pointes GMR	161
1)	Procédé complet	161
2)	Spécificités et évolution du procédé de fabrication	166
a)	Méthodes de gravure	166
b)	Maturation du procédé de fabrication	167
III)	Premières mesures	168
1)	Réalisation d'une image	168
2)	Influence du capteur sur l'échantillon	174
IV)	Mesures avancées	177
1)	Suppression de l'artefact de topographie dans la mesure magnétique	177
2)	Versatilité des pointes et implémentation sur des dispositifs commerciaux	180
a)	Nano-Observer® (CSI)	180
b)	Innova® (Brüker)	182
V)	Mesure de susceptibilité magnétique	182
1)	Bases de la mesure	182
a)	Modèle	182
b)	Contraste	185
2)	Vers la validation expérimentale	186
VI)	Seconde génération de pointes GMR	189
1)	Nouvelles fonctionnalités	189
2)	Gagner en résolution latérale	190
a)	Géométrie de la pointe	190
b)	Méthode différentielle	192
c)	Perspectives nano-TMR	193
	Bibliographie	195

Table des Figures :

Figure 5-1 : Principe du dispositif de microscopie. Exemple d'image de pistes conductrices parcourues par des courants opposés. Par soucis de lisibilité sur les schémas, le capteur est représenté au-dessus de la pointe. Expérimentalement dans le dispositif de microscopie le capteur GMR est bien face à l'échantillon à mesurer151

Figure 5-2 : Exemples de pointes GMR tirées de la littérature : a) Costa et al. ⁸ et b) Nakamura et al. ⁵.153

Figure 5-3 : Allure du potentiel de Lehnard-Jones (intensité et signe de la force d'interaction en fonction de la distance pointe-échantillon). E_0 est l'énergie du puit de potentiel et z_0 est la distance à laquelle le bilan des forces passe d'attractif à répulsif. Identification des zones typiques d'utilisation des modes standards « contact » (C) et « tapping » (T) de l'AFM.154

Figure 5-4 : Deux comportements possibles lors de l'approche (étapes a et b) puis du retrait (étapes c et d) des pointes. Courbe de réponse en déflexion du capteur en fonction de la position du levier par rapport à la surface (gauche). Les points P et P' mettent en évidence respectivement les étapes de contact et de décrochage de la pointe sur l'échantillon. Illustration du comportement de la pointe associée à chaque réponse (droite). La pointe peut soit se décrocher facilement (haut), soit adhérer plus longtemps avec la surface (bas).....155

Figure 5-5 : Géométrie de la pointe d'AFM. Grandeurs utiles pour l'estimation des propriétés mécaniques.156

Figure 5-6: (haut) Masques d'une pointe micro et nano-GMR , respectivement de 4 μm et 500 nm de large (gauche). Le code couleur des couches du masque est le suivant : GMR en rouge, contacts en bleu, pointe (Si_3N_4) en violet et rectangles d'amincissement (pour les nano-GMR) en rose. (droite) Courbe de détectivité du capteur de 500 nm de large. Cette pointe est celle utilisée dans la partie III de ce chapitre. (bas) Tableau des grandeurs typiques associées aux capteurs de la première génération de pointes GMR.157

Figure 5-7 : Schéma détaillé du fonctionnement du microscope GMR à sonde locale. Par soucis de lisibilité sur les schémas, le capteur est représenté au-dessus de la pointe. Expérimentalement dans le dispositif de microscopie le capteur GMR est bien face à l'échantillon à mesurer.159

Figure 5-8 : Photographies du microscope GMR. Vue d'ensemble (a). Pointe GMR montée sur son support et connectée (b). Support échantillon (c) : échantillon magnétique (dans cette image, un morceau de bande magnétique) monté sur un tube piézoélectrique.....161

Figure 5-9 : Photographie d'un échantillon en fin de procédé de fabrication des pointes. Trois grossissements différents des motifs numériques du masque des pointes sont également représentés.....165

Figure 5-10 : Mise en perspective du masque numérique d'une pointe nano-GMR avec différentes étapes du procédé de fabrication (de gauche à droite) : amincissement d'un

capteur GMR, dépôt des contacts Ti/Au, passivation Si ₃ N ₄ , libération des pointes en face avant par RIE.....	165
Figure 5-11 : Pointes nano-GMR prêtes à l'emploi. Lot de 3 pointes montées sur un support PCB (gauche). Vue rapprochée au microscope optique du lot de pointes (droite). On note la présence des microsoudures (Al), des motifs de répartition des contraintes autour de la base de chaque pointe en face avant ainsi que la présence d'un reliquat en face arrière d'une des « oreilles » de compensation pour la gravure chimique (en bas, rose irisé de vert)	166
Figure 5-12 : Pointe nano-GMR (capteur de $0,5 \times 12 \mu m^2$) vue au MEB.....	166
Figure 5-13 : Principes comparés des méthodes de gravure utilisées : physique IBE (gauche), physico-chimique RIE (centre), chimique (droite). Les étoiles colorées indiquent des réactions chimiques entre la cible (rouge) et un ion présent lors de la gravure (RIE ou chimique).	167
Figure 5-14 : Evolution du procédé de fabrication des pointes. Restriction de la surface passivée (couche de Si ₃ N ₄ en bleu) et ajout de motifs de compensations pour éviter respectivement le flambement du micro-bras de levier sous l'effet des contraintes et leur fragilisation. Il est à noter que les lots de nitrure de silicium utilisés pour les deux pointes sont différents.	168
Figure 5-15 : Vue schématique de la configuration de la mesure-témoin sur la bobine de calibration. Aperçu des 3 composantes (x, y, z) du champ émis par la bobine où B_s est l'amplitude maximale de la composante du champ magnétique mesurable dans le plan parallèle à l'échantillon contenant le capteur GMR : soit à $5,7 \mu m$ de la surface. B_z est la composante hors du plan à la même distance de la surface de l'échantillon...	169
Figure 5-16 : Exemples de mesures de la topographie (gauche) et de la cartographie obtenue par récupération des variations de tension renormalisée de la GMR (droite).	170
Figure 5-17 : Récupération de la totalité de l'information magnétique par correction de la phase du signal. L'information contenue hors phase (b) est transférée mathématiquement dans l'information en phase (a).....	171
Figure 5-18 : Extraction du bruit de l'image par transformée de Fourier (spatiale). Mesure d'un signal à 293 Hz (gauche) et 1171 Hz (droite). Un profil d'intensité sur une longueur de $12 \mu m$ est relevé pour chaque image.....	172
Figure 5-19 : Filtrage du bruit aux hautes fréquences spatiales de l'image. Récupération du signal utile aux basses fréquences spatiales.	173
Figure 5-20 : Comparaison de l'image obtenue par le dispositif de microscopie après traitement complet (gauche) et de la simulation pour cette même bobine.	174
Figure 5-21 : Calculs des champs de fuite émis par un conducteur rectangulaire ($3 \mu m \times 5 nm$) de longueur infini, parcouru par un courant $i = 1 mA$	175
Figure 5-22 : Exemple de simulations des champs de fuite de la couche dure (gauche) et de la couche libre (droite) d'aimantations respectives M_1 et M_2 ($8 \cdot 10^5 A/m$ sur $5 nm$ d'épaisseur et $2 \cdot 10^6 A/m$ sur $0,5 nm$). Les valeurs des champs sont données à $z = 5 \mu m$ de distance pour simuler l'impact d'une pointe AFM GMR de 1 ^{ère} génération sur un hypothétique échantillon.	176

- Figure 5-23 : (a) Evolution de la sensibilité des capteurs de stack 2' aux petites largeurs ($L \leq 2 \mu\text{m}$). Ajustement par une constante aux tailles supérieures (ligne noire) à 800 nm et par une droite pour les tailles plus petites (modèle macrospin – ligne bleue). (b) Scan d'une portion de barreau GMR de 50 μm de large (type « stack 1 ») avec une pointe micro-GMR (GMR de 4 μm de large). (c) Image topographique. (d) Image magnétique. Un gain ($\times 200$) est appliqué au signal GMR.....177
- Figure 5-24 : (a) Image au microscope optique d'un échantillon composé d'une ligne de courant (alimenté à 1 kHz par un courant de 23 mA) déposée par-dessus une ligne GMR mais isolée électriquement. La cartographie de la topographie de la zone de scan ($50 \times 50 \mu\text{m}^2$), mesurée avec la pointe GMR, est superposée à l'image optique de l'échantillon. (b) Image obtenue par la déflexion δ du bras de levier. (c) Image magnétique de la composante statique du signal de l'échantillon (champ de fuite de la ligne GMR). (d) Image magnétique de la composante AC de l'image (champ produit par la ligne de courant). Les trois images magnétiques sont normalisées.....178
- Figure 5-25 : Impact de l'artéfact de topographie sur la mesure des champs statiques d'un échantillon par une pointe GMR. (a) Image obtenue par la déflexion δ du bras de levier. (b) Image magnétique obtenue par lorsque le capteur GMR est saturé : artéfact. (c) Image magnétique obtenue pour un capteur GMR non-saturé et alimenté par un courant DC de 1 mA : artéfact superposé au signal utile. (d) Image magnétique obtenue pour un capteur GMR non-saturé et alimenté par un courant AC de 1 mA : signal utile sans artéfact.....179
- Figure 5-26 : (gauche) AFM Innova ®. (droite) AFM Nano-Observer ®.....180
- Figure 5-27 : Mesure d'un échantillon GMR (stack 1) de 50 μm de large par une pointe GMR alimentée à 300 mV (DC) et montée sur un AFM Nano-Observer ®. (a) Image et profil topographiques de l'échantillon. (b) Image magnétique et profil obtenus avec le signal GMR. Un gain de 200 est présent dans l'image magnétique.....181
- Figure 5-28 : Mesure d'un échantillon GMR (stack 1) de 50 μm de large par une pointe GMR alimentée à 300 mV (AC) et montée sur un AFM Nano-Observer ®. (a) Image et profil topographiques de l'échantillon. (b) Image magnétique et profil obtenus avec le signal GMR. Un gain de 200 est présent dans l'image magnétique.....181
- Figure 5-29 : Mesure d'un échantillon de bande magnétique par une pointe GMR montée sur un AFM Innova ®. (a) Image topographique d'une première zone de l'échantillon. (b) Image magnétique obtenue pour la première zone avec le signal GMR pour une alimentation de 300 mV (DC) du capteur. (c) Approche de la pointe de la surface de l'échantillon. (d) Image topographique d'une seconde zone de l'échantillon. (e) Image magnétique obtenue pour la seconde zone avec le signal GMR pour une alimentation de 300 mV efficaces (AC) du capteur. Un gain de 200 est présent dans les images magnétiques.....182
- Figure 5-30 : (a) Mesures expérimentales des parties réelle et imaginaire de la perméabilité magnétique $\mu = 1 + \chi$ en fonction de la fréquence, d'un échantillon de fer (cercles) et d'acier trempé (croix) d'après Bowler et al. (2006)⁴⁰. (b) Simulations basées sur les équations 5.V.1 et 5.V.2 et d'après les données expérimentales.....184

- Figure 5-31 : Courbes de contraste en susceptibilité entre deux matériaux magnétiques en fonction des quatre paramètres de χ . Pour chaque courbe, le matériau a caractérisé par 100 ; 10 ; 1/600 ; 0,4 est comparé à un matériau b , qui diffère uniquement par la valeur de l'un des paramètres. Les valeurs pour les différents matériaux b , sélectionnées pour la comparaison, sont les suivantes : $\chi'_0 = 120$, $\chi'_\infty = 30$, $t_0 = 1/200$ et $\nu = 0,45$ respectivement, dans les quatre graphiques (le symbole de la grandeur qui varie est indiquée au-dessus de chaque graphique).186
- Figure 5-32 : Cartographie (normalisée) de susceptibilité d'un damier en feuilles d'acier inox collées sur un support non magnétique (200 μm d'épaisseur) réalisé avec le dispositif de sonde 3D GMR. (gauche) Partie réelle du signal magnétique. (droite) Partie imaginaire.....187
- Figure 5-33 : (haut) Courbes de contraste sur χ' et χ'' obtenue sur les matériaux a et b simulés dans la Figure 5-31. (bas) Exemple de fonction chirp pouvant être utilisée afin de réaliser un balayage en fréquence pour chaque pixel de l'image magnétique obtenue microscopie. Des régions d'intérêt ou ROI (zones colorées) peuvent être arbitrairement définies afin d'obtenir différents contrastes.188
- Figure 5-34 : Masques de lithographie pour les bras de levier à deux GMR. Les étapes définissant les motifs des GMR (rouge), des contacts (bleu) et de la pointe (violet) sont présentées. (a) Configuration « gradiomètre ». (b) Configuration pour la mesure du champ magnétique en 2D.190
- Figure 5-35 : Exemples de pointes commerciales standards pour AFM. (gauche) Pointe NSG30/SCD/5 de NT-MDT ⁴⁶. (droite) Pointe PPP-NCHR de Nanosensors ⁴⁷.191
- Figure 5-36 : Deux stratégies pour rapprocher le capteur de l'apex du micro-bras de levier. Les étapes de lithographie définissant les motifs des GMR (rouge), des contacts (bleu) et de la pointe (violet) sont présentées. (a) Pointe arrondie. (b) Pointe à nano-apex.191
- Figure 5-37 : Exemples de pointes GMR de la seconde génération. a) pointe arrondie. b) configuration en gradiomètre. c) configuration pour la mesure 2D.192
- Figure 5-38 : Illustration d'une idée d'approche différentielle, par l'intégration d'un second capteur dans la pointe. Modèle (amplitudes normalisées) pour une ligne de courant de 500 nm et un décalage entre les deux capteurs de 1 μm selon y . Le capteur est supposé en contact avec la ligne pour ce cas modèle. Sont représentés : le signal de la ligne (éch.), le signal mesuré (pour une ligne de scan selon y) par les deux capteurs indépendamment (a et b), la différence entre les signaux des capteurs (a-b).....193
- Figure 5-39 : Etapes de fabrication d'un pilier TMR d'après Boule (2007) ⁵¹. (a) Définition d'un masque (lithographie) par-dessus le stack TMR. (b) Gravure (IBE) du pilier TMR. (c) Dépôt d'une couche isolante. (d) dépôt de la résine de planarisation. (e) Gravure RIE. (f) reprise des contacts.....194

I) Le Dispositif

1) Principe du microscope GMR

Le dispositif de microscopie à sonde locale qui constitue l'enjeu principal de cette thèse repose sur l'intégration des capteurs GMR sur des micro-bras de levier flexible. Une vue simplifiée du principe de ce dispositif est représentée en Figure 5-1. L'idée principale est la suivante : un échantillon magnétique est scanné par un bras de levier sur lequel a été lithographié un ou plusieurs capteurs GMR. Comme pour un microscope à force atomique standard (AFM), la réponse mécanique du levier témoigne de la topographie (la variation du relief de la surface) de l'échantillon. Le capteur GMR intégré permet quant à lui de collecter une information quantitative sur la réponse magnétique de l'échantillon observé. On distingue ainsi deux différentes résolutions latérales dans nos pointes GMR : celle de l'image topographique et celle de l'image magnétique. La résolution latérale de la mesure de la topographie dépend du rayon de courbure de l'apex du bras de levier. En effet, contrairement aux pointes standards, aucune « pointe AFM » n'est présente en dessous du bras de levier. La résolution spatiale de la mesure magnétique dépend de la taille du capteur. Plus le capteur est proche de la surface à mesurer (donc de l'apex du bras de levier), plus l'intensité du signal magnétique mesuré sera grande et plus les détails du comportement magnétique de l'échantillon seront visibles.

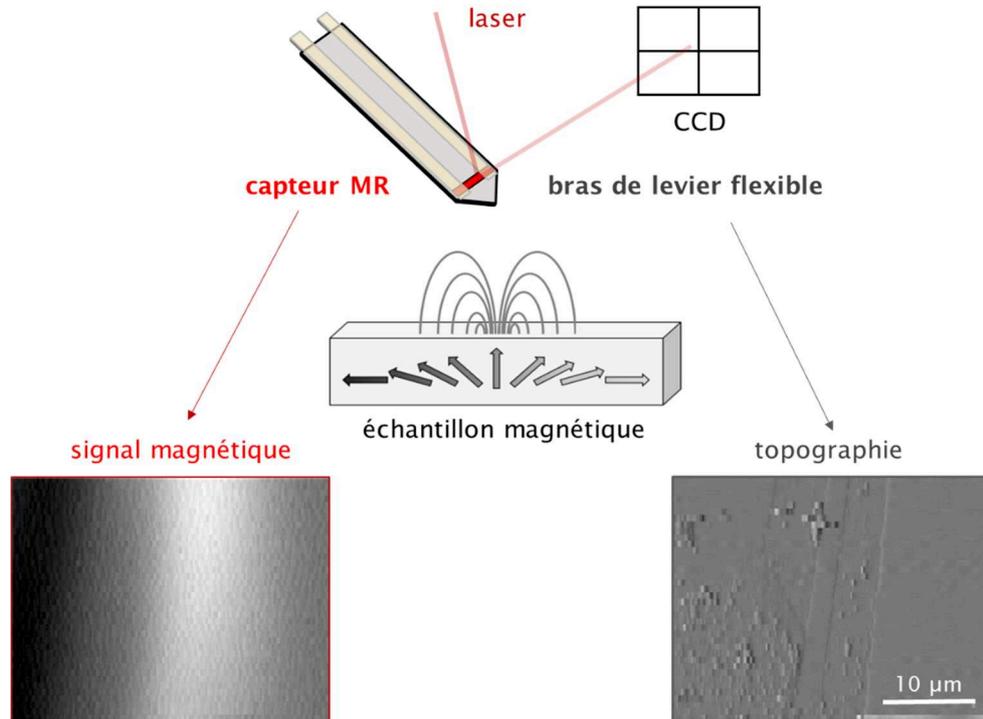


Figure 5-1 : Principe du dispositif de microscopie. Exemple d'image de pistes conductrices parcourues par des courants opposés. Par soucis de lisibilité sur les schémas, le capteur est représenté au-dessus de la pointe. Expérimentalement dans le dispositif de microscopie le capteur GMR est bien face à l'échantillon à mesurer.

Parmi les principaux intérêts de la méthode, aussi dénommée S(P)MRM pour *Scanning (Probe) MagnetoResistance Microscopy* dans la littérature, on peut citer son caractère quantitatif ainsi que sa directionalité ^{1,2}. Ces deux facteurs reposent essentiellement sur la qualité des GMR placées sur les pointes : chaque capteur possède en particulier, comme nous l'avons vu, un axe sensible pour lequel l'évolution de la réponse du capteur est linéaire sur une certaine gamme de champ magnétique mesuré. La séparation des deux informations magnétique et topographique obtenues, par construction, constitue l'une des forces de ce dispositif par rapport notamment aux pointes MFM standard. Celles-ci, constituées ou recouvertes d'un matériau magnétique, fournissent une réponse où topographie et magnétisme sont intrinsèquement corrélés. De plus, ces dernières doivent être régulièrement ré-aimantées ³, contrairement aux GMR dont les propriétés varient peu dans le temps ². La durée de vie des pointes devrait être également impactée : le capteur magnétique n'étant jamais en contact direct avec l'échantillon, ses propriétés ne seront *a priori* pas dégradées par une utilisation prolongée. Dans le cas d'un nanocapteur placé à quelques nanomètres de l'apex, ce qui n'est pas le cas dans les pointes fabriquées jusqu'à ce jour, ce dernier constat pourra être nuancé.

Quelques mises en application de cette technique de SPM sont présentes dans la littérature. L'un des articles de référence de la microscopie locale SMRM basée sur les capteurs GMR est celui de Yamamoto *et al.* ⁴ qui rapportent des « résolutions » sur le signal magnétique de plusieurs microns à plusieurs centaines de nanomètres (pour une configuration particulière à deux capteurs). Dans cette étude en revanche aucun bras de levier n'est utilisé, pour renseigner sur la topographie de l'échantillon scanné. Il faut attendre quelques années de plus avec notamment des articles comme celui de Nakamura *et al.* ⁵ en 2002 pour voir des dispositifs de microscopie à sonde locale avec des GMR directement intégrées sur un bras de levier permettant une mesure de la hauteur. Nakamura *et al.* rapportent des mesures pour des éléments GMR intégrés de $2 \times 5 \mu\text{m}^2$ pour une résolution latérale de quelques microns et une limite de détection de 170 μT (voir la Figure 5-2). Plus récemment, on retrouve notamment les travaux de Takezaki *et al.* ^{6,7} autour de 2005 avec des capteurs de $10 \times 25 \mu\text{m}^2$ et aussi les travaux de Costa *et al.* ⁸ en 2015 utilisant des pointes intégrant deux capteurs GMR de $1 \times 20 \mu\text{m}^2$ pour une limite de détection approximative de 100 μT .

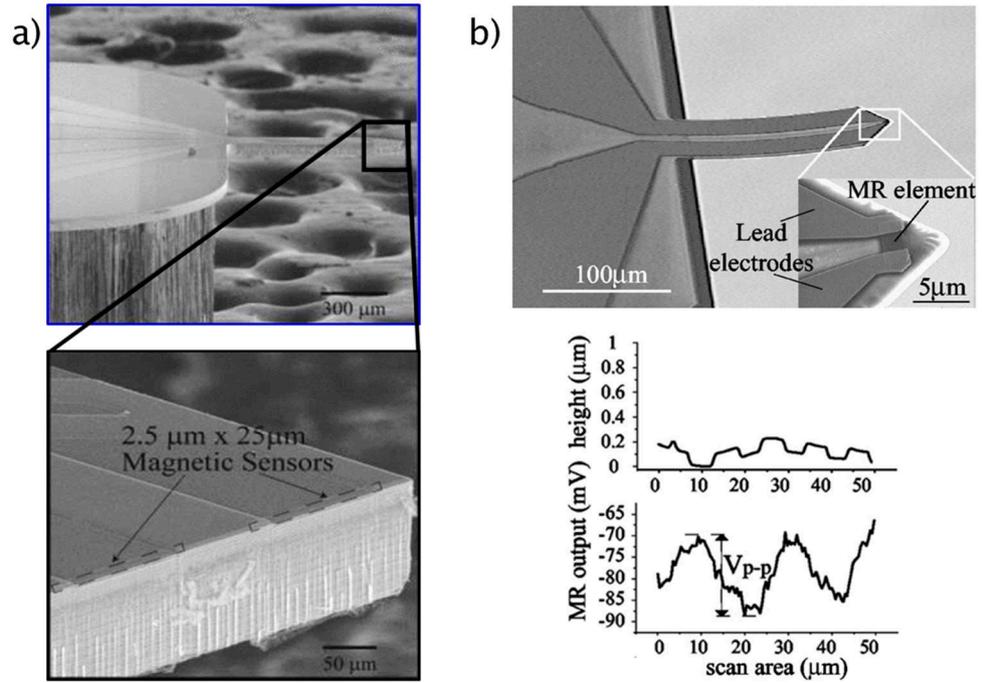


Figure 5-2 : Exemples de pointes GMR tirées de la littérature : a) Costa *et al.* ⁸ et b) Nakamura *et al.* ⁵.

L'un des points spécifiques de notre travail, au regard de l'état de l'art de cette méthode de microscopie GMR, est d'obtenir une résolution spatiale sur le signal magnétique submicronique dans le cas d'une pointe intégrant une unique vanne de spin GMR. L'idée, on le verra par la suite, est notamment d'exploiter le procédé de développement des nano-GMR en lithographie électronique pour gagner en résolution latérale par réduction de la taille du capteur mais aussi, dans un second temps, en rapprochant le capteur de l'apex du micro-bras de levier. Parmi les autres points pour lesquels les nanocapteurs peuvent se montrer intéressants par rapport aux capteurs plus grands, on peut noter la réduction forte du bruit magnétique (illustrée dans les Chapitres 3 et 4) et la plage de linéarité large (plusieurs dizaines de mT). On peut également s'attendre à une plus grande stabilité du capteur, du fait de l'anisotropie de forme bien plus élevée, qui peut être utile lorsqu'on souhaite s'affranchir de la présence de multi-domaines magnétiques dans la couche libre comme le reportent Takezaki *et al.* ⁷ notamment.

Le second objectif principal à plus long-terme est l'utilisation de cet outil de microscopie magnétique pour réaliser des cartographies de susceptibilité magnétique, en statique comme en dynamique (jusqu'à quelques dizaines ou centaines de kHz typiquement) d'échantillons magnétiques. Cette application repose sur une propriété de la mesure GMR qui est la large gamme en fréquence et permet des mesures de champ depuis le régime statique et jusqu'à quelques centaines de MHz. Au-delà de ces fréquences des mesures restent possibles mais le régime de bruit de la GMR change, avec notamment l'apparition d'un pic de résonance autour

de quelques GHz ⁹. Les spécificités de la microscopie GMR par rapport aux autres techniques à l'état de l'art sont discutées, on le rappelle, au Chapitre 1.

2) Propriétés des pointes GMR

a) Propriétés mécaniques

Lors de la réalisation d'une image avec le micro-bras de levier, ce dernier va être progressivement approché de la surface de l'échantillon à mesurer. Celui-ci va être soumis tout d'abord à des interactions attractives (forces de van der Waals) puis répulsives (répulsion coulombienne). La compétition entre ces deux effets se combine en un profil d'énergie potentielle E_p , appelé potentiel de Lehnard-Jones ¹⁰⁻¹², auquel est soumise la pointe en fonction de sa distance z à la surface. L'allure de ce potentiel est représentée sur la Figure 5-3. Les quantités, énergie potentielle et distance, tracées sur le graphique suivant sont données en valeurs normalisées, respectivement par rapport à l'énergie du puits de potentiel E_0 et à la distance z_0 à laquelle le bilan des forces passe d'attractif à répulsif. Sur la portion gauche, par rapport au puits, de la courbe de potentiel, E_p est proportionnel à $(-z)^{3/2}$. Sur la droite du puits, E_p est proportionnel à $-1/z^2$. Le régime de l'interaction pointe-surface, attractif ou répulsif, va dépendre du mode de fonctionnement utilisé.

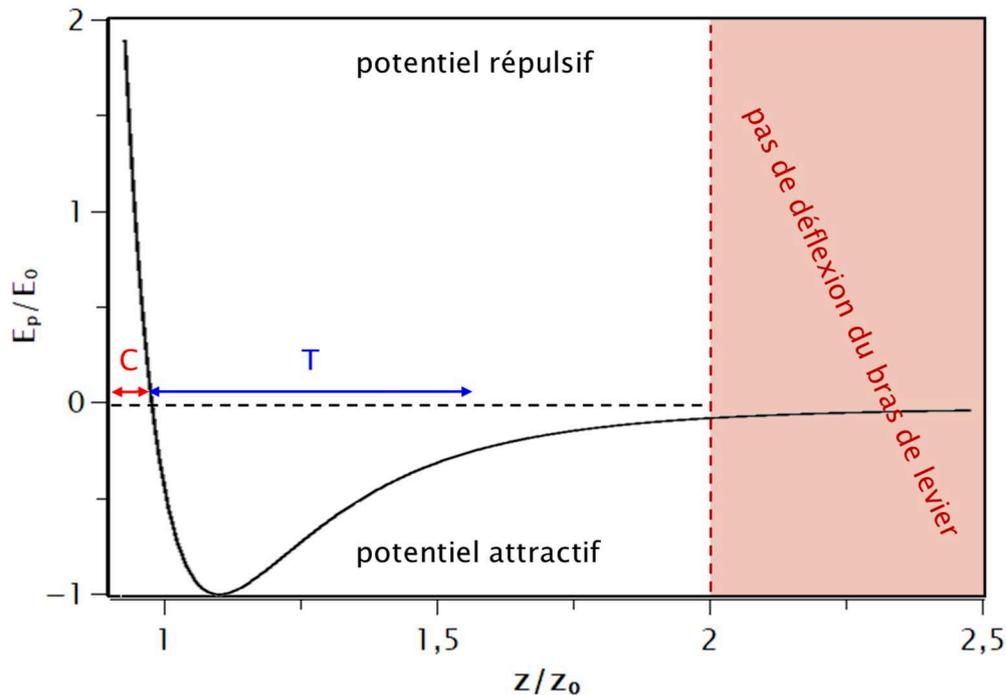


Figure 5-3 : Allure du potentiel de Lehnard-Jones (intensité et signe de la force d'interaction en fonction de la distance pointe-échantillon). E_0 est l'énergie du puits de potentiel et z_0 est la distance à laquelle le bilan des forces passe d'attractif à répulsif. Identification des zones typiques d'utilisation des modes standards « contact » (C) et « tapping » (T) de l'AFM.

En vue de leur utilisation, il est essentiel de connaître le comportement mécanique des pointes microfabriquées. Un des tests standards utilisé pour la

caractérisation d'une pointe est l'établissement de son profil « approche-retrait ». Comme son nom l'indique, il s'agit d'approcher la pointe de la surface de l'échantillon jusqu'au contact puis de la retirer. On obtient ainsi la réponse du photodétecteur en fonction de la distance calibrée (en nm) entre la pointe et l'échantillon. Cette courbe a plusieurs intérêts, tout d'abord, elle permet de calibrer l'offset en tension à appliquer au photodétecteur afin de se situer dans le régime linéaire de la réponse à l'aller comme au retour. Par exemple, dans les deux cas de la Figure 5-4 ci-après, on pourra choisir 0,3 V. L'autre indication donnée par la courbe découle du comportement observé à l'étape de retrait (étape *d* sur la Figure 5-4). Plus le signal tarde à retourner autour de sa valeur initiale de 0 V environ, plus cela témoigne d'une forte adhérence entre la pointe et l'échantillon. Pour des distances pointe-échantillons de quelques nanomètres, ce sont les interactions adhésives de Van der Waals et de capillarité ¹³, prédominantes, qui sont responsables de ce comportement attractif. Celles-ci sont contrebalancées par la répulsion élastique (coulombienne) qui induit une déformation du bras au contact.

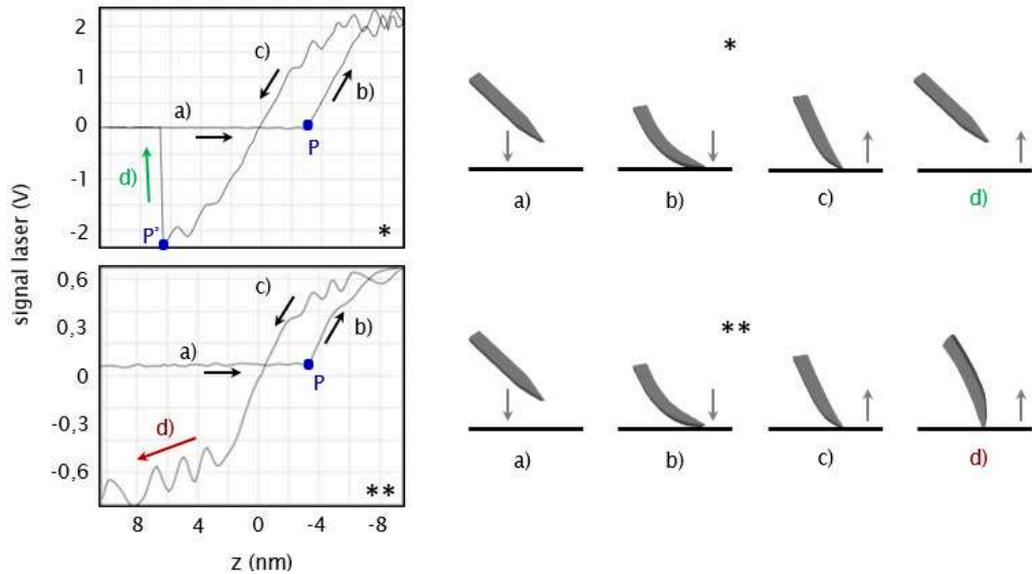


Figure 5-4 : Deux comportements possibles lors de l'approche (étapes a et b) puis du retrait (étapes c et d) des pointes. Courbe de réponse en déflexion du capteur en fonction de la position du levier par rapport à la surface (gauche). Les points P et P' mettent en évidence respectivement les étapes de contact et de décrochage de la pointe sur l'échantillon. Illustration du comportement de la pointe associée à chaque réponse (droite). La pointe peut soit se décrocher facilement (haut), soit adhérer plus longtemps avec la surface (bas).

L'existence du puits de potentiel, issu de la compétition entre ces deux forces, tend à conserver la pointe à une certaine distance (proche de z_0) de la surface. En fonction de l'état de surface de la pointe et de l'échantillon, la force à appliquer (via le piézoélectrique en z) pour séparer les deux peut varier. Les propriétés d'adhérence de la pointe sont des paramètres sur lesquelles il est possible de jouer afin d'être plus ou moins sensible aux variations du relief. Dans le cas précis de la Figure 5-4, les mesures (*) et (**) concernent deux pointes différentes approchées

d'un même échantillon. On note que les deux propriétés d'adhérence sont différentes : cela peut être issu du changement de pointe mais aussi de la différence d'état de la surface mesurée (propreté, positionnement à un endroit différent sur l'échantillon). Notons également l'aspect hystérétique (existence de deux points P et P' pour l'accroche et le décrochage, au lieu d'un unique point P) des courbes de réponse approche-retrait. Ceci fournit une information supplémentaire sur le système réel par rapport à la vision théorique du potentiel de Lehnard-Jones (prise en compte de la capillarité par exemple).

En vue de l'utilisation en mode « tapping », il est également intéressant de calculer notamment deux paramètres : sa fréquence de résonance f_0 et son facteur de qualité Q . Tous deux sont définis ¹⁴ comme :

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{E \cdot J}{\rho \cdot a \cdot c}} \cdot \left(\frac{k}{l}\right)^2 \quad (5.II.1)$$

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f}$$

où E est le module d'Young, J le moment d'inertie, ρ la densité du matériau, k est un coefficient dépendant du mode de vibration (pour le mode primaire il vaut 1,875), Δf la largeur du pic de de résonance et a, b, c les dimensions caractéristiques de la pointe telles que définies sur la figure 5-5.

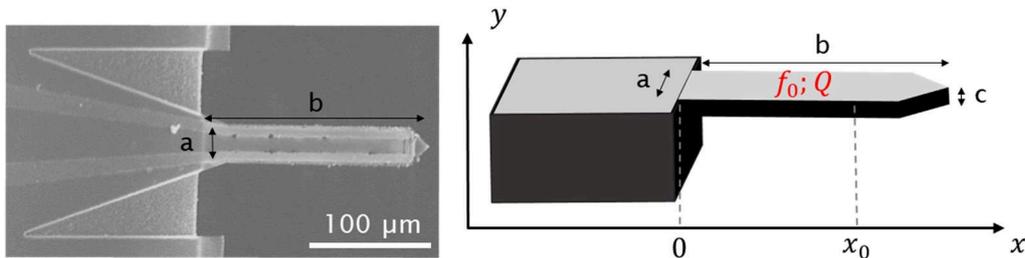
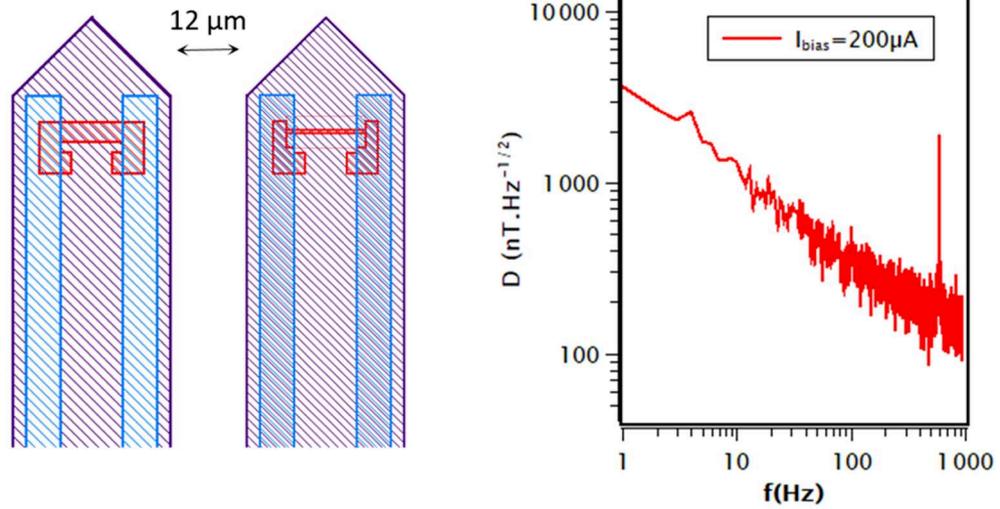


Figure 5-5 : Géométrie de la pointe d'AFM. Grandeurs utiles pour l'estimation des propriétés mécaniques.

b) Propriétés magnétiques

La caractérisation et l'optimisation des propriétés des capteurs microniques ou nanométriques ont fait l'objet de plusieurs discussions dans les chapitres précédents. Les dimensions des capteurs intégrés dans la première génération de pointes sont de $4 \times 12 \mu\text{m}^2$ lorsque le capteur intégré est micronique et de 400, 500 ou 600 nm \times 12 μm pour les nano-GMR. Pour cette première génération de pointe, le capteur GMR est situé à une distance de 21,25 μm de l'apex du bras de levier. Sachant que notre dispositif approche le bras avec un angle de 15° par rapport à l'échantillon, alors la distance typique entre le capteur et l'échantillon peut être estimée géométriquement à 5,7 μm .



	$L_{GMR} = 4 \mu\text{m}$	$L_{GMR} = 500 \text{ nm}$
MR	2 – 3 %	4,5 – 5,5 %
S	1 %/mT	0,05 %/mT
R	300 – 400 Ω	1,5 – 2 k Ω
D @ 10 Hz	10 nT. Hz ^{-1/2}	1 $\mu\text{T. Hz}^{-1/2}$

Figure 5-6: (haut) Masques d'une pointe micro et nano-GMR , respectivement de 4 μm et 500 nm de large (gauche). Le code couleur des couches du masque est le suivant : GMR en rouge, contacts en bleu, pointe (Si_3N_4) en violet et rectangles d'amincissement (pour les nano-GMR) en rose. (droite) Courbe de détectivité du capteur de 500 nm de large. Cette pointe est celle utilisée dans la partie III de ce chapitre. (bas) Tableau des grandeurs typiques associées aux capteurs de la première génération de pointes GMR.

Les valeurs typiques de magnétorésistance (MR) sur les pointes micro-GMR sont de 2 à 3 %. La perte par rapport à la valeur typique de 5 ou 6 % est principalement due à la résistance des contacts plus élevée (environ 200 Ω). En effet, ceux-ci sont longs car ils doivent parcourir toute la longueur du bras de levier. Ainsi, si la résistance des contacts est de l'ordre de grandeur de la résistance moyenne du capteur GMR, alors la MR de l'ensemble sera diminuée de 50 % par rapport au cas où l'impact des contacts est négligeable. Les pointes sont fabriquées en nitrure de silicium. Il y a également d'autres effets comme l'augmentation de la coercivité et du décalage dans la réponse magnétique à cause du dépôt sur Si_3N_4 pour les pointes (au lieu de SiO_2 comme dans les procédés décrits dans les chapitres précédents). La surface de Si_3N_4 est plus rugueuse, ce qui décroît les performances des GMR. Il est à noter que la rugosité varie de façon non négligeable d'un lot de wafer à un autre, ce qui amène également une variabilité des réponses entre les

pointes GMR. Soulignons ici qu'entre les lots de pointes micro-GMR et nano-GMR, le rapport d'aspect n'est pas conservé (longueur constante du barreau), ce qui entraîne une augmentation de résistance pour les nanocapteurs. Comme la résistance de la GMR est plus élevée, l'impact des résistances de contacts est moins problématique en termes de diminution de la MR.

3) Montage expérimental

Comme cela a été introduit précédemment, l'information magnétique (signal de la GMR) et l'information topographique (dynamique du bras de levier et contrôle de la position de l'échantillon) peuvent être traitées séparément. Comme on peut le voir sur la Figure 5-7, le dispositif comporte une chaîne de traitement du signal distincte pour chacune des deux données. Pour ce qui concerne le capteur GMR, le principe de l'acquisition est exactement le même que celui décrit dans le Chapitre 2. Le capteur est placé dans un pont de Wheatstone (non représenté) puis amplifié (en général par un préamplificateur bas bruit de gain G_1 puis un deuxième étage d'amplification de gain G_2) avant d'être filtré et enregistré. Dans le cas d'un nanocapteur GMR, la chaîne de mesure pourra comporter un dispositif anti-ESD comme décrit au Chapitre 4. Nous sommes aussi amenés à employer un ou plusieurs amplificateurs à détection synchrone ou Lock-in (voir Annexe VII), notamment dans deux cas courants. Dans la première situation, l'échantillon magnétique est alimenté ou excité à une fréquence donnée (par exemple dans le cas d'une mesure de susceptibilité en dynamique). Le signal de la GMR est alors démodulé à la fréquence de référence appliquée à l'échantillon, ce qui permet d'améliorer le rapport signal sur bruit de la mesure. Dans la seconde situation, c'est la GMR elle-même qui est alimentée avec un signal alternatif de fréquence connue. La détection synchrone du signal GMR vis-à-vis de cette alimentation variable permet en particulier de s'affranchir des artéfacts dus à la topographie dans le signal GMR. Nous verrons par la suite un exemple concret de ce cas. Ces deux situations peuvent aussi être combinées.

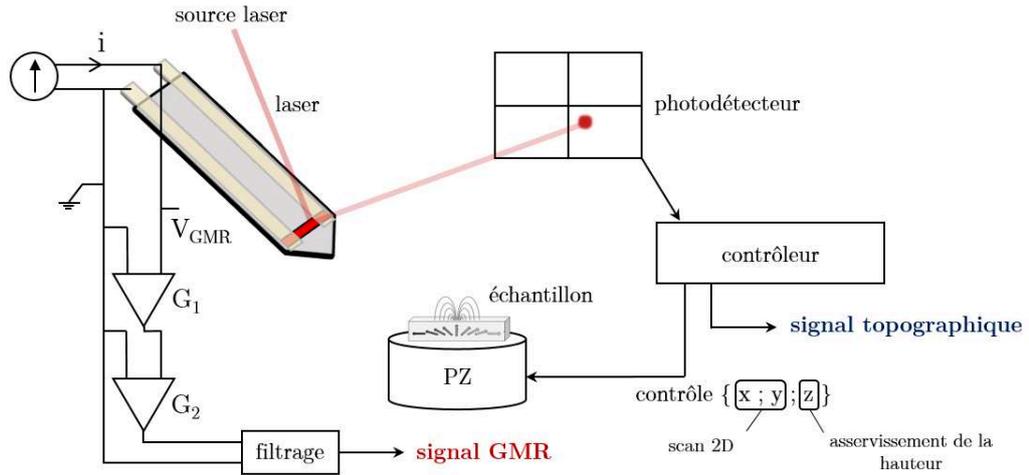


Figure 5-7 : Schéma détaillé du fonctionnement du microscope GMR à sonde locale. Par soucis de lisibilité sur les schémas, le capteur est représenté au-dessus de la pointe. Expérimentalement dans le dispositif de microscopie le capteur GMR est bien face à l'échantillon à mesurer.

La deuxième chaîne de traitement du signal concerne la topographie (mesure et rétrocontrôle) et reprend la méthode employée de manière standard pour les microscopies AFM/SPM^{15,16}. Dans notre configuration, l'échantillon étudié se déplace par rapport à la pointe. Celui-ci est placé sur un tube piézoélectrique relié à un contrôleur permettant un contrôle sur les trois axes : x, y (plan du scan) et z (hauteur). Le faisceau d'un laser He-Ne est projeté sur le bras de levier et le signal réfléchi est collecté sur un quadrant ou duo de diodes photodétectrices. Le signal laser réfléchi par la pointe avant contact est centré sur le quadrant. Lorsque le bras de levier approche de la surface, le faisceau est dévié et la réponse collectée au niveau du détecteur optique va être ainsi modifiée¹¹. Pour notre étude, on utilisera pour l'essentiel deux modes de fonctionnement de l'AFM :

- *Le mode « contact »*

Dans ce mode de suivi de la topographie, la pointe est placée en contact avec la surface de l'échantillon. Celle-ci va donc se déformer et l'évolution du signal porté par le laser sera dépendante de la déflexion du bras de levier. Autrement dit, la déflexion Δr de la pointe est le marqueur de la différence de hauteur Δz .

$$\Delta r \propto \Delta z \quad (5.I.1)$$

Ce mode de mesure est relativement simple et direct et s'effectue traditionnellement dans le régime où les interactions répulsives sont prédominantes. L'une des limites principales est qu'il peut conduire à une usure prématurée de la pointe ou de l'échantillon lui-même. Il n'est pas adapté à la mesure de matériaux mécaniquement « mous ».

- *Le mode « tapping »*

Dans ce second mode de fonctionnement ¹⁷, la pointe GMR est mise en vibration autour de sa fréquence de résonance mécanique f_0 (voir III-1). On peut alors choisir parmi deux modes de fonctionnement standards. Tout d'abord, on peut choisir, à fréquence constante, de suivre l'évolution de l'amplitude ΔA de l'oscillation en fonction de Δz , on parle de modulation d'amplitude. Il existe également un autre mode, la modulation de fréquence, qui permet de suivre le décalage de la fréquence de résonance du bras en fonction de la hauteur.

$$\Delta A \propto \Delta z \quad (5.1.2)$$

ou bien,

$$\Delta f_0 \propto 1/\Delta z \quad (5.1.3)$$

Ce mode de mesure est *a priori* plus raffiné et permet de s'affranchir de la majorité des effets indésirables ou artéfacts du mode « contact ». Il permet la mesure d'une plus grande variété d'échantillons. Son principal avantage est de réduire la force pouvant être subie par la pointe et l'échantillon, diminuant ainsi leur vitesse d'usure. Ce mode est toutefois sujet à la condition de l'existence d'un pic de résonance net et suffisamment fort pour la pointe utilisée. Ceci pose le critère de la qualité mécanique des pointes qui est bien entendu dépendant du procédé de fabrication des pointes mais aussi (et c'est bien là le point le plus difficile à maîtriser) de la qualité initiale du substrat utilisé pour la fabrication. Dans ce manuscrit, aucune image présentée n'est réalisée selon ce mode de fonctionnement. Toutefois, des mesures préliminaires (fréquence de résonance, tests rapides sur le mode « tapping » standard d'un dispositif commercial) ont été menées en vue d'une utilisation de ce mode dans le futur avec les pointes GMR.

Quelle que soit la méthode adoptée, la modification du comportement de la pointe se traduit ensuite par une variation du signal laser transmis au photodétecteur. L'information est ensuite dirigée vers le contrôleur du tube piézoélectrique. Un asservissement (ou rétrocontrôle) est ensuite réalisé sur la hauteur z à l'échantillon pour maintenir la pointe à distance constant durant le scan. On récupère également l'information topographique qui est la variation de la hauteur Δz . Il est à noter que le tube piézoélectrique peut introduire des non-linéarités. Celles-ci introduisent des déformations dans les images mais peuvent être corrigées expérimentalement ou par traitement des images (Annexe X).

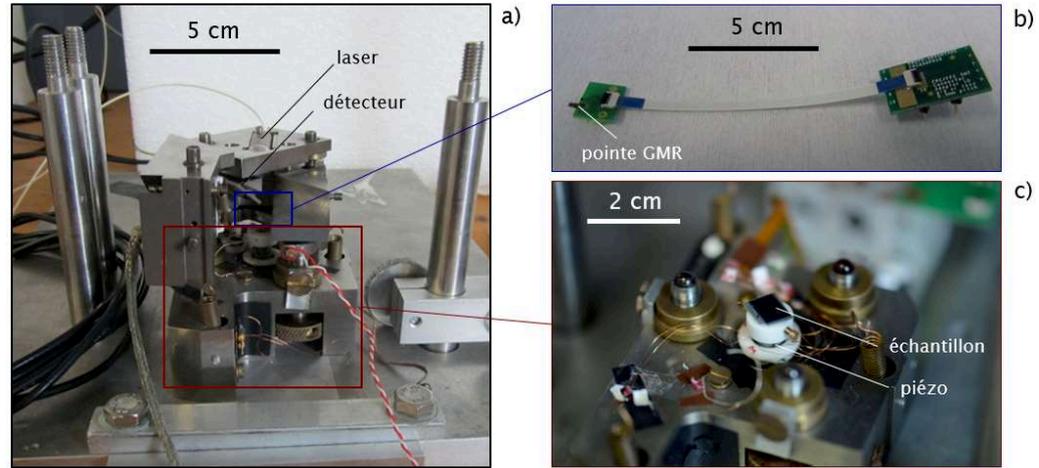


Figure 5-8 : Photographies du microscope GMR. Vue d'ensemble (a). Pointe GMR montée sur son support et connectée (b). Support échantillon (c) : échantillon magnétique (dans cette image, un morceau de bande magnétique) monté sur un tube piézoélectrique.

La Figure 5-8 montre plusieurs éléments du montage expérimental de la mesure magnétique à sonde locale, pour le dispositif utilisé pour l'essentiel des résultats de ce chapitre. Cet appareil est un microscope conçu et fabriqué au laboratoire avec des matériaux non-magnétiques et a également la particularité de pouvoir être suspendu verticalement dans un électro-aimant afin de réaliser des mesures sous champ¹⁸. La transition vers un appareil commercial, par soucis de praticité mais également pour tester la versatilité des pointes, est discutée dans la suite de ce chapitre. En pratique, lors de la mesure, un cache est placé par-dessus le montage afin d'améliorer la détection laser en protégeant le système de la lumière extérieure. Le tout est également placé sur un support alvéolé afin de réduire l'impact des vibrations sur la mesure de la topographie.

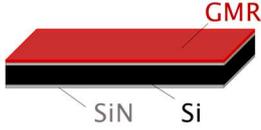
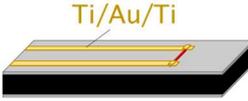
II) Fabrication des pointes GMR

1) Procédé complet

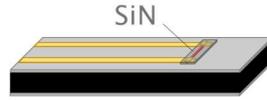
Dans cette partie est décrit le protocole intégral de fabrication d'un micro-bras de levier flexible intégrant un capteur magnéto-résistif micronique ou nanométrique. Les premières étapes, depuis le dépôt GMR jusqu'à l'étape de passivation, sont très similaires à celles décrites dans le Chapitre 4. Cependant, un certain nombre de changements propres à la fabrication des pointes sont à noter. Comme cela a déjà été évoqué, les pointes sont constituées de nitrure de silicium. Les wafers utilisés pour le dépôt des GMR diffèrent donc de ceux des chapitres précédents. En effet cette fois-ci il s'agit d'un wafer de silicium comportant un dépôt de Si_3N_4 de 1 μm en face avant et en face arrière. Les contraintes mécaniques peuvent varier également d'un lot de wafers à un autre, en fonction de la qualité du dépôt de Si_3N_4 . L'utilisation de wafers présentant des couches de nitrure dites « low-stress », déposés en PECVD (*Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition*) ou LPCVD (*Low-Pressure Chemical Vapor Deposition*)¹⁹ et à haute température, a été

privilegiée. En revanche, il est difficile de prédire l'intensité des contraintes résiduelles qui seront présentes dans le film de Si_3N_4 et qui peuvent induire une torsion du bras de levier au moment de sa libération. On note une variabilité non négligeable de l'intensité des contraintes observées entre les différents lots commerciaux utilisés. La fabrication des pointes passe par de nouvelles étapes de gravures (RIE et gravure chimique au KOH). La première des nouvelles étapes concerne la face arrière. Il faut au préalable ouvrir l'épaisseur de nitrure de silicium en gravure RIE (suivant un motif lithographié) afin de pouvoir graver toute l'épaisseur de silicium dans les zones où vont être définies les pointes. Le Si_3N_4 constituant une couche d'arrêt à l'attaque basique du KOH, à l'issue de cette étape sur la face arrière on se retrouve avec localement uniquement une épaisseur de $1\ \mu\text{m}$ (celle de la face avant). Une étape de gravure RIE en face avant permet ensuite de libérer les pointes (en nitrure de silicium) dans les zones amincies chimiquement.

Dans les figures ci-dessous sont représentés différents stades du procédé et aussi différentes caractérisations visuelles des pointes GMR. On retrouve sur les figures 5-10 et 5-11 les comparaisons entre les résultats du procédé réel et les masques numériques utilisés. Chaque wafer de pointes GMR permet de réaliser 16 lots de 3 pointes chacun. Ce nombre peut être doublé si le procédé est réalisé en lithographie laser au lieu de la lithographie optique avec un masque. En effet, pour des questions de coût, dans ce dernier cas un demi-wafer est usuellement lithographié afin de pouvoir intégrer toutes les étapes sur un même masque. En lithographie laser, l'exposition est réalisée par un faisceau et donc l'apparition de motifs non souhaités est évitée, comme sur la partie droite du wafer (celle qui présente des irisations) de la Figure 5-9. Sur la Figure 5-10, on distingue en plus du masque de lithographie, les étapes d'amincissement d'un nanocapteur GMR comme décrit dans le Chapitre 4, de dépôt des contacts, de passivation et de libération de la pointe.

Etape	Protocole
<p>Dépôt GMR</p>	<p>- Dépôt multicouche GMR par pulvérisation, sur wafer Si avec dépôt de Si₃N₄ « low stress » en LPCVD (wafer commercial Neyco) - Recuit sous champ 1 h à 290 °C (pour PtMn) ou 180 °C (pour IrMn) & 1 T.</p>  <p>The diagram shows a 3D perspective of a substrate. The base is a black layer labeled 'Si'. Above it is a thin grey layer labeled 'SiN'. On top of the SiN layer is a thick red layer labeled 'GMR'.</p>
<p>Motif micro-GMR</p>	<p>- Lithographie UV : Résine AZ5214 : 5 s 500 rpm / 60 s 4000 rpm / 2 s 6000 rpm. Recuit 1 min à 110 °C. Exposition 5 s « vacuum contact » sur aligneur MJB4. Développement AZ351B 1:3, 45 s, pas de post recuit.</p> <p>- Gravure (IBE) : 90 W, ~ 7 mA à 1.10⁻⁴ mbar, rotation toutes les 5min durant 20min.</p> <p>- Lift off : acétone dans une cuve à ultrasons.</p>  <p>The diagram shows a 3D perspective of a substrate with a grey top layer. A small red rectangular pattern is visible on the surface, labeled 'μ-GMR'.</p>
<p>Motif nano-GMR</p>	<p>- Lithographie électronique : Résine PMMA A6 : 60 s 6000 rpm. Recuit 10 min à 170 °C. Exposition : aligneur E-Line à 200 μC.cm⁻², dose 1.0, spot 1, 25 keV. Développement MIKB:IPA, 1 min 30, eau, 30 s.</p> <p>- Gravure (IBE) : 90 W, ~ 7 mA à 1.10⁻⁴ mbar, rotation toutes les 5 min durant 20 min.</p> <p>- Lift off : acétone dans une cuve à ultrasons.</p>  <p>The diagram shows a 3D perspective of a substrate with a grey top layer. A very small red rectangular pattern is visible on the surface, labeled 'nano-GMR'.</p>
<p>Contacts</p>	<p>- Lithographie UV : idem étape Micro-GMRs.</p> <p>- Pré-gravure (IBE) : 30 s à 90 W, ~ 7 mA, à 1.10⁻⁴ mbar.</p> <p>- Evaporation : Ti 5 nm/Au 140 nm/Ti 5 nm.</p> <p>- Lift off : acétone dans une cuve à ultrasons.</p>  <p>The diagram shows a 3D perspective of a substrate with a grey top layer. Several thin, parallel yellow lines are visible on the surface, labeled 'Ti/Au/Ti'.</p>
<p>Passivation</p>	<p>- Lithographie UV : Résine AZ5214 inversée : 5 s 500 rpm / 60 s 4000 rpm / 2 s 6000 rpm. Recuit 1 min à 110 °C. Exposition 5 s « hard contact ». Recuit 135 °C, 55 s. Exposition pleine plaque, 30 s. Développement AZ351B 1:3, 16 s, pas de post recuit.</p> <p>-</p>

- **Pulvérisation** : Si_3N_4 , 30 min, ~ 70 nm, rotation en continue, 200 W, 5.10^{-3} mbar.
- **Lift off** : acétone dans une cuve à ultrasons



- Pointes Face
avant
lithographie
- **Lithographie UV** : idem étape Micro-GMR.
 - **Evaporation** : Al, 15 nm 0,2 nm/s
 - **Lift off** : acétone dans une cuve à ultrasons

- Pointes Face
arrière
lithographie
- **Protection de la face avant** : résine AZ 60 s 4000 rpm. Recuit 110 °C.
 - **Lithographie UV** : idem étape Micro-GMR mais avec alignement infrarouge avec la face avant à travers le wafer.
 - **Evaporation** : Al, 15 nm 0,2 nm/s
 - **Lift off** : acétone dans une cuve à ultrasons

- Pointes Face
arrière
ouverture
- **Gravure** (RIE) de 1 μm de Si_3N_4 , ~ 8 min, 100 W, SF_6 : 40 SCCM, O_2 : 4 SCCM 0,2 mbar à 67 V. L'échantillon est déposé sur un autre wafer (protection face avant). Il est très important que seules les fenêtres à ouvrir soient gravées.
 - **Lift off** : acétone dans cuve à ultrasons
 - **Gravure humide KOH**, 30% en masse, 85 °C, 1 h 30 – 2 h sous agitation constante. Contrôle de la température avec un thermomètre laser. Utilisation d'un mandrin pour protéger la face avant. Le motif pointes sont placées « en bas » du mandrin et seule cette partie est plongée dans la solution.
 - **Arrêt de la gravure** en plongeant le mandrin dans un b cher d'eau, r p ter l'op ration au moins 3 fois. Signes de fin de gravure : changement de couleur du gris (Si) au jaune (Si_3N_4), ralentissement de la r action (moins de bulles), suppression des motifs en "oreilles" de compensation de la gravure KOH. Ouverture du mandrin. D coller avec pr caution le wafer. Retirer le joint. Rin age du wafer dans un b cher d'eau puis avec de l'ac tone puis laisser s cher   l'air. Ne pas agiter.



- Pointes Face
avant
lib ration
- **Gravure** (RIE) de 1 μm de Si_3N_4 , ~ 8 min, 100 W, SF_6 : 40 SCCM, O_2 : 4 SCCM 0,2 mbar   67 V. V rifier que le wafer est bien sec : risque de casse des pointes. Signes de fin de gravure : des trous apparaissent autour des pointes.
 - **Retrait de l'Aluminium** en face avant : MF319 1 min, eau 10 s, ac tone 5 s. Attention remuer doucement le wafer, puis s chage tr s doux : risque de casse des pointes.



Retrait des
pointes

- **Prédécoupe laser** : 6 passages à 5 mJ, taille faisceau 120 μm x 500 μm , trait de découpe de 110 μm de long au niveau de la base des bras de levier : un bout du support ne doit pas être découpé (pointes toujours liées au wafer).
- **Retrait d'une pointe** : briser le lien de la pointe en retirant celle-ci avec une pince. Coller immédiatement la pointe sur son support pour limiter le risque de casse. Connecter l'échantillon.

Tableau 5-1 : protocole complet de la fabrication de pointes nano-GMR.

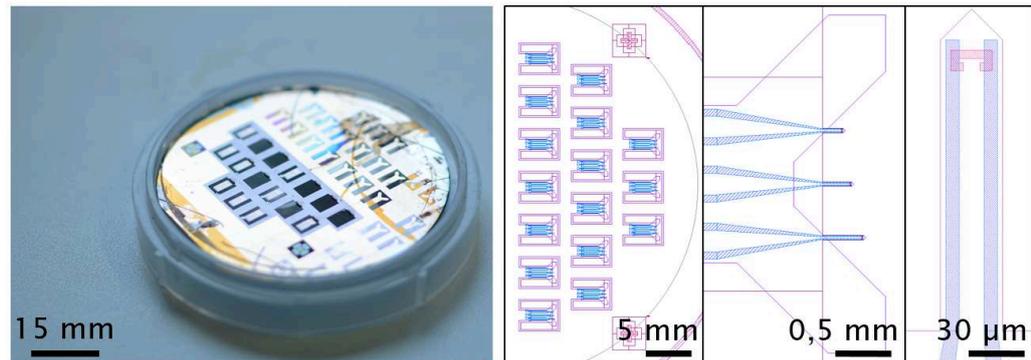


Figure 5-9 : Photographie d'un échantillon en fin de procédé de fabrication des pointes. Trois grossissements différents des motifs numériques du masque des pointes sont également représentés.

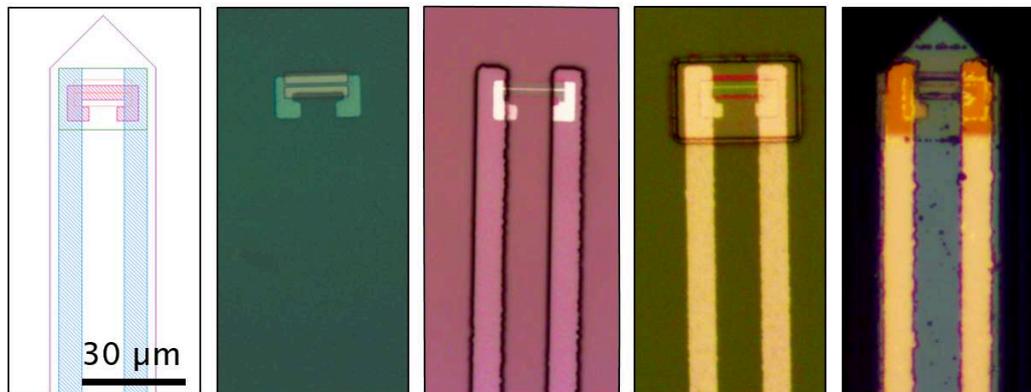


Figure 5-10 : Mise en perspective du masque numérique d'une pointe nano-GMR avec différentes étapes du procédé de fabrication (de gauche à droite) : amincissement d'un capteur GMR, dépôt des contacts Ti/Au, passivation Si_3N_4 , libération des pointes en face avant par RIE.

La Figure 5-11 montre un échantillon de trois pointes découpé et monté sur un connecteur PCB adapté au microscope AFM. Chaque lot comporte 3 pointes de longueur différente : 150 μm , 215 μm et 300 μm . Le but est de disposer d'un panel de propriétés mécaniques différentes dans un même lot (fréquence de résonance, facteur de qualité, constante de raideur). Chaque capteur GMR est raccordé par des micro-fils (aluminium) au PCB. Le signal électrique est ensuite relayé par une

nappe vers la chaîne de mesure bas bruit. Enfin, sur la Figure 5-12, sont représentées deux images en microscopie électronique à balayage d'une pointe nano-GMR de 500 nm.

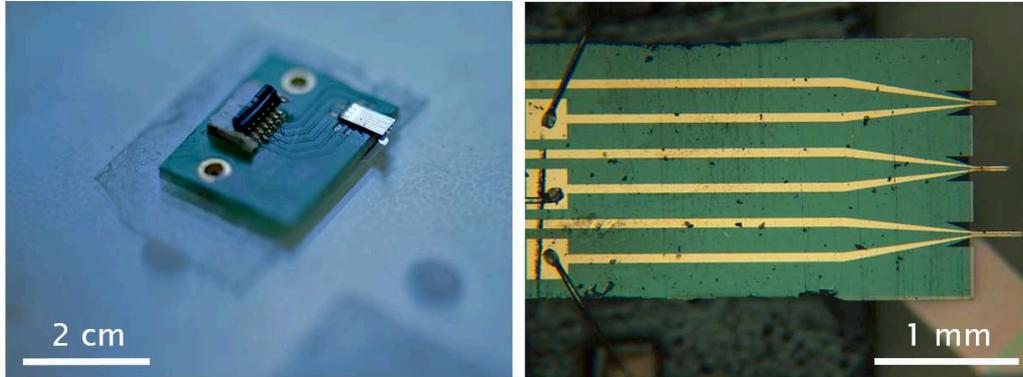


Figure 5-11 : Pointes nano-GMR prêtes à l'emploi. Lot de 3 pointes montées sur un support PCB (gauche). Vue rapprochée au microscope optique du lot de pointes (droite). On note la présence des microsoudures (Al), des motifs de répartition des contraintes autour de la base de chaque pointe en face avant ainsi que la présence d'un reliquat en face arrière d'une des « oreilles » de compensation pour la gravure chimique (en bas, rose irisé de vert)

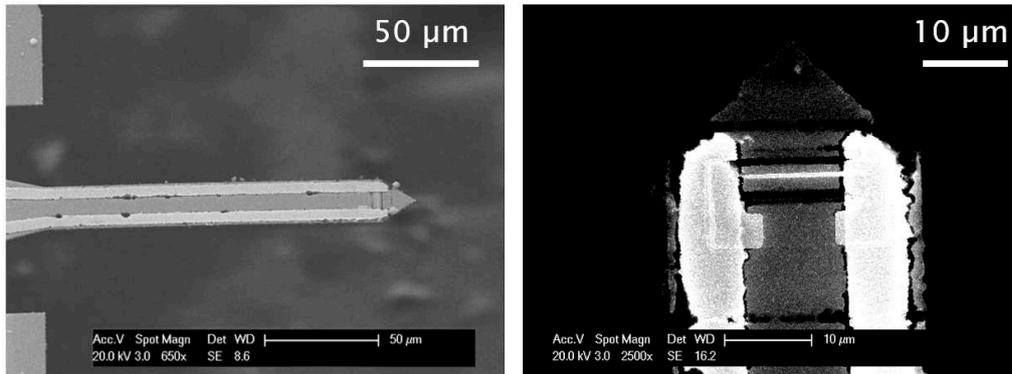


Figure 5-12 : Pointe nano-GMR (capteur de $0,5 \times 12 \mu\text{m}^2$) vue au MEB.

2) Spécificités et évolution du procédé de fabrication

a) Méthodes de gravure

La définition des pointes passe par deux étapes supplémentaires de microfabrication, chacune comportant une phase de gravure. On utilise la gravure chimique (KOH) pour amincir le substrat par-dessous au niveau des micro-bras de levier et la gravure RIE (*Reactive Ion Etching*)²⁰ pour libérer les pointes par la face avant du wafer.

i. Gravure chimique humide

La gravure humide consiste à soumettre un objet (ici le wafer de de silicium), dont certaines zones sont protégées par un masque, à une attaque chimique en phase liquide : par exemple une attaque à la soude (KOH) au travers des motifs gravés dans un dépôt de nitrure de silicium (qui constitue une couche d'arrêt pour la gravure KOH). La durée de l'immersion détermine la profondeur de matériau qui sera gravée. Dans notre cas, la fin de gravure est déterminée visuellement (changement de couleur et bullage moins important). La vitesse de cette gravure est fortement dépendante des plans cristallographiques du silicium et demande donc d'utiliser des motifs de compensation afin d'obtenir la forme finale voulue ²¹.

ii. Gravure physico-chimique RIE (Reactive Ion Etching)

La seconde technique de gravure utilisée pour la fabrication des micro-bras de levier est une gravure sèche physico-chimique ou RIE. Le concept est à mi-chemin entre la gravure physique décrite plus tôt et la gravure chimique. Le substrat est placé dans un plasma contenant des ions réactifs vis-à-vis des zones à graver de l'échantillon. Ce procédé, largement répandu, permet de bénéficier d'une gravure rapide associant le contrôle directionnel de la gravure physique et la sélectivité propre aux gravures chimiques.

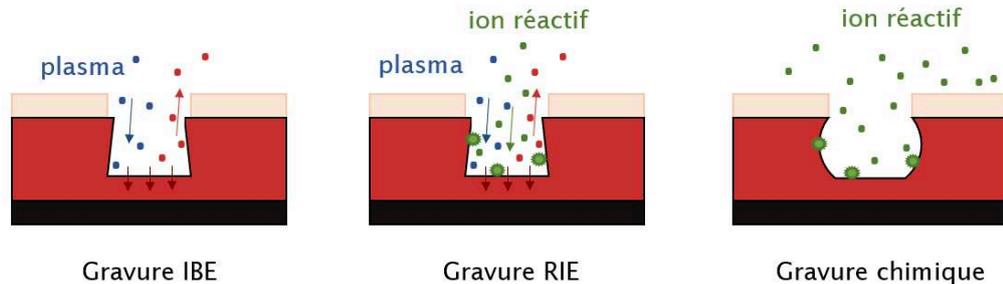


Figure 5-13 : Principes comparés des méthodes de gravure utilisées : physique IBE (gauche), physico-chimique RIE (centre), chimique (droite). Les étoiles colorées indiquent des réactions chimiques entre la cible (rouge) et un ion présent lors de la gravure (RIE ou chimique).

b) Maturation du procédé de fabrication

Le procédé de fabrication des pointes a subi plusieurs modifications ou ajouts notables avant d'atteindre sa forme actuelle, explicitée précédemment. Les principales modifications visent à réduire ou à répartir les contraintes qui s'exercent sur les micro-bras de levier. On notera en particulier, par rapport aux premiers tests, le passage d'une passivation intégrale de la pointe à une passivation réduite et localisée exclusivement au niveau du capteur GMR, comme montré sur la Figure 5-14. Une autre modification concerne l'ajout d'ouvertures latérales à la base du bras de levier (au niveau du support). Cet ajout sur le masque permet d'accepter une marge d'erreur sur l'alignement en face arrière et ainsi d'éviter la présence d'un liseré (issu du décalage) sur le bord du support, qui fragiliserait la pointe. On appelle

ces ouvertures par la suite : « motifs de compensation ». Ces motifs sont visibles sur la Figure 5-14 (droite) et la Figure 5-5. L'ajout de motifs spécifiques en face arrière pour assurer la forme de la structure (notamment au niveau des angles) formée pendant l'étape de gravure KOH ²¹. Un vestige de l'un de ces motifs en forme « d'oreille » est visible sur l'image de droite de la Figure 5-11.

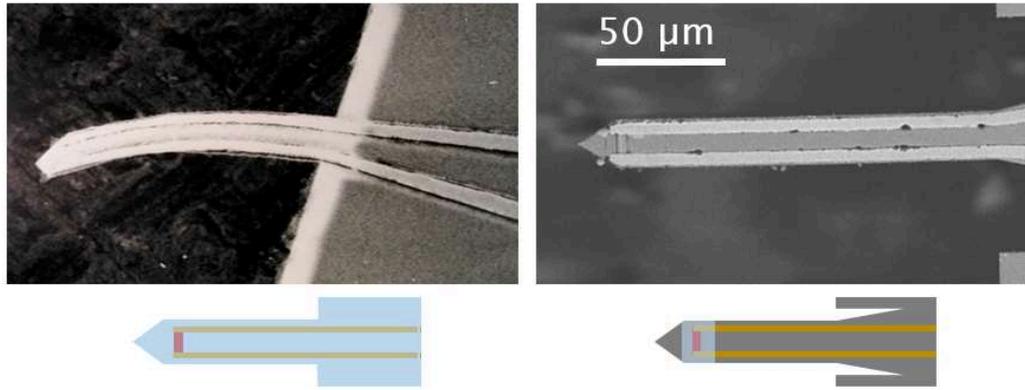


Figure 5-14 : Evolution du procédé de fabrication des points. Restriction de la surface passivée (couche de Si_3N_4 en bleu) et ajout de motifs de compensations pour éviter respectivement le flambement du micro-bras de levier sous l'effet des contraintes et leur fragilisation. Il est à noter que les lots de nitrure de silicium utilisés pour les deux points sont différents.

III) Premières mesures

1) Réalisation d'une image

Nous allons nous attacher ici à décrire, autour d'un exemple, les étapes-clé de la réalisation et de l'analyse d'une image magnétique avec une de nos pointes GMR. Dans cet exemple, la pointe GMR utilisée fait 200 μm de long et intègre un nanocapteur GMR de 500 nm de large. Le capteur est alimenté à 200 mV. On s'intéresse ici à un échantillon de calibration constitué d'une micro-bobine. Cette bobine a été fabriquée par PTB ²² dans le cadre du projet de métrologie magnétique (15SIB06) à l'échelle locale NanoMag ²³ (*Nano-scale traceable magnetic field measurements*). Celle-ci est constituée d'un dépôt d'or de 50 nm d'épaisseur. La piste de 4 μm de large forme une boucle de 10 μm de diamètre interne. Cette bobine est alimentée par un courant de 17 mA (en valeur efficace). Différentes fréquences sont testées, mais ici sont présentés les résultats de deux d'entre-elles en particulier : 293 Hz et 1173 Hz. Une détection synchrone est utilisée pour récupérer le signal GMR grâce à deux démodulateurs (lock-in) en opposition de phase l'un par rapport à l'autre. L'Annexe VII décrit brièvement comment un tel outil permet d'améliorer le rapport signal à bruit de la mesure. Les fréquences de démodulations peuvent être fixées manuellement. *A priori*, le signal GMR est contenu dans l'information en phase mais expérimentalement l'information peut être répartie sur les deux démodulateurs. Il est donc important de conserver les informations obtenues « en

phase » et « hors-phase » lors de la mesure afin de reconstituer la totalité du signal de l'image, comme nous le verrons par la suite.

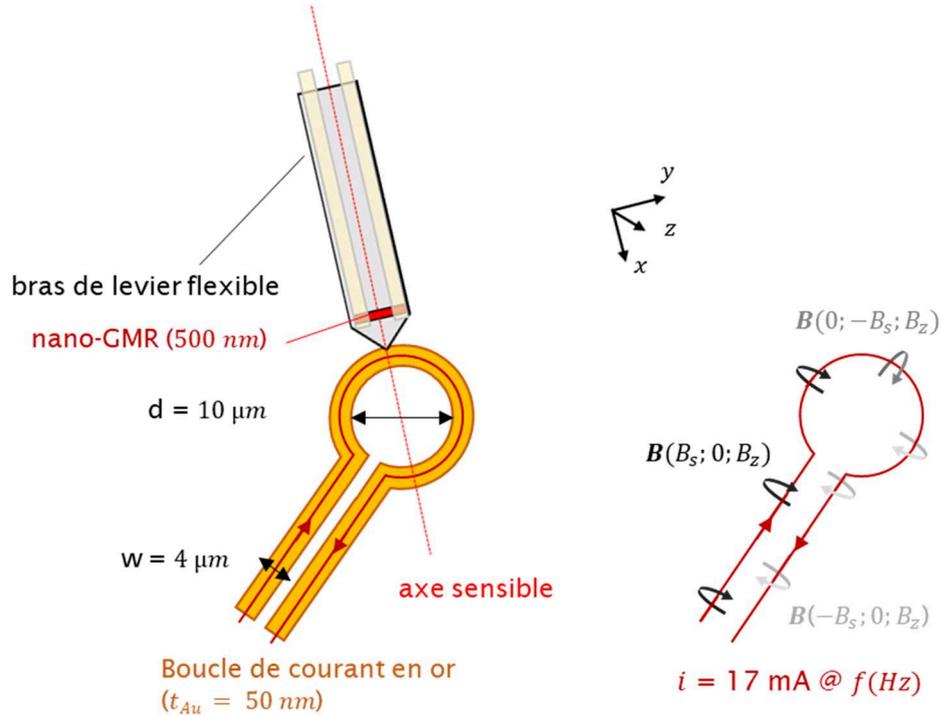


Figure 5-15 : Vue schématique de la configuration de la mesure-témoin sur la bobine de calibration. Aperçu des 3 composantes (x , y , z) du champ émis par la bobine où B_s est l'amplitude maximale de la composante du champ magnétique mesurable dans le plan parallèle à l'échantillon contenant le capteur GMR : soit à $5,7 \mu\text{m}$ de la surface. B_z est la composante hors du plan à la même distance de la surface de l'échantillon.

Qualitativement, l'évolution du champ détecté par le capteur est illustrée sur la Figure 5-15 (droite) pour une direction du courant. D'après la loi de Biot et Savart, le champ magnétique créé par un fil conducteur alimenté par un courant I :

$$B(\mathbf{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \oint \frac{I d\mathbf{l} \times (\mathbf{r} - \mathbf{l})}{|\mathbf{r} - \mathbf{l}|^3} \quad (5.III.1)$$

où l'intégrale est réalisée sur le contour du fil avec $d\mathbf{l}$ un petit élément de fil au point \mathbf{l} et \mathbf{r} la position où le champ est calculé. Par construction, comme indiqué sur la figure précédente, le champ selon la direction x sera, par exemple positif sur toute la première moitié de la bobine, nul au sommet de la boucle puis négatif dans le sens du retour. Considérons maintenant notre pointe GMR, en contact, scannant l'échantillon avec un angle de l'ordre de 135° dans le plan, par rapport à l'axe de l'arrivée du courant dans la boucle, comme illustré sur la Figure 5-15. L'axe sensible du capteur GMR est confondu avec l'axe du bras de levier. Ainsi, on s'attend à observer un signal maximal (positif ou négatif) lorsque la direction d'arrivée de la

pointe est la même que celle du champ planaire généré par la bobine. Autrement dit, le signal mesuré est maximal lorsque la direction de la pointe est perpendiculaire (dans le plan) à la courbure de la bobine. Inversement, le signal sera minimal dans la direction parallèle à la courbure.

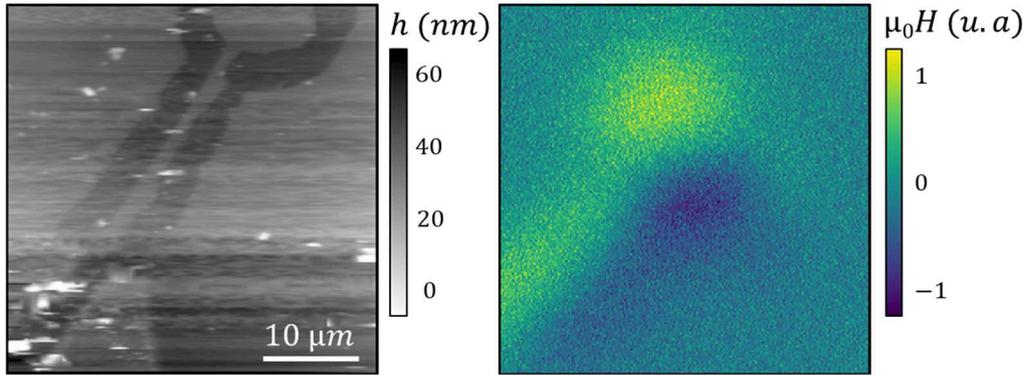


Figure 5-16 : Exemples de mesures de la topographie (gauche) et de la cartographie obtenue par récupération des variations de tension renormalisée de la GMR (droite).

C'est, en effet, ce qui est illustré sur la Figure 5-16. La composante magnétique mesurée en phase par le lock-in A présente bien les caractéristiques décrites ci-dessus. On note le décalage entre topographie et champ magnétique qui est dû au positionnement du capteur (source du signal magnétique) en retrait par rapport à l'extrémité du bras de levier (source du signal topographique). Un premier traitement de l'image consiste regrouper la totalité de l'information obtenue par les démodulateurs lock-in : A (phase $\theta = 0^\circ$) et B (phase $\theta = 90^\circ$). Pour ce faire, on peut procéder par calcul en utilisant la représentation complexe :

$$a + i.b = K.e^{i\theta} \quad (5.III.2)$$

où a et b sont les informations obtenues respectivement par les locks-in A et B. K et θ sont respectivement l'amplitude du signal total et la phase associée. A partir de la mesure de a et b , l'objectif est de déterminer l'angle à appliquer $-\theta$ tel que l'amplitude totale se retrouve sur a par exemple. Ceci est réalisé en pratique en calculant l'angle qui permet la minimisation du signal moyen sur b comme représenté sur la Figure 5-17. On récupère ainsi l'intégralité du signal. Connaissant la détectivité du capteur magnétique, on peut directement convertir le signal brut (V) en cartographie de la composante du champ magnétique selon l'axe sensible de la GMR. Dans le cas présenté, le champ prend pour valeur maximale environ 200 μ T.

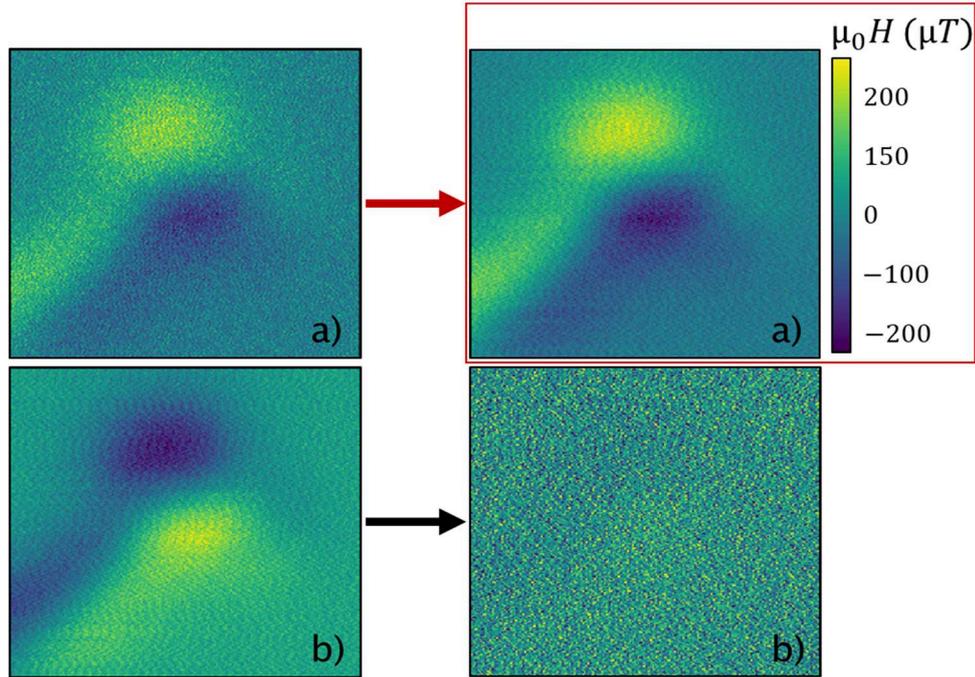


Figure 5-17 : Récupération de la totalité de l'information magnétique par correction de la phase du signal. L'information contenue hors phase (b) est transférée mathématiquement dans l'information en phase (a).

Il est ensuite possible de travailler d'avantage l'image obtenue selon les informations recherchées. Pour cela, l'outil mathématique de base est l'utilisation de la transformée de Fourier de l'image. Les pistes d'utilisation pratique dans les cas qui nous intéressent sont présentés dans l'Annexe VIII. Dans cet exemple, on cherche en premier lieu à valider l'information magnétique obtenue en comparant les résultats à la simulation. On peut dans un premier temps calculer la transformée de Fourier de l'image et séparer les basses et les hautes fréquences spatiales, par définition d'un seuil arbitraire bien choisi et de manière à ce que le signal utile (celui de la bobine) soit contenu dans les basses fréquences. Par application d'un tel critère, aux hautes fréquences on retrouve une grande partie du bruit de mesure de l'acquisition : le bruit de mesure de la GMR, du pas de scan. On peut également y retrouver d'éventuels petits « détails » ou défauts magnétiques de l'échantillon.

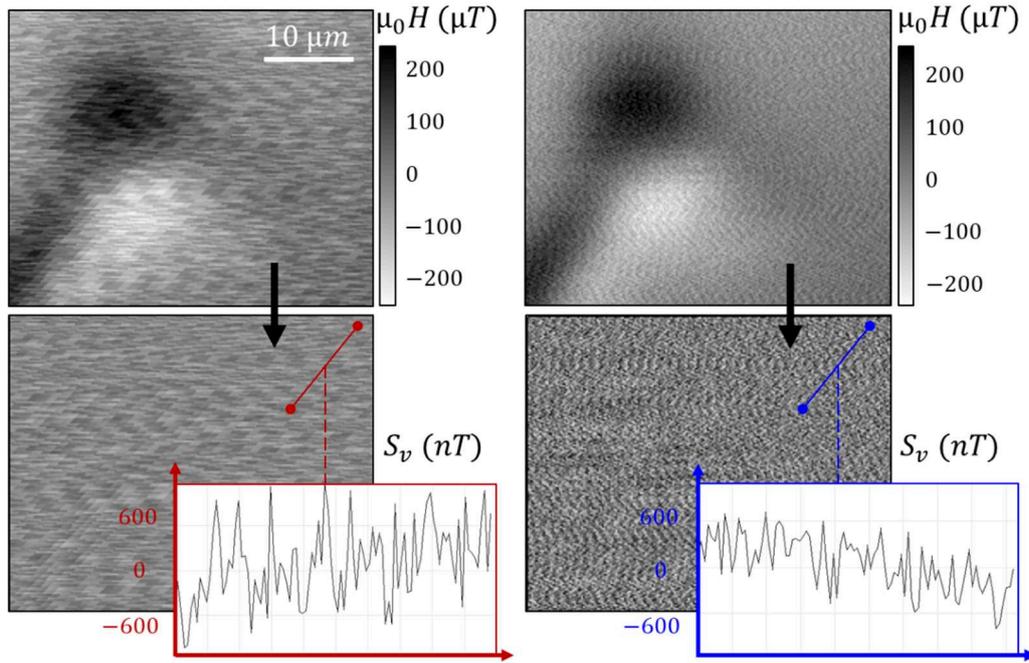


Figure 5-18 : Extraction du bruit de l'image par transformée de Fourier (spatiale). Mesure d'un signal à 293 Hz (gauche) et 1171 Hz (droite). Un profil d'intensité sur une longueur de $12 \mu m$ est relevé pour chaque image.

La Figure 5-18 compare les cas de mesures de la même zone pour deux fréquences d'alimentation de la bobine. On peut, comme cela a été décrit, extraire le bruit de chaque image. La différence entre les deux images de bruit est essentiellement due au changement en fréquence. En effet, le capteur étant dans le régime de bruit en $1/f$, le rapport attendu des niveaux de bruit est le suivant : $\sqrt{1171}/\sqrt{293}$, soit 1,999. On retrouve directement ce facteur 2 en comparant les amplitudes moyennes des courbes obtenues sur la Figure 5-18. On note qu'ici on se permet de réaliser cette séparation en fréquence spatiale entre « bruit » et « signal » pour une raison essentiellement explicative, sur un échantillon connu de calibration. En effet, dans le cas d'un échantillon dont les propriétés ne seraient pas connues d'avance, on risque essentiellement d'omettre dans la partie « signal » des informations sur certains détails magnétiques de l'image. En pratique, c'est cette situation que l'on rencontrera dans les applications : détection de défauts dans un circuit électronique, dans un matériau magnétique, variations locales de propriétés magnétiques dans un alliage, une roche... L'utilisation d'un lock-in combiné à une chaîne de mesure bas bruit, idéalement dans un environnement blindé magnétiquement, permet déjà d'améliorer substantiellement le rapport signal à bruit obtenu expérimentalement, et cela avant un éventuel post-traitement plus poussé des images. De nombreuses méthodes, parfois très poussées, existent pour cette ultime étape d'analyse d'image ²⁴.

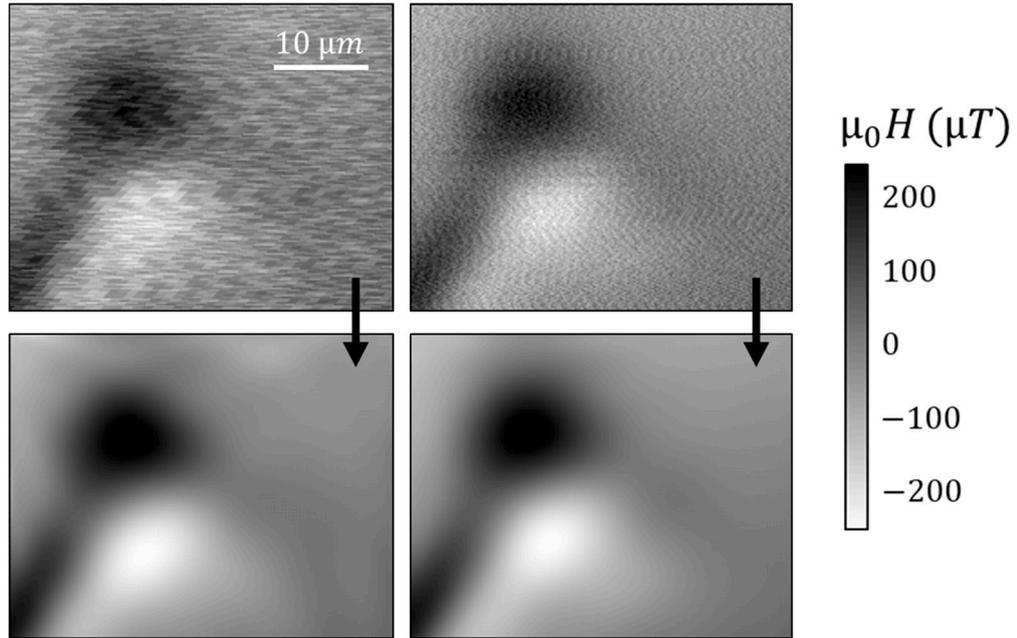


Figure 5-19 : Filtrage du bruit aux hautes fréquences spatiales de l'image. Récupération du signal utile aux basses fréquences spatiales.

De la même manière que pour l'étude du bruit, les basses fréquences de l'images peuvent être isolée et sont supposées contenir exclusivement le signal magnétique utile de notre bobine de calibration. Sur la Figure 5-19, le même traitement est appliqué pour chaque fréquence du signal. On note que, comme attendu, l'amplitude du signal mesuré est indépendante de la fréquence.

Cette mesure peut alors être comparée à la théorie. Le calcul de champ de la bobine ²⁵ a été mené sous Octave. La bobine est approximée ici comme une succession de 40 sommets reliés entre eux par des arêtes linéaires. Sur chaque arête, le champ créé par chaque arête est ensuite calculé d'après l'équation (5.III.1). L'angle d'approche de la pointe dans le plan de l'échantillon est fixé à 45° . Les trois composantes du champ généré par la bobine sont calculées. On peut alors simuler le signal attendu lors de la mesure par le capteur GMR : le capteur est supposé non sensible en première approximation selon les directions y et z , la composante du champ calculée (selon x) est convoluée par les dimensions du capteur GMR, à savoir $0,5 \times 12 \mu\text{m}^2$. La distance entre le capteur et l'échantillon est de $5,7 \mu\text{m}$. Cette hauteur est calculée géométriquement à partir de l'angle (15°) entre la pointe et la surface. C'est cette valeur qui est utilisée dans les simulations.

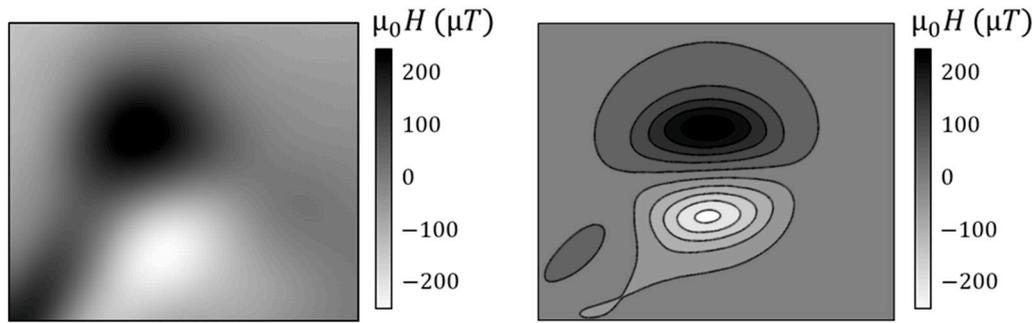


Figure 5-20 : Comparaison de l'image obtenue par le dispositif de microscopie après traitement complet (gauche) et de la simulation pour cette même bobine.

On note un bon accord entre les résultats mesurés et simulés comme montré par la Figure 5-20. Certains écarts peuvent toutefois être observés. Différentes origines sont possibles, il peut s'agir de dérives thermiques ou dues aux non-linéarités des piézoélectriques, de couplages capacitifs (bien qu'on n'en relève pas ici a priori), d'imprécision sur l'angle (on a supposé que l'angle d'approche était de 45° pour comparer à la simulation). Enfin, on peut le voir sur la figure, l'hypothèse selon laquelle le capteur n'est pas sensible selon y et z est relativement forte. Dans la pratique, et c'est le cas ici, ces sensibilités (hors axe principal x) atteignent couramment quelques pourcents de la sensibilité selon x . C'est pourquoi le champ n'est pas rigoureusement nul à 90° dans le plan par rapport à l'axe sensible pour la mesure réelle contrairement à la simulation. D'autres effets sont également à prendre en compte pour la mesure. Par exemple, les variations de température ambiante peuvent jouer un rôle (comme nous l'avons évoqué au Chapitre 3) sur le niveau de bruit ²⁶ mais aussi sur la valeur de la MR. Des variations de l'ordre de 1 % pour la MR pour 100 K sont reportées dans l'étude de Dieny *et al.* ²⁷. Enfin dans le cas d'un bras de levier GMR, la flexion ou la torsion peuvent également influencer sur la qualité de la mesure. A titre d'ordre de grandeur, des études menées pour des GMR déposées sur support flexible reportent des variations maximales de 1 à 2 % de la MR selon la direction et l'intensité de la déformation ²⁸.

2) Influence du capteur sur l'échantillon

L'utilisation de ces pointes nano-GMR sur un échantillon magnétique, revient à approcher à quelques microns ou centaines de nanomètres un matériau aimanté (la GMR) d'un autre dont on souhaite connaître l'aimantation. Or, la GMR, par sa couche libre et couche dure mais aussi par l'induction si celle-ci est alimentée par un courant électrique, est susceptible de produire des champs de fuite significatifs au niveau de l'échantillon. Cela peut se révéler problématique dans le cas où ce dernier est « fragile » magnétiquement. Citons par exemple le cas du paléomagnétisme ²⁹⁻³¹, discipline dans laquelle l'objectif est de recueillir l'information magnétique de roches anciennes. Celle-ci a pu par exemple, lors de sa formation, capturer l'intensité locale du champ terrestre. On comprend bien que si un tel

matériau se retrouve ré-aimanté par notre capteur, l'information serait définitivement perdue. *A contrario*, si on étudie les champs de fuite locaux émis par un circuit électrique (ou dans le cas de la bobine imagée précédemment) avec la sonde GMR, cette problématique ne se pose pas car l'information est robuste.

L'outil privilégié pour prédire l'impact des capteurs GMR est la simulation. Les résultats obtenus peuvent ensuite être contrôlés par la mesure quantitative des champs de fuite : on pourra par exemple scanner un capteur GMR au moyen de notre microscope pour récupérer l'information planaire sur les champs de fuite. Un premier exemple de mesure est donné dans la Figure 5-23. Sur les images MFM présentées précédemment, les gradients de ces champs de fuite sont détectés mais non quantifiables. Deux codes sont utilisés pour estimer séparément les deux sources possibles de champ de fuite : le champ produit par le courant d'alimentation du capteur d'une part et les champs de fuite des couches magnétiques de la GMR.

Le premier code (Figure 5-21), effectue le calcul du champ magnétique émis par une ligne conductrice d'épaisseur e , de largeur L , infinie selon la dimension y , et parcourue par un courant donné i (de l'ordre de 1 mA typiquement pour nos capteurs). Ce calcul est mené par résolution de la loi de Biot-Savart (équation 5-III-1) ³².

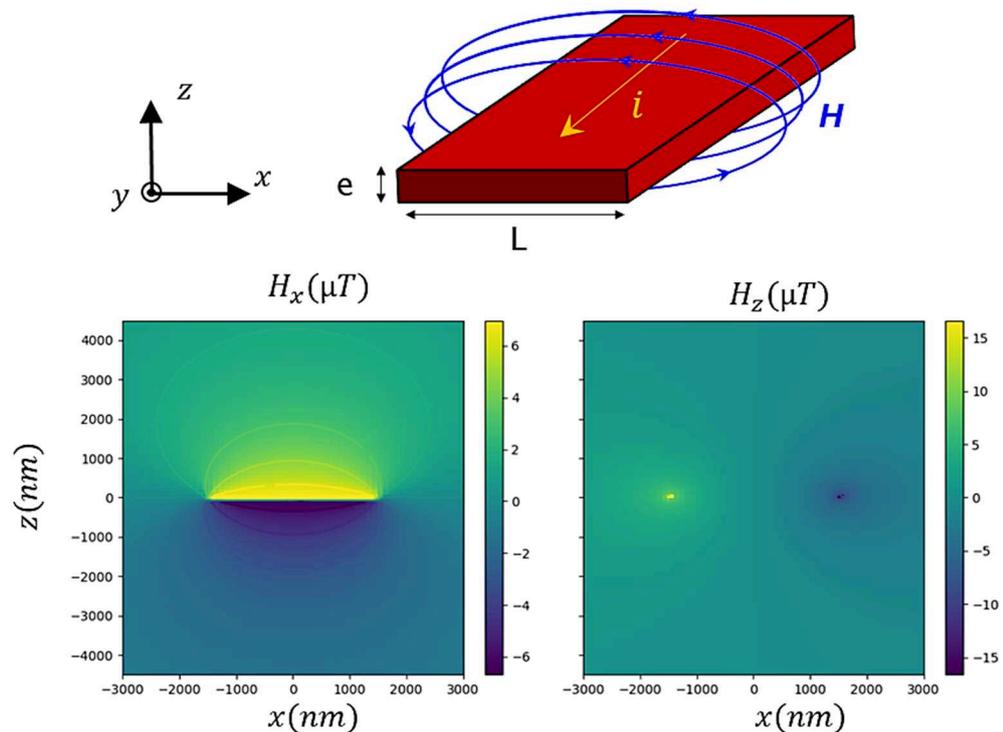


Figure 5-21 : Calculs des champs de fuite émis par un conducteur rectangulaire ($3 \mu\text{m} \times 5 \text{nm}$) de longueur infini, parcouru par un courant $i = 1 \text{ mA}$.

Le second code, détaillé en Annexe IX, repose sur le calcul du champ émis par un échantillon magnétique, approximé comme une distribution de domaines magnétiques rectangulaires ³³. Dans la simulation présentée en Figure 5-22, la couche libre est approximée comme un film de NiFe (aimantation à saturation : $M = 8.10^5$ A/m) de 5 nm d'épaisseur. Dans la pratique, La couche dure est un SAF basé sur deux couches de CoFe (de quelques nanomètres d'épaisseur chacune), dont l'aimantation à saturation est plus élevée (M vaut environ 2.10^6 A/m) mais dont les deux directions d'aimantation sont opposées. Le rôle de l'ensemble de la couche dure est ici approché par une couche de CoFe de 0,5 nm d'épaisseur. Dans cette configuration, on note une prédominance de l'impact des champs de fuite : typiquement de quelques dizaines de microteslas ressentis sur toute la fenêtre de calcul à 5 μm de distance, tandis que le champ généré par le courant d'alimentation est de l'ordre de 1 μT . L'action prioritaire pour réduire l'impact magnétique de la pointe GMR sur l'échantillon est donc la compensation des champs de fuite de la couche libre et de la couche de référence. Cette problématique fait l'objet d'une étude dédiée au laboratoire. Le stack 2' testé au Chapitre 4 est l'un des derniers stacks GMR réalisés dans cette optique de réduction des champs de fuite. La compensation a également pour impact de réduire la dépendance de la sensibilité à la taille du capteur. Celle-ci reste donc pratiquement constante avant de diminuer (comme prévu par le modèle macrospin) lorsque l'effet de l'anisotropie de forme se fait plus fort (Figure 5-23 a).

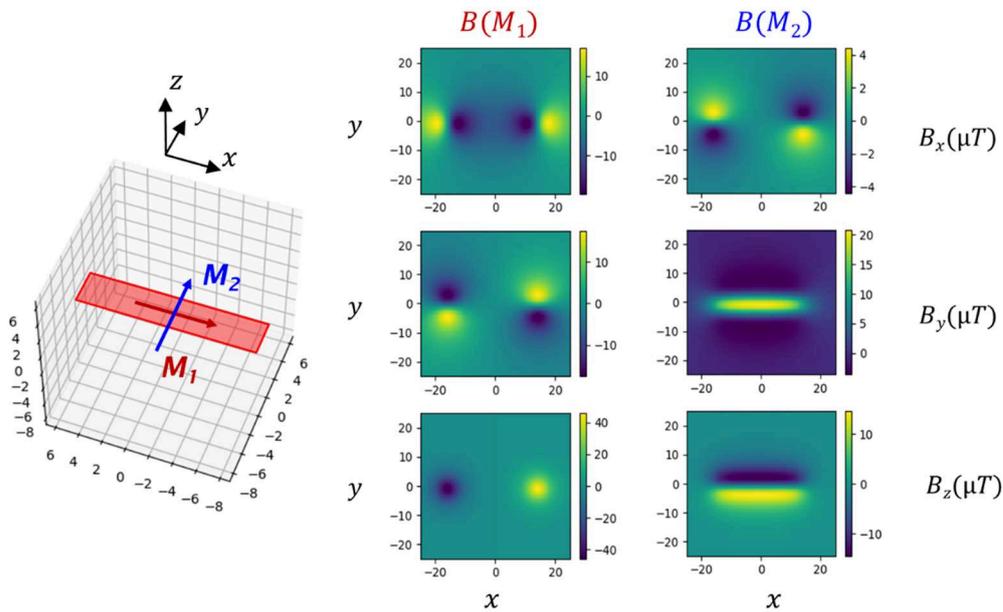


Figure 5-22 : Exemple de simulations des champs de fuite de la couche dure (gauche) et de la couche libre (droite) d'aimantations respectives M_1 et M_2 (8.10^5 A/m sur 5 nm d'épaisseur et 2.10^6 A/m sur 0,5 nm). Les valeurs des champs sont données à $z = 5 \mu\text{m}$ de distance pour simuler l'impact d'une pointe AFM GMR de 1^{ère} génération sur un hypothétique échantillon.

Expérimentalement, l'utilisation du microscope GMR permettrait de mener un autodiagnostic de l'influence magnétiques des capteurs GMR. Il s'agit de réaliser

l'image de la GMR (dont on veut connaître l'influence magnétique sur un échantillon si celle-ci était implémentée dans une pointe) avec une autre pointe GMR. Scanner l'échantillon selon les directions x et y permettra quantitativement d'estimer les champs de fuites présents à la distance GMR/échantillon typique de nos pointes. Par exemple, dans la Figure 5-23, une GMR « stack 1 » est scannée avec une pointe GMR. Sachant que le capteur présent dans la pointe présente une sensibilité à 300 mV d'alimentation de l'ordre de 3 V/T. Sachant que le signal brut (quelques mT de contraste) est amplifié d'un facteur 200. Alors on en déduit que la composante des champs de fuite selon l'axe de la pointe (approximativement l'axe y, si on se réfère à la Figure 5-22) est de quelques dizaines de μT au maximum pour ce barreau GMR.

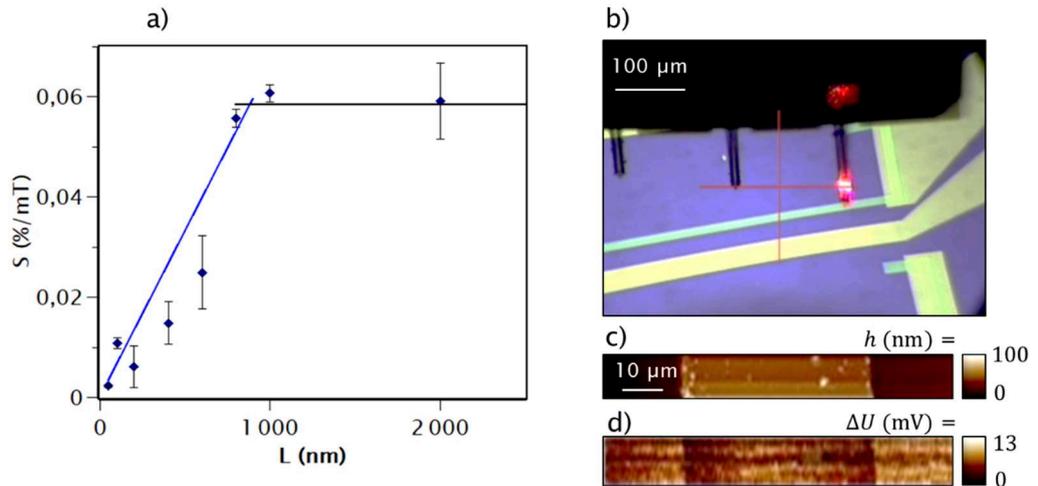


Figure 5-23 : (a) Evolution de la sensibilité des capteurs de stack 2' aux petites largeurs ($L \leq 2 \mu\text{m}$). Ajustement par une constante aux tailles supérieures (ligne noire) à 800 nm et par une droite pour les tailles plus petites (modèle macrospin – ligne bleue). (b) Scan d'une portion de barreau GMR de 50 μm de large (type « stack 1 ») avec une pointe micro-GMR (GMR de 4 μm de large). (c) Image topographique. (d) Image magnétique. Un gain ($\times 200$) est appliqué au signal GMR.

IV) Mesures avancées

1) Suppression de l'artefact de topographie dans la mesure magnétique

Intéressons-nous maintenant à un nouvel échantillon dont le signal magnétique est plus complexe. Cet échantillon est constitué d'une bande GMR de 12 μm de large pour quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur. Sur celle-ci est déposée une piste conductrice en or de 24 μm de large et 200 nm isolée électriquement. Comme nous l'avons vu, la GMR produit naturellement des champs de fuite car elle contient des matériaux possédant une aimantation macroscopique. D'autre part, la ligne conductrice produit un champ lorsqu'elle est parcourue par un courant. La ligne est alimentée par un courant de 23 mA à 1 kHz. La simulation (via le même code que pour la Figure 5-21) prédit un champ minimum mesurable

par la pointe de $14 \mu\text{T}$ (en valeur efficace) dans la direction du plan de l'échantillon perpendiculaire à la ligne. Le champ produit par la GMR dans cette même direction est attendu (d'après le code en Annexe IX) pour être de l'ordre de la dizaine de microteslas également. Ces deux valeurs sont bien au-delà de la détectivité typique du capteur GMR (en DC et à 1 kHz) et sont donc *a priori* détectables. L'échantillon est scanné sur une zone de $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ par une pointe GMR de $4 \mu\text{m}$ de large. Le capteur est linéarisé en plaçant un aimant à proximité de la pointe, la sensibilité obtenue est approximativement de $1 \%/m\text{T}$.

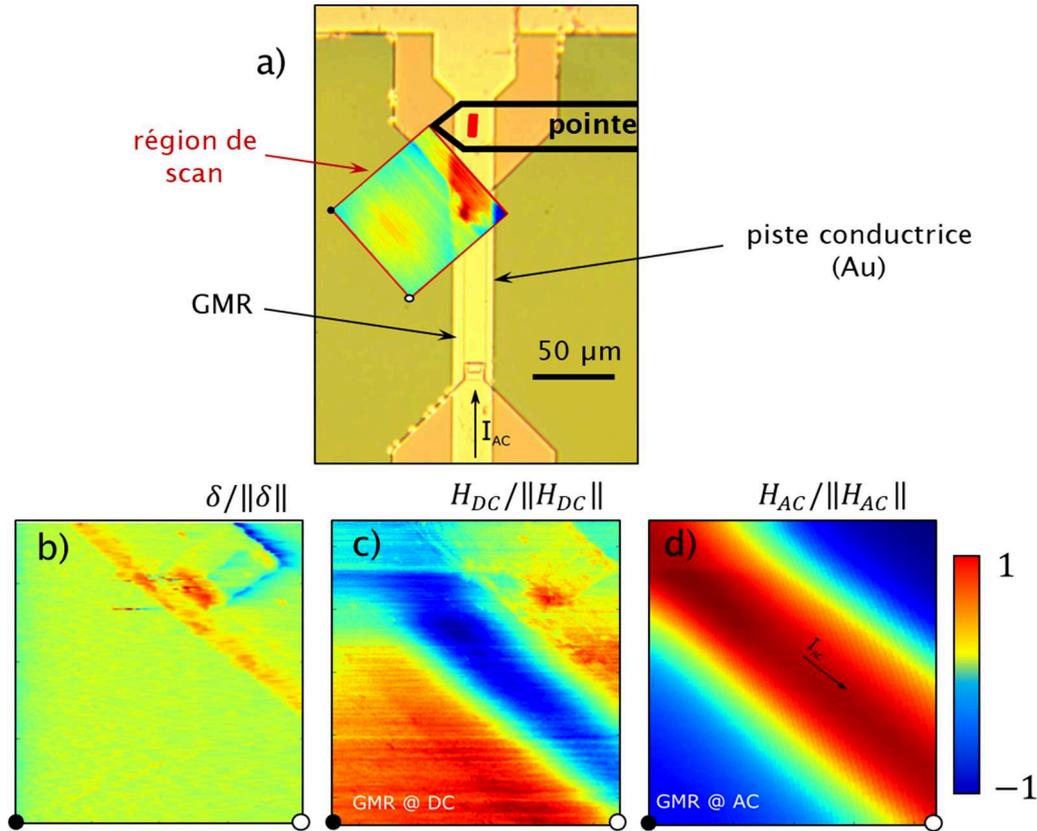


Figure 5-24 : (a) Image au microscope optique d'un échantillon composé d'une ligne de courant (alimenté à 1 kHz par un courant de 23 mA) déposée par-dessus une ligne GMR mais isolée électriquement. La cartographie de la topographie de la zone de scan ($50 \times 50 \mu\text{m}^2$), mesurée avec la pointe GMR, est superposée à l'image optique de l'échantillon. (b) Image obtenue par la déflexion δ du bras de levier. (c) Image magnétique de la composante statique du signal de l'échantillon (champ de fuite de la ligne GMR). (d) Image magnétique de la composante AC de l'image (champ produit par la ligne de courant). Les trois images magnétiques sont normalisées.

Le capteur GMR de la pointe réalisant une mesure large bande, il est possible d'isoler (par filtrage, par démodulation) le signal DC du signal AC (à 1 kHz) comme présenté sur la Figure 5-24. Le signal AC (d) reflète le champ émis par la ligne de courant. Connaissant la sensibilité du capteur ($\sim 1 \%/m\text{T}$) et l'amplitude du signal (0,36 mV pour une alimentation de 373 mV de la GMR, soit une variation d'environ 0,1 %), le champ efficace mesuré est expérimentalement de l'ordre de $60 \mu\text{T}$. Cet écart peut être attribué à la combinaison à plusieurs facteurs. Tout d'abord,

la piste d'or est déposée directement en contact avec la GMR ce qui complexifie l'interprétation par rapport à une piste conductrice seule. De plus, la hauteur de la pointe estimée ($5,7 \mu\text{m}$) est probablement plus faible en réalité (pointe légèrement tordue). Enfin, la valeur de $1 \text{ \%}/\text{mT}$ est une valeur estimée (après la linéarisation du capteur GMR par un aimant), la valeur réelle de la sensibilité est potentiellement plus élevée.

Le signal de l'image DC (c) reflète quant à lui les champs de fuite de la GMR. En revanche, on retrouve dans ce signal un artéfact dû à la déflexion de la pointe (b). Cette hypothèse est confortée par la réalisation d'une image avec un capteur GMR saturé (non-sensible). Alors que l'on pourrait s'attendre à obtenir une image magnétique DC dépourvue de contraste (pas de signal mesuré), celle-ci présente un contraste qui est l'exact reflet de l'image en déflexion (Figure 5-25). Cette donnée confirme donc que la topographie modifie la résistance du capteur (en déformant le bras de levier). Une manière simple de supprimer cet artéfact est d'alimenter la GMR par un courant AC au lieu d'un courant DC puis de démoduler le signal à la fréquence d'alimentation. Le signal utile est alors déplacé à une fréquence connue, tandis que la variation de résistance due à la topographie reste à fréquence nulle. En démodulant le signal GMR, l'artéfact n'est donc pas présent dans la mesure de la composante statique du signal magnétique (Figure 5-25). Il est à noter que pour éviter des effets de couplage mécanique, la fréquence de l'alimentation AC doit être différente de la fréquence de résonance du bras de levier.

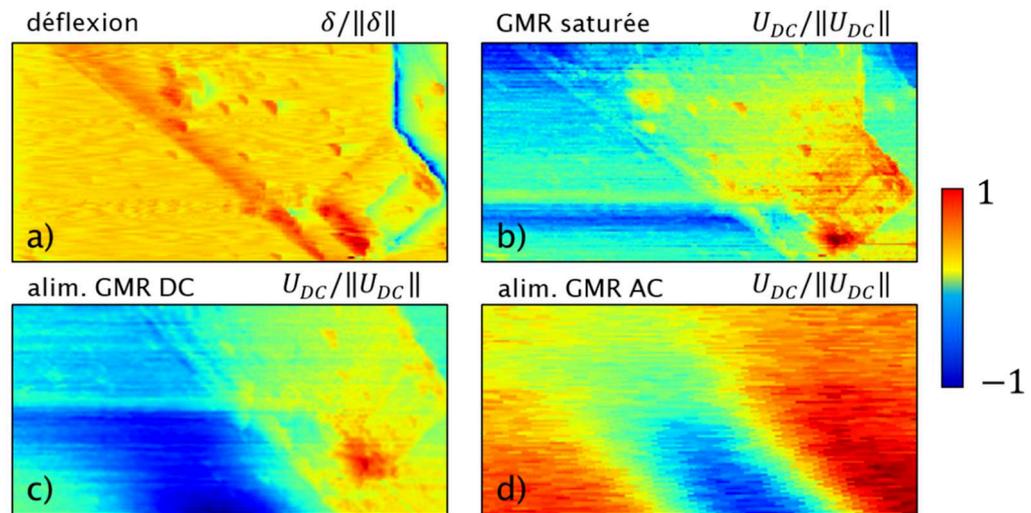


Figure 5-25 : Impact de l'artéfact de topographie sur la mesure des champs statiques d'un échantillon par une pointe GMR. (a) Image obtenue par la déflexion δ du bras de levier. (b) Image magnétique obtenue par lorsque le capteur GMR est saturé : artéfact. (c) Image magnétique obtenue pour un capteur GMR non-saturé et alimenté par un courant DC de 1 mA : artéfact superposé au signal utile. (d) Image magnétique obtenue pour un capteur GMR non-saturé et alimenté par un courant AC de 1 mA : signal utile sans artéfact.

2) Versatilité des pointes et implémentation sur des dispositifs commerciaux.

Afin de tester la compatibilité et l'adaptabilité des pointes GMR sur des dispositifs commerciaux et standardisés, des tests ont été effectués notamment sur deux microscope AFM commerciaux (Figure 5-26) : l'Innova[®] commercialisé par Brüker³⁴ et le Nano-Observer[®] commercialisé par CSI³⁵. Les tests ont été effectués sur les sites des deux entreprises après avoir au préalable contacté les pointes à tester sur des supports PCB adaptés à la géométrie de chaque appareil.

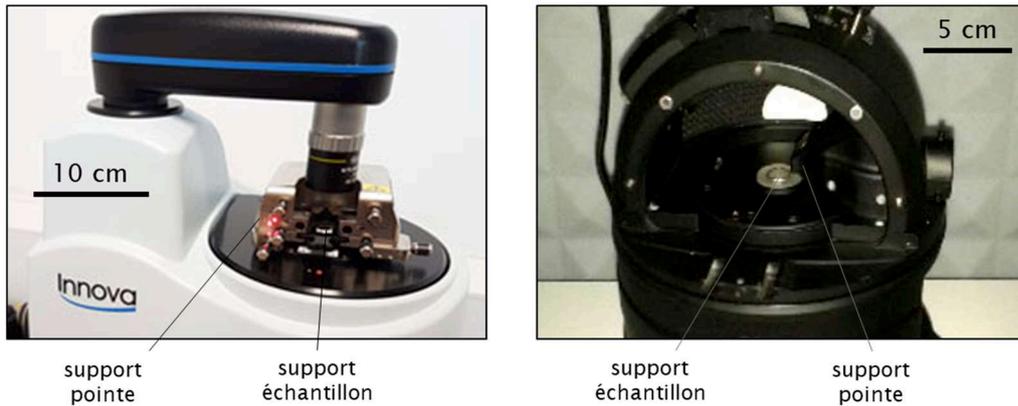


Figure 5-26 : (gauche) AFM Innova[®]. (droite) AFM Nano-Observer[®]

a) Nano-Observer[®] (CSI)

Les tests préliminaires menés sur l'AFM nous ont permis de tester la compatibilité des pointes avec le dispositif. Un PCB dédié pour l'alimentation et la récupération du signal des GMR a été fabriqué par CSI. Les figures 5-27 et 5-28 présentent les mesures réalisées au moyen d'une pointe dotée d'un capteur GMR (stack 1') de 4 μm de large. L'échantillon mesuré est une ligne constituée d'un dépôt GMR de 50 μm de large et 60 nm d'épaisseur environ. La direction de sensibilité du capteur est orientée selon l'axe x défini sur les figures ci-dessous. Le barreau GMR observé comporte une couche dure et une couche libre dont les aimantations sont respectivement orientées selon x et selon y . Dans la Figure 5-27, le capteur GMR (de sensibilité de l'ordre de 1 %/mT) est alimenté à 300 mV (DC). Le gain de la chaîne d'acquisition est de 200. L'amplitude du signal de la GMR est d'environ 7 mV, soit de l'ordre 0,01 % de variation par rapport à la tension d'alimentation la GMR, en prenant en compte le gain. Connaissant la sensibilité du capteur, on peut estimer que les champs de fuite de l'échantillon GMR scanné varient localement avec des écarts de l'ordre de 10 μT , ce qui est cohérent en termes d'ordre de grandeur.

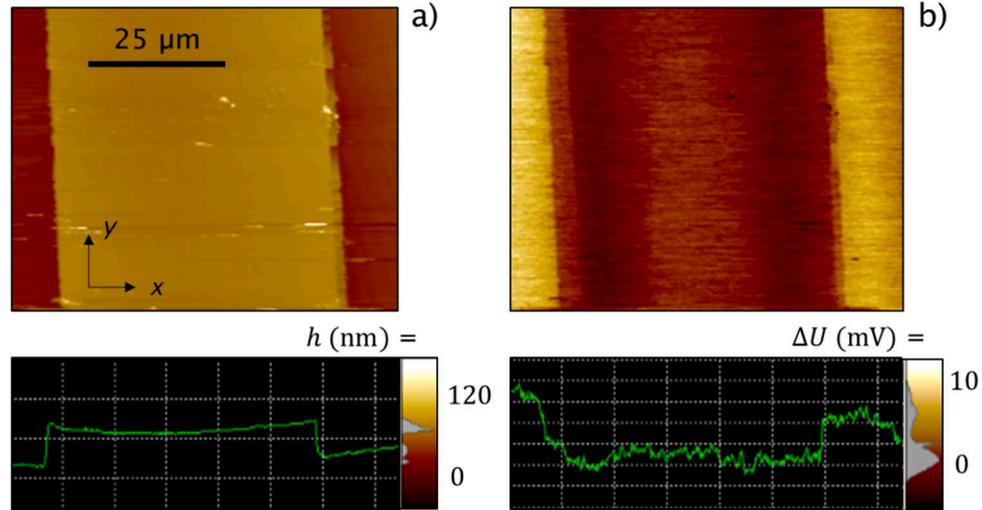


Figure 5-27 : Mesure d'un échantillon GMR (stack 1) de 50 μm de large par une pointe GMR alimentée à 300 mV (DC) et montée sur un AFM Nano-Observer $\text{\textcircled{R}}$. (a) Image et profil topographiques de l'échantillon. (b) Image magnétique et profil obtenus avec le signal GMR. Un gain de 200 est présent dans l'image magnétique.

Sur les mesures précédentes, l'artéfact de topographie (bien que faible) est présent dans la mesure GMR : visible par exemple au niveau des poussières (pixels saturés blancs sur l'image topographique) ou bien des irrégularités des bords du barreau. Cet artéfact est supprimé (comme discuté précédemment) par le passage à une alimentation AC (300 mV en valeur efficace à 10 kHz) de la GMR, comme on peut l'observer sur la Figure 5-28. La valeur mesurée pour l'épaisseur du barreau est cohérente avec la valeur attendue.

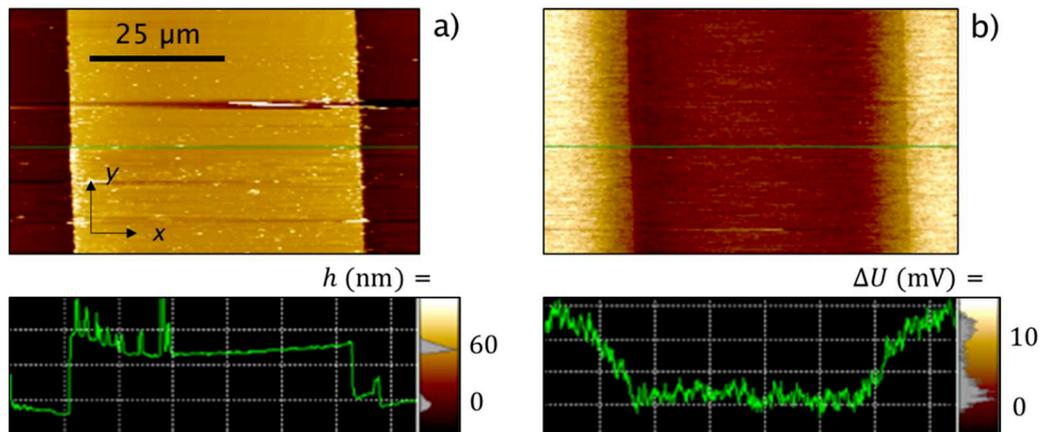


Figure 5-28 : Mesure d'un échantillon GMR (stack 1) de 50 μm de large par une pointe GMR alimentée à 300 mV (AC) et montée sur un AFM Nano-Observer $\text{\textcircled{R}}$. (a) Image et profil topographiques de l'échantillon. (b) Image magnétique et profil obtenus avec le signal GMR. Un gain de 200 est présent dans l'image magnétique.

b) Innova® (Brüker)

L'intégrabilité des pointes GMR sur l'AFM Innova a été également testée. La Figure 5-29 présente les tests menés sur un échantillon de bande magnétique (du même type que celles employées dans les cassettes vidéo) à l'aide d'une pointe GMR de stack 1' (capteur de 4 μm de large). Une première mesure est réalisée en alimentant le capteur avec une tension DC de 300 mV. Les résultats sont présentés dans la Figure 5-29 : (a et b). On note ici la présence de nombreuses poussières sur l'échantillon conduisant à un artéfact de topographie très marqué sur l'image magnétique. Cet artéfact est totalement supprimé par le passage à une alimentation AC (300 mV efficaces à 300 Hz) de la GMR, comme cela est montré sur la Figure 5-29 (e). La sensibilité du capteur vaut 1 %/mT. En prenant en compte gain de la chaîne d'amplification du signal ($\times 200$) il est possible d'estimer le signal magnétique de la bande d'après les variations de la tension mesurée (15 mV). Le champ magnétique de l'échantillon varie sur une amplitude de 20 μT environ. Pour une bande magnétique vidéo neuve, les champs attendus sont de l'ordre de quelques millitesla.

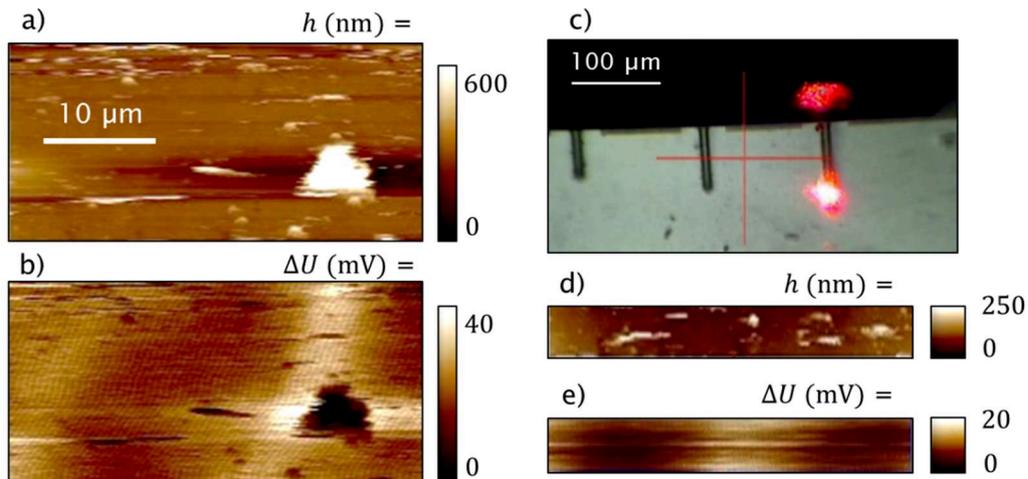


Figure 5-29 : Mesure d'un échantillon de bande magnétique par une pointe GMR montée sur un AFM Innova®. (a) Image topographique d'une première zone de l'échantillon. (b) Image magnétique obtenue pour la première zone avec le signal GMR pour une alimentation de 300 mV (DC) du capteur. (c) Approche de la pointe de la surface de l'échantillon. (d) Image topographique d'une seconde zone de l'échantillon. (e) Image magnétique obtenue pour la seconde zone avec le signal GMR pour une alimentation de 300 mV efficaces (AC) du capteur. Un gain de 200 est présent dans les images magnétiques.

V) Mesure de susceptibilité magnétique

1) Bases de la mesure

a) Modèle

L'un des objectifs du microscope GMR est de réaliser des mesures de susceptibilité pour caractériser la réponse d'échantillons magnétiques. L'idée est

d'obtenir un contraste (potentiellement différent de celui obtenu avec la mesure de champs statiques) dépendant de la valeur de χ et donc de la fréquence et des propriétés magnétiques du matériau. Comme nous l'avons évoqué, la dépendance en fréquence de la susceptibilité d'un matériau dépend de manière non triviale des propriétés de celui-ci. Il existe en revanche un modèle empirique qui lie la susceptibilité à la fréquence ³⁶. Ainsi, on peut exprimer la valeur complexe χ en fonction de ω ($= 2\pi f$) comme :

$$\chi(\omega) = \frac{\chi'_0 - \chi'_\infty}{1 - j\omega\tau(\omega)} + \chi'_\infty \quad (5.V.1)$$

avec,

$$\tau(\omega) = \omega^{-\nu} \cdot t_0^{1-\nu} \cdot e^{j\nu\pi/2} \quad (5.V.2)$$

Ce modèle définit $\chi(\omega)$ comme une fonction dépendant d'un quadruplet de paramètres $\{\chi'_0; \chi'_\infty; t_0; \nu\}$. χ'_0 et χ'_∞ sont les valeurs prises par la partie réelle de χ (adimensionnel), respectivement en champ statique (ou nul) et lorsque la fréquence tend vers l'infini. ν (adimensionnel) et t_0 (en secondes) sont deux paramètres permettant de définir le temps caractéristique complexe τ associé à χ . L'utilisation du paramètre ν permet notamment de prendre en compte le retard de la réponse lors de l'excitation du matériau magnétique. Si $\tau(\omega)$ est sous cette forme, $\chi(\omega)$ obéit à un modèle bien connu dit de Cole-Cole ³⁷. Dans le cas d'un modèle plus simplifié, il serait possible de considérer τ comme une constante T , alors χ (équation 5.V.1) obéit à une relaxation dite de type Debye (ou Bloch) ^{37,38}. Par la suite, on considèrera toujours le modèle Cole-Cole qui permet de décrire les comportements plus complexes. La valeur complexe de la susceptibilité magnétique est décomposable en sa partie réelle χ' et sa partie imaginaire χ'' , en fonction de la fréquence, comme dans l'exemple de la Figure 5-30. Il est possible d'interpréter physiquement les comportements de χ' et χ'' , sachant que ceux-ci sont liés entre-elles (relation de Kramers-Kronig ³⁹).

La réponse du matériau tente de suivre l'excitation magnétique imposée et une valeur à l'équilibre est atteinte au bout d'un certain temps caractéristique. La partie réelle χ' indique l'intensité de l'aimantation induite par le champ dans le matériau. Aux basses fréquences, le temps de réponse caractéristique des éléments magnétiques qui répondent à l'excitation (grain magnétiques, domaines, parois) est plus court que celui de l'excitation : la réémission n'est pas limitée par la dynamique de la réponse du matériau et ainsi la susceptibilité est maximale. Aux plus hautes fréquences, la fréquence de l'excitation est trop élevée pour que sa dynamique puisse suivre. Ainsi, le matériau paraît moins magnétique et sa susceptibilité diminue. La partie imaginaire de la réponse témoigne également de cette évolution du comportement du matériau : l'intensité de χ'' est directement liée à l'ampleur des pertes (on peut aussi voir cette valeur comme un témoin de l'énergie stockée dans le matériau) à la fréquence de l'excitation. Ces pertes magnétiques sont à rapprocher des multiples phénomènes irréversibles et dissipatifs se déroulant dans le matériau :

inhomogénéités (défauts, grains, domaines), changements irréversibles de la microstructure sous l'effet du champ, hystérésis. Aux basses et aux hautes fréquences, les pertes sont faibles. En revanche, les pertes sont maximales (pic de la courbe χ'') lorsque les temps caractéristiques de l'excitation et du matériau sont comparables.

Sur la Figure 5-30, on retrouve qualitativement les propriétés ci-dessus. Des résultats expérimentaux tirés des travaux de Bowler *et al.* (2006)⁴⁰ sont rapprochés d'une modélisation réalisée sous Python pour tester l'adéquation du modèle, qui pourra ensuite être testé sur nos propres échantillons. Le modèle reproduit de façon satisfaisante en première approximation l'évolution des deux matériaux de l'exemple (fer et acier trempé). La simulation permet d'extraire les valeurs calculées des quatre paramètres $\{\chi'_0 ; \chi'_\infty ; t_0 ; \nu\}$ dans chaque cas. Pour cet exemple, les quadruplets déterminés sont respectivement : $\{90 ; 15 ; 1/600 ; 0,3\}$ pour le fer et $\{110 ; 10 ; 1/100 ; 0,4\}$ pour l'acier. Ces valeurs sont cohérentes avec les valeurs fournies dans la publication⁴⁰. Dans le cas des aciers duplex, non étudiés à notre connaissance avec ce modèle, les ordres de grandeurs pour les différents paramètres seront *a priori* similaires à ces lots de valeurs préliminaires.

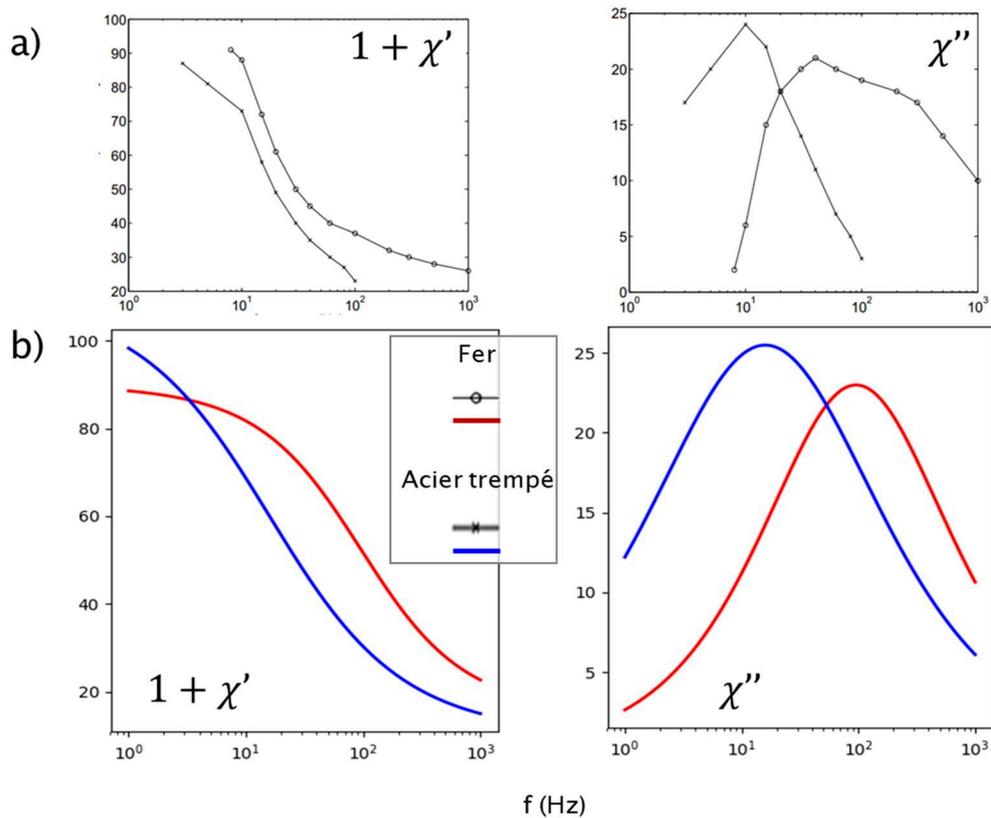


Figure 5-30 : (a) Mesures expérimentales des parties réelle et imaginaire de la perméabilité magnétique $\mu = 1 + \chi$ en fonction de la fréquence, d'un échantillon de fer (cercles) et d'acier trempé (croix) d'après Bowler *et al.* (2006)⁴⁰. (b) Simulations basées sur les équations 5.V.1 et 5.V.2 et d'après les données expérimentales.

b) Contraste

L'enjeu pour réaliser une imagerie de susceptibilité magnétique est de définir le ou les différents contrastes qui vont pouvoir être exploitables dans le cadre de la mesure. Conventionnellement, le contraste sur une grandeur X entre deux états a et b peut être défini comme :

$$C = \frac{|X_a - X_b|}{|X_a + X_b|} \quad (5.V.3)$$

Dans le cas de l'imagerie de susceptibilité magnétique, différents contrastes entre deux zones a et b de structure magnétique différentes pourront être obtenus selon qu'on considère χ' , χ'' ou bien $|\chi|$. On note alors ces contrastes :

$$C_1 = \frac{|\chi'_a - \chi'_b|}{|\chi'_a + \chi'_b|} \quad (5.V.4)$$

$$C_2 = \frac{|\chi''_a - \chi''_b|}{|\chi''_a + \chi''_b|} \quad (5.V.5)$$

$$C_3 = \frac{||\chi_a| - |\chi_b||}{| |\chi_a| + |\chi_b| |} \quad (5.V.6)$$

La Figure 5-31 synthétise la dépendance de C_1 , C_2 et C_3 entre a et b vis-à-vis des quatre paramètres caractéristiques de χ , autour de la fréquence caractéristique (fréquence au maximum du pic des pertes, à rapprocher de $t_0^{\nu-1}$) des deux matériaux. L'étude complète de l'influence de ces paramètres sur χ et les différents contrastes est détaillée en Annexe XI.

Un certain nombre de principes peuvent être dégagés de ces graphiques. Tout d'abord, la pertinence de C_3 vis-à-vis des deux autres contrastes est très limitée (avec un comportement très proche de C_1 , tout en prenant des valeurs plus faibles. L'évolution des contrastes ne suit pas une évolution triviale. Dans le cas de deux matériaux réels, tous les paramètres peuvent être amenés à varier légèrement : selon la fréquence étudiée le contraste « pertinent » pourra différer. Toutefois, le contraste sur C_2 , en prenant en compte l'ensemble de la gamme de fréquence, est plus robuste en moyenne que C_1 . Il peut être intéressant dans un premier temps, pour une mesure sur un échantillon autour de sa fréquence caractéristique, de s'intéresser à la cartographie des pertes (C_2) car le contraste aura plus de chance d'être élevé.

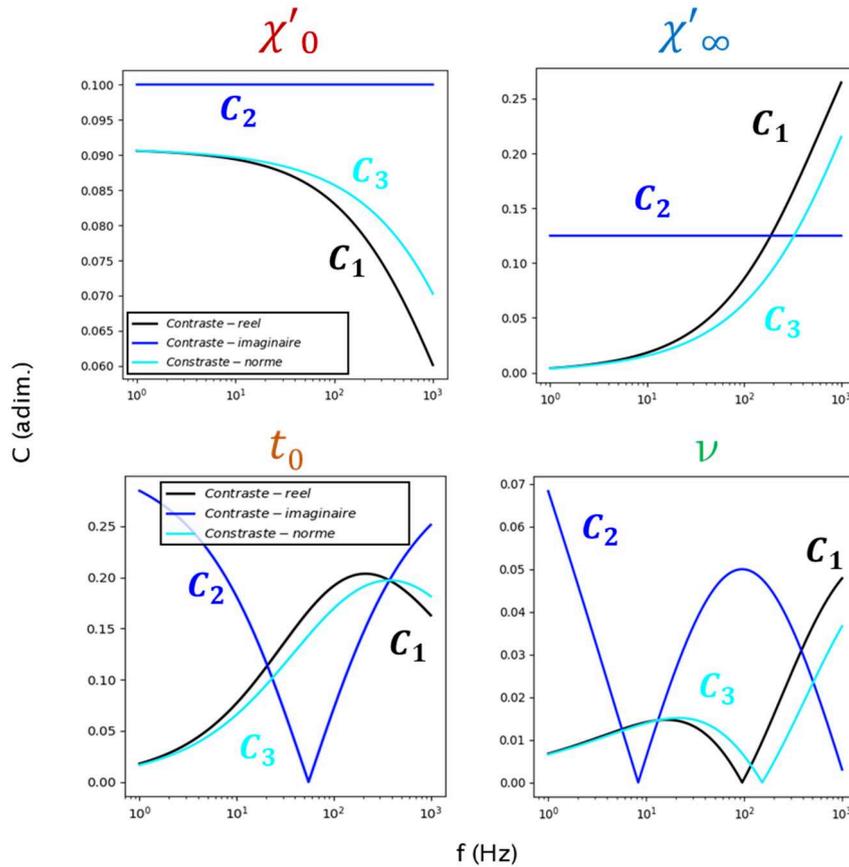


Figure 5-31 : Courbes de contraste en susceptibilité entre deux matériaux magnétiques en fonction des quatre paramètres de χ . Pour chaque courbe, le matériau a caractérisé par $\{100 ; 10 ; 1/600 ; 0,4\}$ est comparé à un matériau b , qui diffère uniquement par la valeur de l'un des paramètres. Les valeurs pour les différents matériaux b , sélectionnées pour la comparaison, sont les suivantes : $\chi'_0 = 120$, $\chi'_\infty = 30$, $t_0 = 1/200$ et $\nu = 0,45$ respectivement, dans les quatre graphiques (le symbole de la grandeur qui varie est indiquée au-dessus de chaque graphique).

2) Vers la validation expérimentale

Comme premières preuves de concept pour l'image magnétique de susceptibilité, des mesures ont été réalisées sur un échantillon de test. Cet échantillon est constitué d'une grille de fines lamelles d'acier inox (200 μm d'épaisseur environ), découpées en carrés de quelques millimètres de côté et collées sur un support non magnétique. Les mesures sont réalisées sur le dispositif de sonde 3D GMR (voir Chapitre 3) ⁴¹. Le capteur GMR est micronique (4 μm de large) et la sonde réalise une image à une distance de 300 μm de l'échantillon. La sensibilité du capteur est de 1,8 %/mT et celui-ci est alimenté à 200 mV. Le signal est amplifié d'un facteur 2000. L'échantillon magnétique est quant à lui excité par des bobines (4 mT à 78 Hz). La démodulation du signal est réalisée par un lock-in. Les images (partie réelle et imaginaire) sont présentées sur la Figure 5-32.

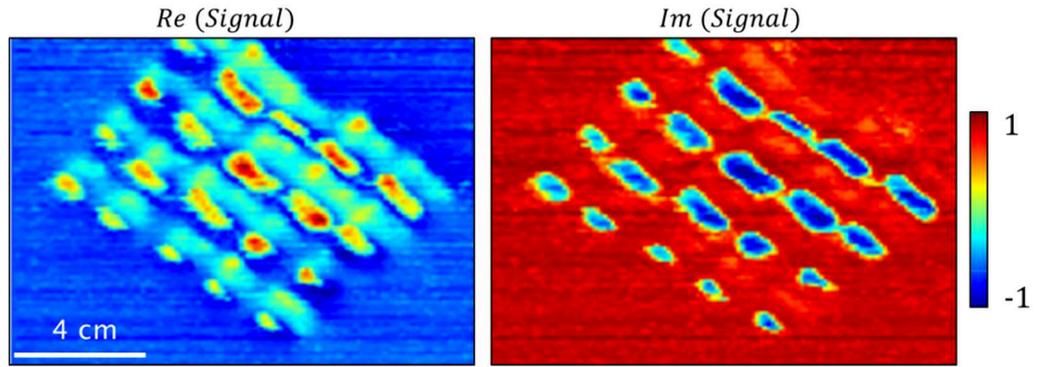


Figure 5-32 : Cartographie (normalisée) de susceptibilité d'un damier en feuilles d'acier inox collées sur un support non magnétique (200 μm d'épaisseur) réalisé avec le dispositif de sonde 3D GMR. (gauche) Partie réelle du signal magnétique. (droite) Partie imaginaire.

Les variations maximales relevées (normalisées sur la Figure 5-32) sont de 1 mV pour l'image de la partie réelle et 1,7 mV pour l'image de la partie imaginaire. Ces valeurs correspondent respectivement à des variations de l'ordre de 0,5 % (partie réelle) et 0,75 % (partie imaginaire) de la résistance du capteur GMR. En prenant en compte la sensibilité du capteur, il est possible de remonter aux variations maximales du champ, mesurées pour chaque image : 350 μT pour la partie réelle et 450 μT environ pour la partie imaginaire. On peut, par itération et au moyen de l'outil de simulation détaillé en Annexe IX estimer χ' et χ'' : 10 et 12,5 respectivement. Ces valeurs sont cohérentes avec les valeurs typiques obtenues pour certains aciers inox ⁴².

Ces derniers ordres de grandeur sont à rapprocher de l'un des cas particuliers qui nous intéresse, celui des aciers inoxydables de type Duplex. Comme cela a été présenté au Chapitre 1, la microstructure de ces aciers possède essentiellement deux phases, austénite γ (paramagnétique) et ferrite δ (magnétique) dont la répartition est directement liée au vieillissement du matériau. Les valeurs de susceptibilité (DC) attendues ces deux phases sont de l'ordre de 1000 – 2000 pour la phase δ et proche de 0 (entre 0,003 et 0,05 typiquement) pour la phase γ ⁴². On s'attend donc à des valeurs de contraste élevées aux interfaces ($C \sim 1$). Du point de vue macroscopique, la susceptibilité (DC) moyenne d'un échantillon de Duplex (en volume) est de l'ordre de 1 à 10. A titre d'exemple, pour un échantillon de 100 μm d'épaisseur de 1 cm^2 de surface placé à 300 μm de distance d'un capteur (configuration de la sonde 3D GMR), la valeur attendue pour le signal magnétique est de l'ordre de quelques 10 μT (très largement détectable par un capteur GMR standard). Toutefois, une résolution de quelques μm à quelques centaines de nm est attendue pour pouvoir espérer détecter un contraste γ/δ . Avec le microscope GMR (distance capteur/échantillon de 5,7 μm), le champ attendu au niveau du capteur pour un grain ferrique hypothétique de $(10 \mu\text{m})^3$ est de l'ordre de quelques 10 mT. Pour un grain austénitique de mêmes dimensions, le champ attendu est compris entre le 100 nT et 1 μT ⁴². Tous ces ordres de grandeurs sont compatibles (en termes de limite de détection) avec l'emploi d'un capteur nano-GMR.

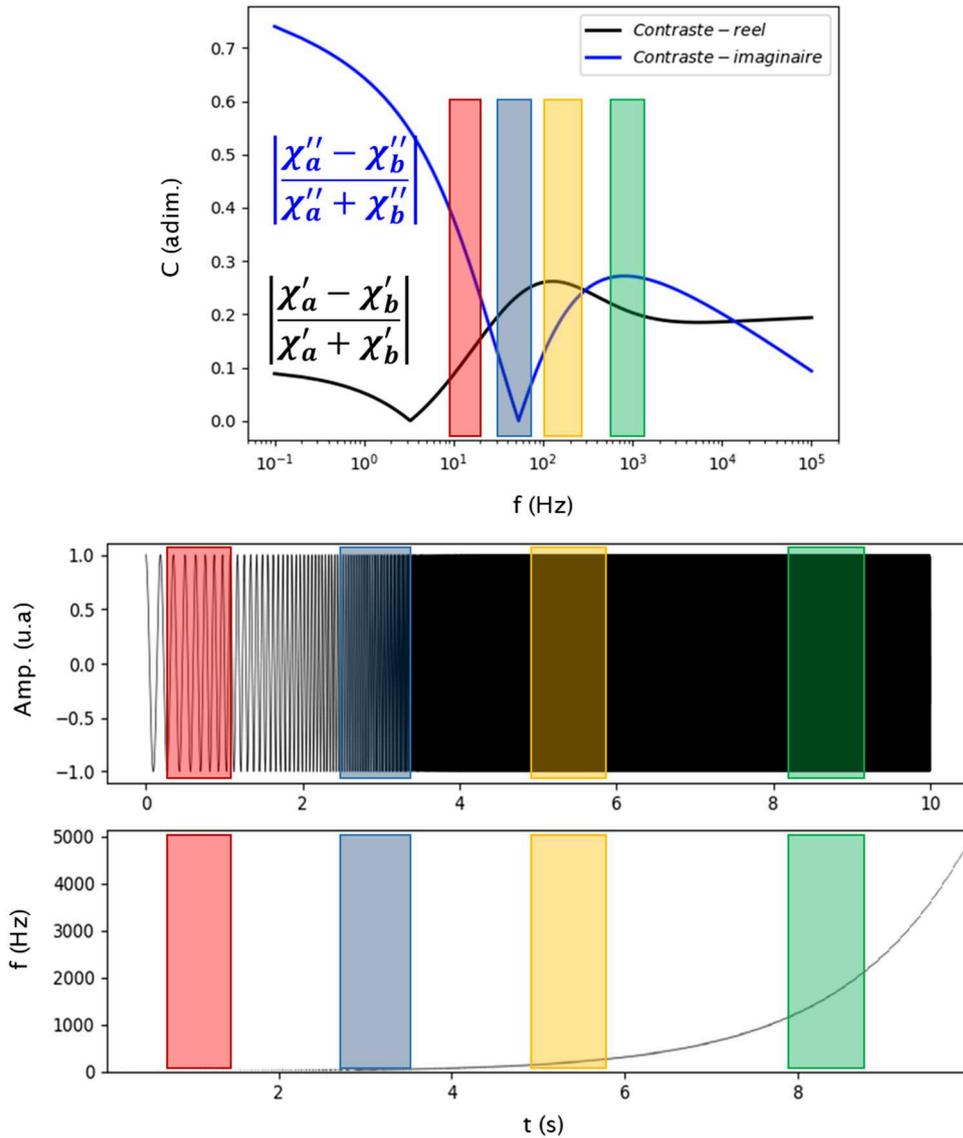


Figure 5-33 : (haut) Courbes de contraste sur χ' et χ'' obtenue sur les matériaux a et b simulés dans la Figure 5-31. (bas) Exemple de fonction *chirp* pouvant être utilisée afin de réaliser un balayage en fréquence pour chaque pixel de l'image magnétique obtenue microscopie. Des régions d'intérêt ou ROI (zones colorées) peuvent être arbitrairement définies afin d'obtenir différents contrastes.

Dans une optique de réalisation de mesures en susceptibilité AC sur des échantillons de propriétés physiques partiellement inconnues, il peut être intéressant d'envisager du point de vue pratique de réaliser une première mesure avec un balayage en fréquence (fonction *sweep* ou *chirp*) pour chaque pixel. La Figure 5-33 illustre cette proposition sur le cas simulé déjà décrit dans la Figure 5-30. Il est ensuite possible de définir plusieurs régions d'intérêt (*region of interest* ou ROI) sur le spectre afin d'obtenir, en un unique scan de la sonde GMR, plusieurs images de contraste différents. Par exemple, sur la Figure 5-33, la ROI verte présente un contraste entre les deux matériaux relativement élevé pour χ' et χ'' tandis que pour

les ROI rouge et bleu, l'essentiel de l'information sera portée uniquement par l'une des deux grandeurs (respectivement χ'' pour la ROI rouge et χ' pour la ROI bleue). Chaque ROI de l'image peut être isolée par traitement de l'image brute par transformée de Fourier (Annexe VIII), ce qui permet d'obtenir deux images (une avec un contraste basé sur χ' et la seconde sur χ'') par ROI. Il est à noter également que pour l'interprétation d'échantillons complexes avec le modèle théorique de la susceptibilité en fréquence (alliages, matériaux multiphasiques), il est possible de superposer plusieurs fois le modèle (un calcul par matériau) au sein d'une même simulation. On pourra par exemple dans le cas de χ'' discuter de l'apparition de plusieurs pics à différentes fréquences ou plusieurs inflexions dans les courbes de χ'

43-45

VI) Seconde génération de pointes GMR

Les développements en cours sur les pointes GMR se focalisent en particulier autour de deux axes : l'amélioration de la résolution spatiale et les pointes comportant plusieurs GMR. Les masques ainsi que les idées directrices associés à chaque type de pointes sont détaillés par la suite. Les masques virtuels associés ont été réalisés. De premiers tests (procédé et caractérisations) sont à venir.

1) Nouvelles fonctionnalités

Parmi les concepts à explorer et mobilisant plusieurs capteurs intégrés au bras de levier, on retrouve deux catégories de pointes avec des fonctions distinctes. La première configuration qui peut se montrer intéressante est une configuration « en gradiomètre » (Figure 5-34 a). L'objectif ici est d'améliorer la limite de détection de l'ensemble. En effet, si le premier capteur placé à l'extrémité de la pointe mesure le magnétisme de l'échantillon de la même manière que les pointes GMR standards, le second capteur est placé plus en retrait et permet de mesurer le bruit magnétique ambiant. Le signal de la seconde GMR peut ensuite être soustrait à celui de la GMR située à l'apex du bras. Cette configuration peut se révéler utile notamment lors de mesures dans un environnement non-blindé en permettant de faire abstraction de la présence de multiples bruits d'origines extérieures au montage (voir Chapitre 2, Figure 2-16). Un autre usage peut également être de détecter plus facilement de faibles variations de signal d'un échantillon globalement magnétique. Soustraire le signal du second capteur permettra de retirer une partie de l'influence du signal magnétique moyen pour pouvoir se concentrer sur les détails magnétiques mesurés par le capteur de tête. Bien entendu, la distance entre les deux capteurs est un paramètre sur lequel on peut jouer. Une configuration plus « resserrée » des deux capteurs pourra par exemple permettre d'améliorer astucieusement la résolution spatiale (voir discussion ci-après en VI-2)

Une seconde configuration des capteurs GMR vise à permettre la réalisation de mesures magnétiques dans les deux dimensions du plan de l'échantillon. Un second capteur, d'axe de sensibilité orthogonal au premier (dans le plan de la pointe) peut être intégré au premier afin de mesurer le champ magnétique dans cette

seconde direction (Figure 5-34 b). On a vu, notamment dans ce chapitre, qu'un capteur GMR pouvait également présenter une sensibilité S_{y1} non nulle (bien que plus faible) dans la direction perpendiculaire à la direction sensible (de sensibilité S_{x1}). L'introduction du second capteur, de sensibilités connues $\{S_{x2}; S_{y2}\}$ permet de déterminer les deux composantes du champ $\{H_x; H_y\}$ de façon univoque par résolution du système suivant :

$$\begin{cases} U_1 = S_{x1} \cdot H_x + S_{y1} \cdot H_y \\ U_2 = S_{x2} \cdot H_x + S_{y2} \cdot H_y \end{cases} \quad (5.VI.1)$$

où U_1 et U_2 sont les signaux mesurés respectivement par les deux GMR.

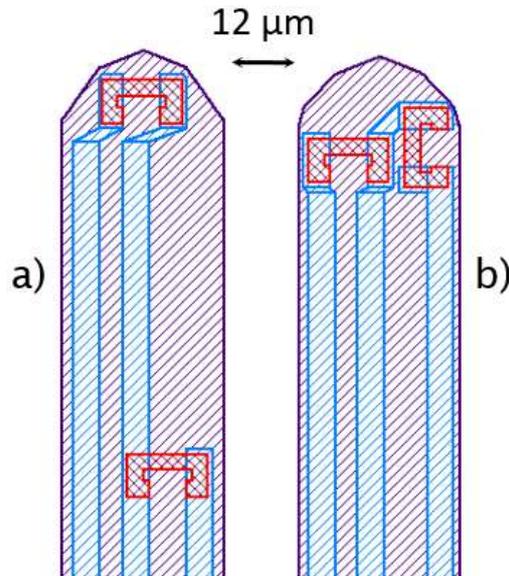


Figure 5-34 : Masques de lithographie pour les bras de levier à deux GMR. Les étapes définissant les motifs des GMR (rouge), des contacts (bleu) et de la pointe (violet) sont présentées. (a) Configuration « gradiomètre ». (b) Configuration pour la mesure du champ magnétique en 2D.

2) Gagner en résolution latérale

a) Géométrie de la pointe

Dans le cas d'un bras de levier standard AFM, la résolution latérale sur la topographie peut être subnanométrique, ce qui n'est pas le cas de nos bras de levier incluant une GMR. Ces derniers sont dépourvus d'une « pointe » AFM classique (Figure 5-35) et c'est, comme nous l'avons vu, leur apex qui est utilisé pour mesurer le relief. Cette façon de mesurer est moins précise mais permet cependant des résolutions de quelques dizaines ou centaines de nanomètres. L'un des objectifs des futures générations de pointes est donc de parvenir à de meilleures résolutions topographiques mais également à de meilleures résolutions magnétiques. Ce dernier point passe nécessairement par la réduction de la taille caractéristique de l'élément

magnétosensible. Travailler sur la géométrie des pointes permet de répondre en partie à ces deux enjeux.

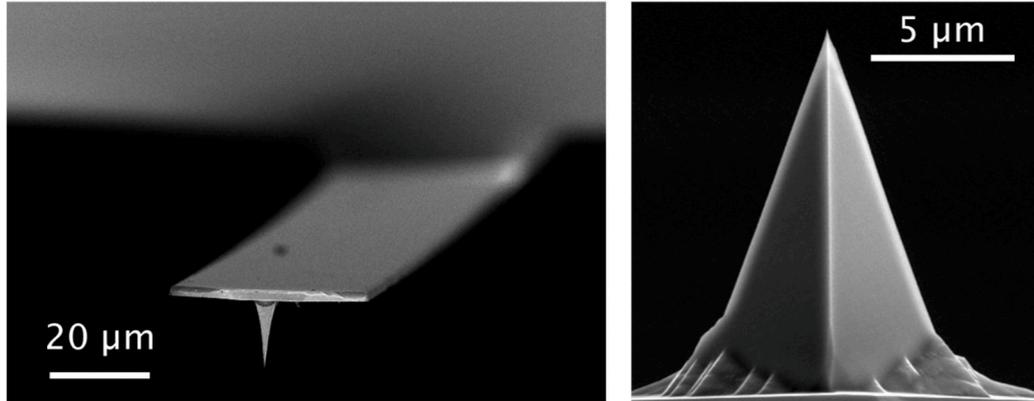


Figure 5-35 : Exemples de pointes commerciales standards pour AFM. (gauche) Pointe NSG30/SCD/5 de NT-MDT ⁴⁶. (droite) Pointe PPP-NCHR de Nanosensors ⁴⁷.

Si on souhaite rapprocher le capteur magnétique (sans modifier le capteur dans un premier temps) de l'apex du bras de levier, la géométrie de ce dernier doit être modifiée par rapport à celle de la première génération de pointes GMR (voir Figure 5-6). Une première possibilité, avec un moindre effort par rapport au procédé actuel, est « d'arrondir » le bout du micro-bras (Figure 5-36 a). La seconde méthode, qui requiert plus de travail au niveau de la lithographie, consiste à graver l'apex pour ne conserver qu'une petite pointe à l'extrémité (Figure 5-36 b). Ce « nano-apex » peut être réalisé au court d'une étape de lithographie électronique par exemple et permettrait *a priori* d'améliorer la résolution de la topographie. Sur les exemples de la Figure 5-37, le centre du barreau GMR est situé à 10 µm de l'apex (contre 21,25 µm pour la première génération). En conservant l'angle d'approche constant sur notre microscope (15°) cela permet de réaliser une image à une distance de 2,7 µm de l'échantillon (au lieu de 5,7 µm actuellement).

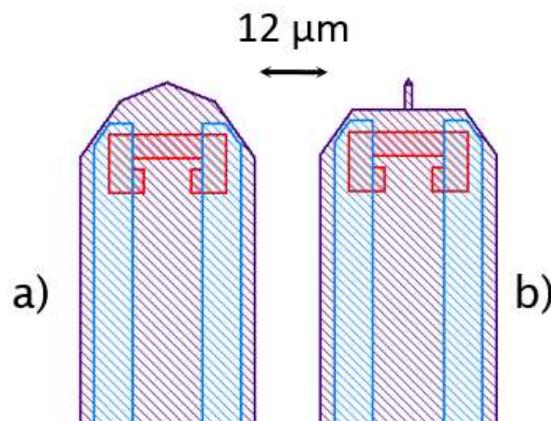


Figure 5-36 : Deux stratégies pour rapprocher le capteur de l'apex du micro-bras de levier. Les étapes de lithographie définissant les motifs des GMR (rouge), des contacts (bleu) et de la pointe (violet) sont présentées. (a) Pointe arrondie. (b) Pointe à nano-apex.

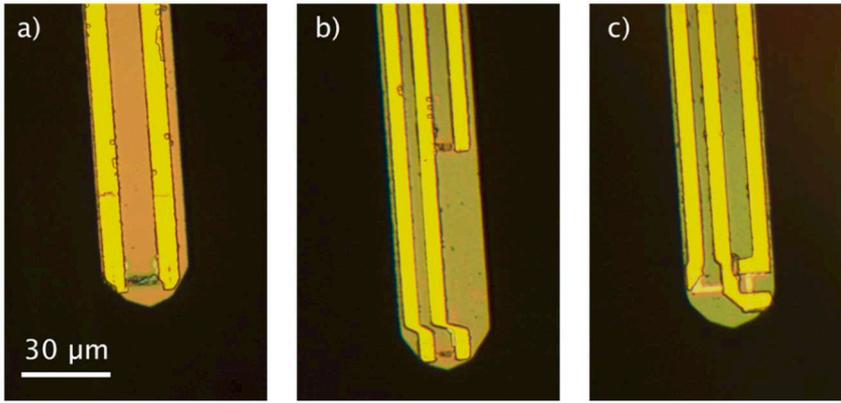


Figure 5-37 : Exemples de pointes GMR de la seconde génération. a) pointe arrondie. b) configuration en gradiomètre. c) configuration pour la mesure 2D.

b) Méthode différentielle

L'utilisation de la technologie GMR s'accompagne de l'introduction d'un rapport d'aspect différent de 1 : 1. La taille caractéristique dans l'axe non sensible étant plus élevée, la résolution est moins élevée suivant cette direction. Une idée de stratégie possible, tout en conservant la technologie GMR, consisterait à intégrer deux capteurs GMR sensibles dans la même direction et d'introduire un léger décalage en x et y (Figure 5-38). Cette méthode n'apporte aucun gain en résolution selon x (axe sensible) puisqu'il faut que les barreaux soient au moins séparés d'une distance égale à la largeur de la GMR pour ne pas se superposer. En revanche, selon la direction y (axe non-sensible), le différentiel des deux signaux permet d'accéder à une résolution de l'ordre du décalage introduit entre les deux barreaux GMR. Par exemple, la modélisation (Figure 5-38) illustre le cas d'un échantillon dont le signal détectable s'étend selon y sur 500 nm et scanné par une pointe dont les deux capteurs sont séparés de 1 μm. Cette méthode pourrait également s'appliquer d'un point de vue numérique, pour une pointe avec un unique capteur et en travaillant sur la différence entre l'image obtenue et sa copie décalée d'un pixel dans la direction y.

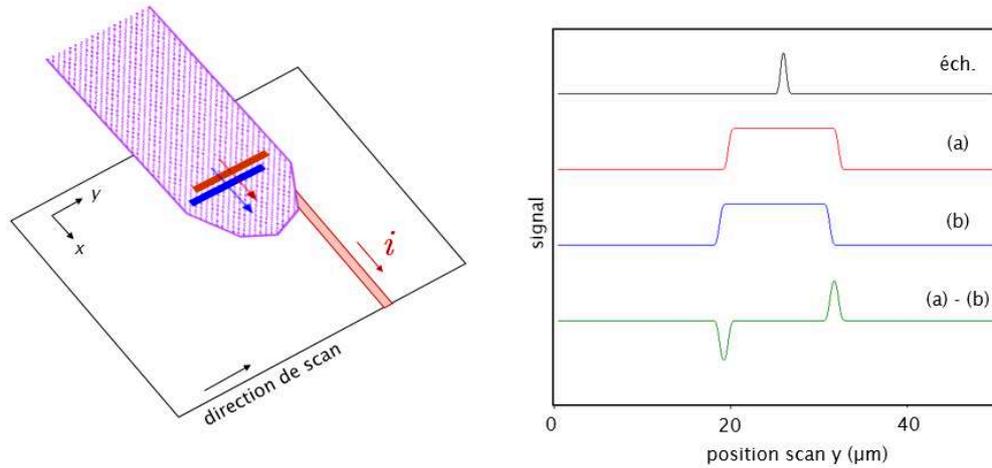


Figure 5-38 : Illustration d'une idée d'approche différentielle, par l'intégration d'un second capteur dans la pointe. Modèle (amplitudes normalisées) pour une ligne de courant de 500 nm et un décalage entre les deux capteurs de 1 μm selon y . Le capteur est supposé en contact avec la ligne pour ce cas modèle. Sont représentés : le signal de la ligne (éch.), le signal mesuré (pour une ligne de scan selon y) par les deux capteurs indépendamment (a et b), la différence entre les signaux des capteurs (a-b).

c) Perspectives nano-TMR

Enfin, l'approche privilégiée à ce jour pour améliorer la résolution consiste à intégrer des capteurs nano-TMR plutôt que nano-GMR. La technologie GMR imposant une anisotropie de forme (comme nous venons de le rappeler), obtenir une bonne résolution latérale est difficile. De plus celle-ci n'est pas symétrique. Pour pallier à ce problème le passage à la technologie TMR semble être une option pérenne pour la poursuite du projet. Bien que leur usage impose des contraintes plus fortes en termes de contrôle des ESD ou de niveau de bruit, il rend aussi accessible la fabrication de capteurs de rapport d'aspect 1 : 1, de taille caractéristique de quelques dizaines de nanomètres⁴⁸⁻⁵⁰. Transiter vers la technologie TMR (taille du capteur réduite sur les deux dimensions, capteur à l'extrême apex du bras de levier) permet, à limite de détection comparable (de l'ordre de 1 nT à 100 nT selon la fréquence), permet d'envisager une résolution de l'image magnétique de quelques dizaines de nanomètres à quelques dizaines ou centaines de nanomètres de l'échantillon (soit un gain d'un ou deux ordres de grandeur sur chaque paramètre : taille du capteur, distance à l'échantillon).

Le principal enjeu sera donc d'adapter le procédé de fabrication aux nano-TMR. Aujourd'hui de nombreux procédés de fabrications des piliers TMR reposent sur une méthode en trois étapes^{51,52} : gravure du pilier TMR à travers un masque physique (déposé sur le stack), dépôt d'une couche isolante pour protéger les bords du pilier, planarisation de la surface puis gravure de l'isolant en vue du dépôt des contacts (configuration CPP). Cette dernière étape de planarisation peut être réalisée par CMP (*Chemical Mechanical Polishing*). Cette première méthode requiert un équipement dédié et complexe. On lui préférera une méthode utilisant une résine dite « planéarisante », déposée par-dessus l'isolant. L'isolant et la résine seront

ensuite gravés par gravure RIE afin d'obtenir une surface plane (Figure 5-39). La principale contrainte de cette méthode réside dans le choix de la résine dont la vitesse de gravure doit être identique à celle de l'isolant durant l'étape de RIE.

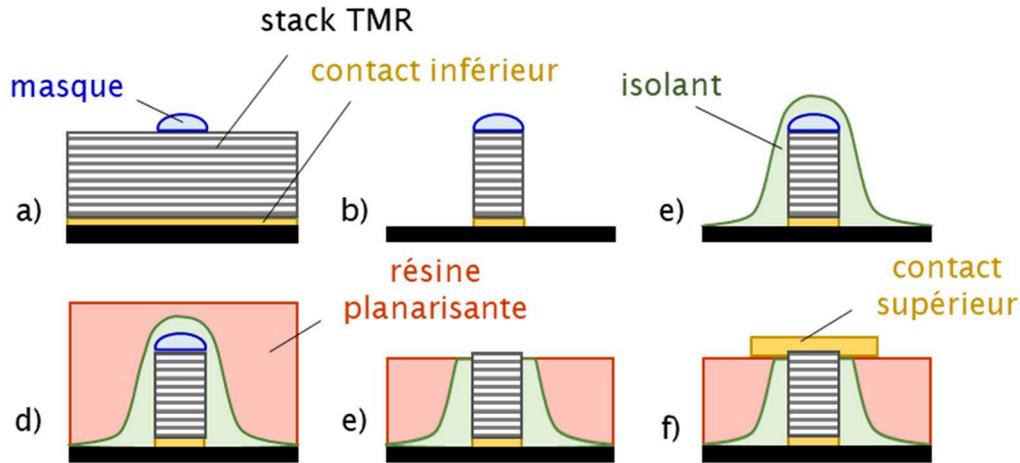


Figure 5-39 : Etapes de fabrication d'un pilier TMR d'après Boule (2007) ⁵¹. (a) Définition d'un masque (lithographie) par-dessus le stack TMR. (b) Gravure (IBE) du pilier TMR. (c) Dépôt d'une couche isolante. (d) dépôt de la résine de planarisation. (e) Gravure RIE. (f) reprise des contacts.

Dans ce dernier chapitre nous avons abordé les problématiques essentielles de la microscopie sous pointe intégrant des capteurs GMR (nanométriques ou micrométriques). La première de ces contraintes est liée à l'obtention d'un procédé de fabrication optimisé et robuste. Les premières pointes réalisées ont pu être intégrées et testées dans un dispositif d'AFM dédié. La méthodologie (caractérisation magnétique et mécanique, calibration des tubes piézoélectriques, étapes de traitement de l'image magnétique) ainsi que différentes stratégies (modulation de l'alimentation, analyse de Fourier) pour la caractérisation des pointes et la réalisation d'images magnétiques ont été détaillées. La versatilité des pointes GMR fabriquées a été vérifiée au travers de tests de divers échantillons magnétiques et leur intégration dans d'autres dispositifs d'AFM standardisés. Enfin, un certains nombres d'éléments de réflexion sont apportés en vue de mesures prochaines pour la cartographie de susceptibilité d'échantillons magnétiques ainsi que sur certaines voies possibles pour gagner en résolution spatiale avec la microscopie magnétorésistive à sonde locale.

En bref

- Fabrication de micro-bras de levier pour AFM intégrant une micro-GMR ou une nano-GMR.
- Réalisation d'images magnétiques : méthodologie, traitement de l'image, validation des résultats par la simulation ou le calcul d'ordres de grandeur.
- Suppression de l'artéfact de topographie dans la mesure GMR en modulant la tension d'alimentation du capteur.
- Mise en place d'outils (méthodologie, modélisation, mesures préliminaires) pour la cartographie de susceptibilité magnétique.
- Discussions préliminaires en vue de la seconde génération de pointes magnétiques et autour de deux axes principaux : l'amélioration de la résolution spatiale et la réalisation de pointes intégrant plusieurs capteurs GMR.

Bibliographie

1. Richheimer, F. *et al.* 3D Magnetic Field Reconstruction Methodology Based on a Scanning Magnetoresistive Probe. *Sensors* **18**, 2049 (2018).
2. Chopin, C. *et al.* Magnetoresistive sensor for in vivo neuronal measurement in two-dimension on 25 μm thick silicon substrate. (*under review*).
3. Weis, T. *et al.* Characterization of magnetic force microscopy probe tip remagnetization for measurements in external in-plane magnetic fields. *J. Appl. Phys.* **104**, 123503 (2008).
4. Yamamoto, S. Y. & Schultz, S. Scanning magnetoresistance microscopy. *Appl. Phys. Lett.* **69**, 3263–3265 (1996).
5. Nakamura, M., Kimura, M., Sueoka, K. & Mukasa, K. Scanning magnetoresistance microscopy with a magnetoresistive sensor cantilever. *Appl. Phys. Lett.* **80**, 2713–2715 (2002).
6. Takezaki, T., Yagisawa, D. & Sueoka, K. Fabrication and Characterization of an MR Cantilever with a Spin-Valve Sensor for a Scanning Magnetoresistance Microscope. *Trans. Magn. Soc. Jpn.* **5**, 109–112 (2005).

7. Takezaki, T., Yagisawa, D. & Sueoka, K. Magnetic Field Measurement using Scanning Magnetoresistance Microscope with Spin-Valve Sensor. *Jpn. J. Appl. Phys.* **45**, 2251–2254 (2006).
8. Costa, M. *et al.* Integration of magnetoresistive sensors with atomic force microscopy cantilevers for scanning magnetoresistance microscopy applications. in *2015 IEEE Magnetics Conference (INTERMAG)* 1–1 (2015). doi:10.1109/INTMAG.2015.7157123.
9. Jury, J. C., Klaassen, K. B., van Peppen, J. C. L. & Wang, S. X. Measurement and analysis of noise sources in giant magnetoresistive sensors up to 6 GHz. *IEEE Trans. Magn.* **38**, 3545–3555 (2002).
10. Tabeling, P. & Chen, S. *Introduction to Microfluidics*. (Oxford University Press, 2005).
11. SPM Principles. <https://www.ntmdt-si.com/resources/spm-principles>.
12. Theoretical background of SPM. <https://www.ntmdt-si.com/resources/spm-theory/theoretical-background-of-spm>.
13. Jang, J., Schatz, G. C. & Ratner, M. A. Capillary force in atomic force microscopy. *J. Chem. Phys.* **120**, 1157–1160 (2004).
14. 2.1 Cantilever. [https://www.ntmdt-si.com/resources/spm-theory/theoretical-background-of-spm/2-scanning-force-microscopy-\(sfm\)/21-cantilever](https://www.ntmdt-si.com/resources/spm-theory/theoretical-background-of-spm/2-scanning-force-microscopy-(sfm)/21-cantilever).
15. Voigtländer, B. Technical Aspects of Scanning Probe Microscopy. in *Scanning Probe Microscopy: Atomic Force Microscopy and Scanning Tunneling Microscopy* (ed. Voigtländer, B.) 31–63 (Springer, 2015). doi:10.1007/978-3-662-45240-0_3.
16. SPM Microscopes - Learn about Scanning Probe Microscopy | Bruker. *Bruker.com* <https://www.bruker.com/products/surface-and-dimensional-analysis/atomic-force-microscopes/campaigns/spm-microscopes-intro-to-scanning-probe-microscopy.html>.
17. Voigtländer, B. Intermittent Contact Mode/Tapping Mode. in *Scanning Probe Microscopy: Atomic Force Microscopy and Scanning Tunneling Microscopy* (ed. Voigtländer, B.) 205–221 (Springer, 2015). doi:10.1007/978-3-662-45240-0_15.
18. Doll, A. *et al.* Spintronic sensors for NMR and MRI. in *Spintronics XII* vol. 11090 110903M (International Society for Optics and Photonics, 2019).
19. Dobkin, D. & Zuraw, M. K. *Principles of Chemical Vapor Deposition*. (Springer Science & Business Media, 2003).

20. Reactive Ion Etching Systems at Plasma Etch. <https://www.plasmaetch.com/reactive-ion-etching-systems-rie.php>.
21. Fan, W. & Zhang, D. A simple approach to convex corner compensation in anisotropic KOH etching on a (1\hspace0.167em0\hspace0.167em0) silicon wafer. *J. Micromechanics Microengineering* **16**, 1951–1957 (2006).
22. Facts about PTB. <https://www.ptb.de/cms/en/about-us-careers/about-us/facts-about-ptb.html> (2019).
23. Home | NanoMag-project. <http://www.nanomag-project.eu/>.
24. Wu, Q., Merchant, F. & Castleman, K. *Microscope Image Processing*. (Elsevier, 2010).
25. 2.7.10 Magnetic field of ring with current. [https://www.ntmdt-si.com/resources/spm-theory/theoretical-background-of-spm/2-scanning-force-microscopy-\(sfm\)/27-magnetic-force-microscopy-quantitative-results-treatment/2710-magnetic-field-of-ring-with-current](https://www.ntmdt-si.com/resources/spm-theory/theoretical-background-of-spm/2-scanning-force-microscopy-(sfm)/27-magnetic-force-microscopy-quantitative-results-treatment/2710-magnetic-field-of-ring-with-current).
26. Hardner, H. T., Hurben, M. J. & Tabat, N. Noise and magnetic domain fluctuations in spin-valve GMR heads. *IEEE Trans. Magn.* **35**, 2592–2594 (1999).
27. Dieny, B., Speriosu, V. S. & Metin, S. Thermal Variation of the Magnetoresistance of Soft Spin-Valve Multilayers. *Europhys. Lett. EPL* **15**, 227–232 (1991).
28. Guo, Q. *et al.* Strain-controlled giant magnetoresistance of a spin valve grown on a flexible substrate. *RSC Adv.* **6**, 88090–88095 (2016).
29. Shaw, G., Kramer, R. B. G., Dempsey, N. M. & Hasselbach, K. A scanning Hall probe microscope for high resolution, large area, variable height magnetic field imaging. *Rev. Sci. Instrum.* **87**, 113702 (2016).
30. Hankard, F. *et al.* Magnetic field microscopy of rock samples using a giant magnetoresistance-based scanning magnetometer. *Geochem. Geophys. Geosystems* **10**, (2009).
31. Weiss, B., Lima, E., Fong de los Santos, L. & Baudenbacher, F. Paleomagnetic analysis using SQUID microscopy. *J. Geophys. Res.* **112**, (2007).
32. 2.7.9 Magnetic field of rectangular conductor with current. [https://www.ntmdt-si.com/resources/spm-theory/theoretical-background-of-spm/2-scanning-force-microscopy-\(sfm\)/27-magnetic-force-microscopy-quantitative-results-treatment/279-magnetic-field-of-rectangular-conductor-with-current](https://www.ntmdt-si.com/resources/spm-theory/theoretical-background-of-spm/2-scanning-force-microscopy-(sfm)/27-magnetic-force-microscopy-quantitative-results-treatment/279-magnetic-field-of-rectangular-conductor-with-current).

33. Engel-Herbert, R. & Hesjedal, T. Calculation of the magnetic stray field of a uniaxial magnetic domain. *J. Appl. Phys.* **97**, 074504 (2005).
34. Innova AFM - Overview. *Bruker.com*
<https://www.bruker.com/products/surface-and-dimensional-analysis/atomic-force-microscopes/innova/overview.html>.
35. Nano-Observer AFM. <https://www.csinstruments.eu/nano-observer-afm-microscope/>.
36. Sláma, J., Krivošík, P. & Jančárik, V. Modification of permeability components modelling. *J. Magn. Magn. Mater.* **215–216**, 641–643 (2000).
37. Kalmykov, Y. P., Coffey, W. T., Crothers, D. S. F. & Titov, S. V. Microscopic models for dielectric relaxation in disordered systems. *Phys. Rev. E* **70**, 041103 (2004).
38. Kittel. *Introduction to solid state physics, 7th ed.* (Wiley India Pvt. Limited, 2007).
39. Kramers–Kronig relations. *Wikipedia* (2020).
40. Bowler, N. Frequency-Dependence of Relative Permeability in Steel. *AIP Conf. Proc.* **820**, 1269–1276 (2006).
41. Hadadeh, F., Solignac, A., Pannetier-Lecoœur, M., Sergeeva-Chollet, N. & Fermon, C. 3D Magnetic Imaging With GMR Sensors. *IEEE Sens. J.* **19**, 10403–10408 (2019).
42. Carpenter - Magnetic Properties of Stainless Steels.
<https://www.carpentertechnology.com/en/alloy-techzone/technical-information/technical-articles/magnetic-properties-of-stainless-steels>.
43. Li, X., Han, X., Tan, Y. & Xu, P. Preparation and microwave absorption properties of Ni–B alloy-coated Fe₃O₄ particles. *J. Alloys Compd.* **464**, 352–356 (2008).
44. Liu, D. *et al.* Prussian blue analogues derived magnetic FeCo alloy/carbon composites with tunable chemical composition and enhanced microwave absorption. *J. Colloid Interface Sci.* **514**, 10–20 (2018).
45. Škorvánek, I., Kim, C. G., Kováč, J., Švec, P. & Sato-Turtelli, R. Soft magnetic behaviour and permeability spectra in amorphous and nanocrystalline Fe_{80.5}Nb₇B_{12.5} alloys. *J. Magn. Magn. Mater.* **215–216**, 440–442 (2000).
46. NSG30/SCD/5—NT-MDT-Tips.
<https://www.ntmdt-tips.com/products/view/nsg30-scd-5>.

47. PPP-NCHR-NANOSENSORS™.
<https://www.nanosensors.com/pointprobe-plus-non-contact-tapping-mode-high-resonance-frequency-reflex-coating-afm-tip-PPP-NCHR>.
48. Fabrie, CGCHM Corine. Towards nanoscale magnetic memory elements : fabrication and properties of sub - 100 nm magnetic tunnel junctions. (Technische Universiteit Eindhoven, 2008).
49. Leitao, D. C. *et al.* Nanoscale Magnetic Tunnel Junction Sensing Devices With Soft Pinned Sensing Layer and Low Aspect Ratio. *IEEE Trans. Magn.* **50**, 1–8 (2014).
50. Watanabe, K., Jinnai, B., Fukami, S., Sato, H. & Ohno, H. Shape anisotropy revisited in single-digit nanometer magnetic tunnel junctions. *Nat. Commun.* **9**, 663 (2018).
51. Boulle, O. *Précession de l'aimantation par transfert de spin dans des nanopiliers magnétiques.* (2007).
52. Costa, J. D. T. B. Spin-Transfer-Torque Nano-Oscillators: Fabrication, Characterization and Dynamics. *Ph.D. Thesis* (2017).

Conclusion

« *'Odi panem quid meliora'*. Ça ne veut rien dire, mais je trouve que ça boucle bien. »

Loth (François Rollin), *Kaamelott, Livre V*, 2007.

La mesure locale du magnétisme peut être abordée par un ensemble d'outils souvent complémentaires et reposant sur un large panel de principes physiques. Parmi les techniques possibles, la microscopie à sonde locale basée sur des capteurs magnétorésistifs (GMR ou TMR) est une méthode d'intérêt qui permettrait, par un travail de miniaturisation des capteurs, de réaliser la cartographie locale de susceptibilité magnétique d'un échantillon, à une échelle submicrométrique. Cet enjeu central du projet repose sur la possibilité de profiter de la large bande de fréquence de mesure (DC–100 MHz) accessible pour les capteurs magnétorésistifs. Un tel outil permet également d'obtenir des informations quantitatives et indépendantes sur la topographie ainsi que sur les champs magnétiques émis par un échantillon. Dans ce manuscrit, nous avons discuté des aspects fondamentaux et technologiques liés à l'utilisation de capteur magnétorésistifs. L'idée directrice a alors été d'identifier les différentes contraintes et leviers d'améliorations pour l'intégration de ces capteurs dans le dispositif de microscopie. Deux leviers principaux ont été identifiés : la réduction du bruit de mesure d'origine magnétique et la diminution de la taille caractéristique des capteurs. Chaque point fait l'objet d'une étude détaillée.

Le premier point concerne le développement d'une méthode de réduction du bruit magnétique dans les capteurs GMR basée sur des techniques de linéarisation. L'apport de la méthode a été quantifié : limite de détection et répétabilité améliorés d'un à deux ordres de grandeurs en moyenne grâce à un champ de piégeage optimisé. Cette étude a également permis d'identifier en détail la physique du problème et d'estimer, sous certaines hypothèses, les valeurs des paramètres physiques (taille, angle, énergie des sources de bruit) mis en jeu : une analyse du bruit magnétique basse fréquence (RTN) conjugué à des mesures de magnéto-transport et des mesures MFM ont été réalisés et ont mis en évidence des fluctuateurs de tailles submicroniques et d'estimer l'amplitude des déplacements locaux de ces derniers.

Le second levier consiste à réduire la taille des capteurs afin de gagner en résolution pour l'image magnétique. Un procédé de fabrication de nano-GMR a été développé pendant cette thèse. Les capteurs obtenus (jusqu'à 100 nm de largeur du barreau GMR), pour différents stacks GMR à l'état de l'art, ont alors été caractérisés en détail (mesure de bruit, réponse magnétorésistive, limite de détection, simulation) et comparés aux capteurs microniques réalisés avec le procédé de microfabrication standard. Différentes contraintes liées à l'utilisation de ces nanocapteurs ont été identifiées (vulnérabilité aux décharges électrostatiques, présence de « sauts » dans la réponse magnétique aux faibles tailles) et des solutions expérimentales ont été proposées. Enfin, la dernière étape de cette thèse a été consacrée à la fabrication de micro-bras de levier flexibles intégrant des capteurs micro ou nano-GMR. Ce travail s'est effectué essentiellement en deux temps : la définition et l'exécution d'un protocole expérimental robuste et compatible avec l'intégration de nanocapteurs GMR, la caractérisation des pointes et la réalisation d'images magnétiques. Les performances des pointes GMR ont été testées au moyen d'échantillons variés ; micro-piste conductrice, aciers magnétiques, dépôt GMR,

bande magnétique. L'ensemble des résultats ont été comparés à des calculs théoriques ou à la simulation. A ce jour, des pointes GMR fonctionnelles intégrant un capteur jusqu'à 400 nm de large ont été fabriquées et ont permis de réaliser des images magnétiques de micro-bobines de calibration avec une résolution latérale de l'ordre du micromètre.

Les développements futurs, s'appuieront, à l'instar de cette thèse, sur deux aspects essentiels du projet : la micro/nanofabrication et la microscopie. Sur ce premier point, en se reposant sur les évolutions qui ont été apportées au procédé de fabrication, les prochaines étapes du projet se focaliseront vraisemblablement sur l'amélioration de la résolution de l'image magnétique. L'intégration de capteurs GMR (de taille 100 ou 200 nm) dans une nouvelle génération de pointes, avec une volonté d'approcher au maximum (quelques microns) le capteur de l'apex du bras de levier est une perspective crédible à court terme. A moyen terme, l'intégration de nanocapteurs GMR et la définition de l'apex des pointes en lithographie électronique sont des options qui pourraient conduire à intégrer des capteurs magnétorésistifs de quelques dizaines de nanomètres à moins d'un micron de distance du bout du micro-bras de levier flexible. Pour ce qui concerne l'aspect microscopie, l'essentiel des mesures de cette thèse ont été conduites en intégrant les pointes dans un appareil AFM expérimental afin de bénéficier d'une certaine flexibilité au moment des tests. La compatibilité des pointes avec des dispositifs AFM « grand public » ayant été testés, l'acquisition prochaine d'un microscope commercial a été décidée. Il sera alors plus simple et rapide de tester et caractériser *in situ* les nouveaux lots de pointes GMR, tout comme les nouveaux échantillons. Ce nouvel équipement permettra également d'effectuer les mesures selon des conditions plus répétables, critère indispensable pour comparer fidèlement entre-elles les performances des différentes pointes sur un même échantillon.

Sur le long terme, l'objectif moteur de ce projet est le développement d'une méthode de caractérisation locale du magnétisme, basée sur la mesure de la susceptibilité. Les bases théoriques et méthodologiques, ainsi que de premiers tests préliminaires sont exposés dans ce manuscrit. Toutefois beaucoup de travail reste à faire avant que ce type d'imagerie devienne routinière et que la totalité des clés de compréhension de la problématique soient maîtrisées. Une fois ce chemin parcouru, cette méthode de cartographie de susceptibilité pourra se présenter comme une nouvelle méthode de caractérisation quantitative, et complémentaire des techniques existantes, du magnétisme à l'échelle local. Enfin, les perspectives applicatives de ce projet, ont conduit à de nombreuses occasions à s'ouvrir à d'autres domaines connexes (contrôle non destructif, paléomagnétisme, mémoires magnétiques, oscillateurs à transfert de spin) et interagir avec d'autres laboratoires (Unité mixte CNRS/Thalès, Laboratoire Géosciences et Environnement de Toulouse). Tout cela a contribué positivement à la richesse de l'expérience pluridisciplinaire qu'ont constituées ces trois années de doctorat.

Annexes

« Si on veut aller plus loin, il faut parfois aller plus près. »

Coluche.

Table des Annexes :

Annexe I : Simulations micromagnétiques avec OOMMF (the Object Oriented MicroMagnetic Framework).....	VII
Annexe II : Stacks utilisés – structure et propriétés d’intérêt pour les tests.....	X
Annexe III : Modèle macrospin de la sensibilité d’un capteur GMR piégé.....	XIII
Annexe IV : Répétabilité des mesures de bruit RTN – Zoologie du bruit magnétique.....	XV
Annexe V : Bruit magnétique dans des nano-oscillateurs à base de vortex (STVO).....	XVII
Annexe VI : Erreur et outils statistiques.....	XIX
Annexe VII : Détection synchrone : principe de base	XXIII
Annexe VIII : Approche pratique de la transformée de Fourier et du traitement d’images	XXIV
Annexe IX : Outil de simulation des champs de fuites d’échantillons magnétiques.....	XXVII
Annexe X : Correction d’images AFM	XXXI
Annexe XI : Modélisation de la susceptibilité magnétique	XXXIII
Bibliographie	XXXVII

Annexe I : Simulations micromagnétiques avec OOMMF (the Object Oriented MicroMagnetic Framework)

OOMMF¹ est un outil de simulation magnétique aux échelles nano et micrométriques²⁻⁴ développé par le NIST (National Institute of Standards and Technology). Le principe de base se résume à découper virtuellement un échantillon magnétique donné, de géométrie définie par l'utilisateur, en une multitude de petits domaines magnétiques couplés entre eux (par l'ensemble des couplages et anisotropies évoqués notamment aux chapitres 1 et 2 de ce manuscrit). L'énergie magnétique est alors minimisée pour chaque condition de l'expérience (en fonction du champ magnétique notamment). Cet outil permet de récupérer des données macroscopiques comme la carte de l'aimantation ou des champs de fuite de l'échantillon pour les paramètres de l'expérience menée, comme montré en Figure AI-1.

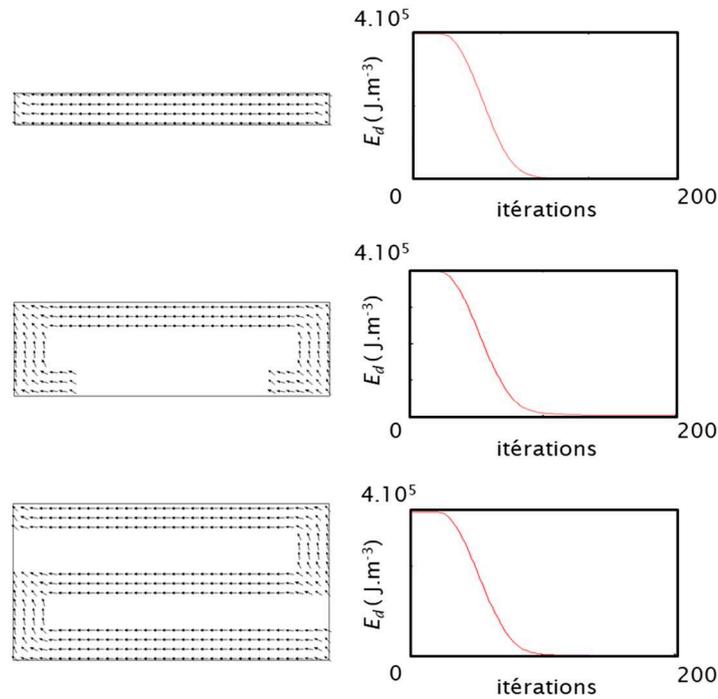


Figure AI-1 : Evolution sur OOMMF de l'aimantation pour trois géométries de NiFe (paramètres du matériau prédéfinis par le logiciel) : barreau, yoke et méandre. Pour chaque cas, sont représentés l'aimantation locale (ici après minimisation de l'énergie du système à partir d'une distribution d'aimantation uniforme, dans le plan et perpendiculaire à l'axe du ou des bras les plus long de chaque géométrie) et l'énergie dipolaire calculée du système en fonction du nombre d'itérations du calcul (courbes rouges décroissantes). La couche de NiFe est supposée de 5 nm, les « domaines » virtuels de 100 nm. La largeur d'un barreau est fixée à 4 μm .

Prenons l'exemple de l'interprétation qualitative du comportement d'un barreau nano-GMR présenté à la fin du Chapitre 4 et mené à l'aide de OOMMF. Sur la Figure AI-2, partie de gauche, sont présentés le cycle d'hystérésis magnétique expérimental et simulé d'un barreau. L'aimantation est simulée sur l'ensemble de

la géométrie du barreau aminci : partie à nu (gris) et portion sous les contacts (gris clair). Pour le calcul de l'aimantation (courbe rouge) seule la section non court-circuitée (rectangle rouge) est prise en compte. Le barreau GMR, qui est on le rappelle un empilement complexe de couches magnétiques et non-magnétiques couplées entre-elles sur plusieurs dizaines de nanomètres, est ici grossièrement approximé à une partie de sa couche libre soit une couche de NiFe de 5 nm d'épaisseur. En effet, ce modèle simple est qualitativement représentatif du capteur car la couche libre est la seule partie de l'empilement GMR qui est sensible au champ magnétique.

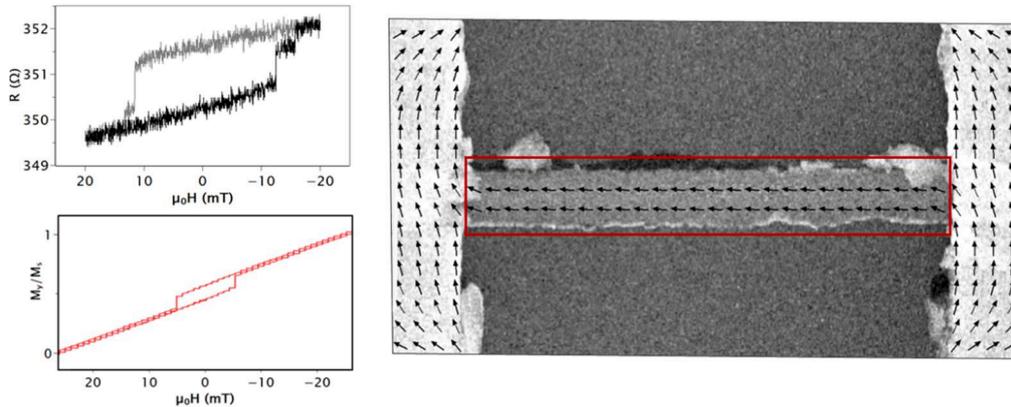


Figure AI-2 : Observation expérimentale (noir) et simulée (rouge) de la réponse d'un barreau nano-GMR à un cycle d'aimantation entre -20 et 20 mT. Sur l'image MEB (à droite) du barreau de 100 nm de large est représentée un exemple de configuration d'aimantation locale. La portion intervenant dans le calcul de la réponse est délimitée par le rectangle rouge. La GMR est approximée dans le cadre de la simulation à une couche de NiFe de 5 nm d'épaisseur pour des « domaines » de l'ordre de 10 nm (taille suffisamment faible pour ne pas discrétiser la réponse du système tout en étant assez élevée pour permettre un temps de calcul raisonnable : quelques minutes pour le tracé de la réponse simulée).

L'interprétation physique qualitative du comportement du barreau, telle que décrite à la fin du Chapitre 4, reste valable entre la GMR et le système simplifié (voir également la Figure AI-3). On est capable de retrouver l'allure de la réponse $R = f(H)$ des mesures à travers l'observation de $M/M_s = f(H)$. Il est intéressant de noter, ce qui n'a pas été mené ici mais a pu l'être dans le cas d'autres études, qu'OOMMF permet malgré tout d'étudier des systèmes multicouches (comme les GMR donc), en introduisant tous les couplages nécessaires, via l'outil interne OOMMF eXtensible Solver ⁵. Ce fut par exemple le cas dans l'article porté par Torrejon *et al.* ⁶ sur l'étude des multi-GMR mentionnée à la fin du Chapitre 3 (voir Figure AI-3).

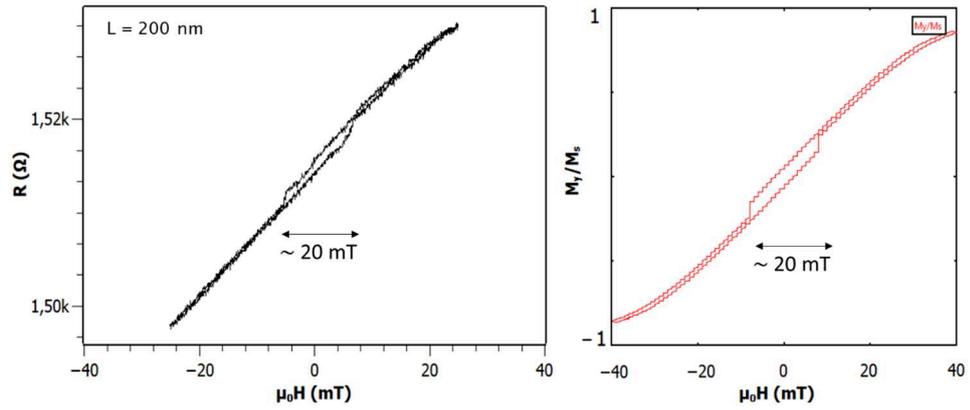


Figure AI-3 : Reproduction qualitative du comportement d'une nano-GMR de 200 nm de large sur OOMMF. Taille des « spins » discrétisés de 10 nm.

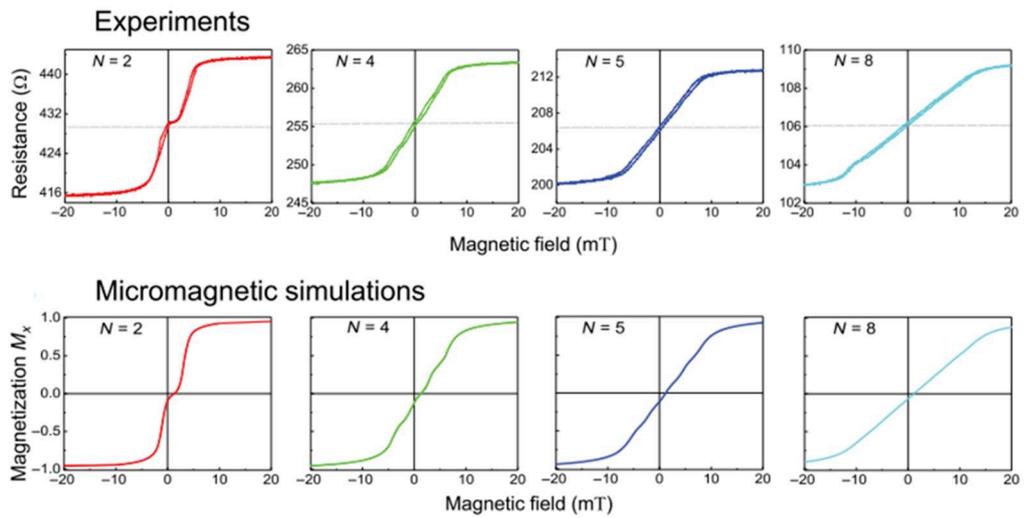


Figure AI-4 : Simulations micromagnétiques (bas) des courbes de magnétorésistance de multi-GMR comparées à l'expérience (haut) pour différents nombres N de GMR dans le même stack, d'après Torrejon *et al.* ⁶.

Annexe II : Stacks utilisés – structure et propriétés d'intérêt pour les tests.

Stack	Structure
1	Ta (3) / Ni ₈₁ Fe ₁₉ (3,5) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (1,5) / Cu (2,3) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (2,1) / Ru (0,85) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (2) / Pt ₃₈ Mn ₆₂ (18) / Ta (3) en nm Vanne de spin non piégée
1'	Ta (3) / Ni ₈₁ Fe ₁₉ (5) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (2,1) / Cu (2,9) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (2,1) / Ru (0,85) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (2) / IrMn (7,5) / Ru (0,4) / Ta (3) en nm Vanne de spin non piégée
2	Ru (1) / Pt ₃₈ Mn ₆₂ (18) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (2) / Ru (0,85) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (2,1) / Cu (2,3) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (1) / Ni ₈₁ Fe ₁₉ (4,5) / Ru (<i>t_{Ru}</i>) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (2) / Pt ₃₈ Mn ₆₂ (11) / Ta (3) / Ru (3) en nm Famille de stacks piégés (couplage RKKY interne)
2'	Ta (3) / Ni ₈₁ Fe ₁₉ (1) / Ru (1) / Pt ₃₈ Mn ₆₂ (18) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (2,1) / Ru (0,85) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (2,1) / Cu (2,3) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (3) / Ru (2,6) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (3) / Pt ₃₈ Mn ₆₂ (11) / Ta (5) en nm Stack piégé Champs de fuite de la couche dure compensés
3	Ru (1) / IrMn (7,5) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (3) / Cu (2,3) / Co ₉₀ Fe ₁₀ (2) / Ta (0,2) / Ni ₈₁ Fe ₁₉ (3) / Ta (5) en nm Stack témoin pour les tests de fabrication Vanne de spin non piégée

Tableau AII-1 : Structure des principaux stacks utilisés dans ce manuscrit.

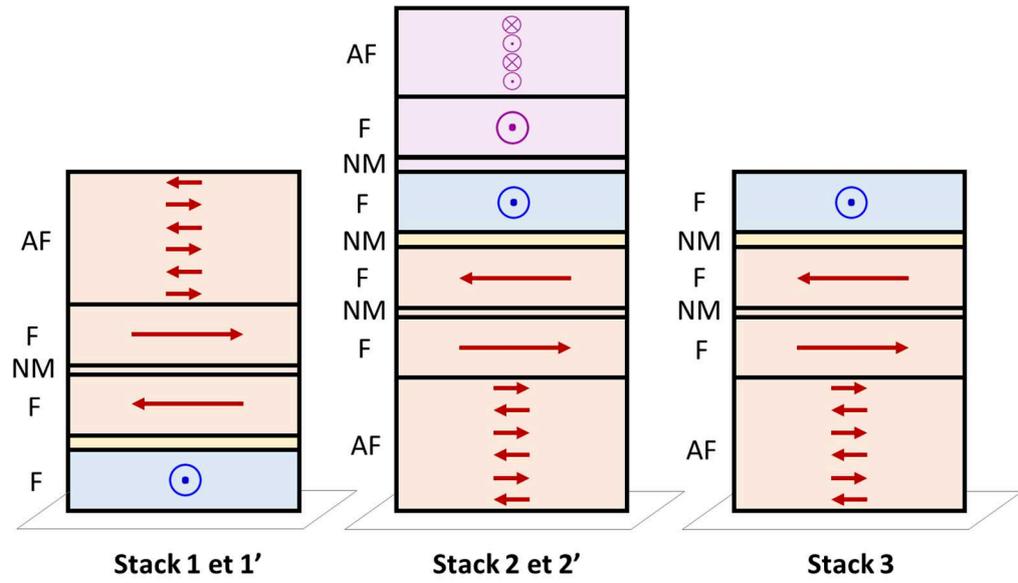


Figure AII-2 : Schéma des principaux stacks utilisés. Code couleur : couche libre (bleu), couche de référence (rouge), couche de piégeage (violet). Types de matériaux : ferromagnétique (F), antiferromagnétique (AF) ou non-magnétique (NM).

Stack	Propriétés (capteur 5 μm @ 1 mA)		Utilisation
	Sensibilité	Bruit	
1	<p>+</p> <p>+</p> <p>S > 2%/mT</p>	<p>—</p> <p>bruit magnétique élevé hystérésis</p>	<p>+</p> <p>+</p> <p>D (@1kHz) ~ nT</p> <p>Micro-GMR Etude du bruit magnétique</p>
1'	<p>+</p> <p>S ~ 2%/mT</p>	<p>~</p> <p>bruit magnétique présent faible hystérésis</p>	<p>+</p> <p>+</p> <p>D (@1kHz) ~ nT</p> <p>Micro-GMR Nano-GMR Pointes GMR</p>
2	<p>+</p> <p>ou</p> <p>—</p> <p>1 < S < 0,1 %/mT</p>	<p>+</p> <p>ou</p> <p>—</p> <p>bruit magnétique et hystérésis dépendants du stack</p>	<p>~</p> <p>+</p> <p>10 nT < D (@1kHz) < 1 nT</p> <p>Micro-GMR Etude du bruit magnétique</p>
2'	<p>~</p> <p>S ~ 0,5 %/mT</p>	<p>+</p> <p>Peu bruyant linéaire</p>	<p>~</p> <p>D(@1kHz) ~ 10 nT</p> <p>Nano-GMR Pointes GMR</p>
3	<p>Courbe de réponse « modèle » :</p> <ul style="list-style-type: none"> - léger décentrage, - légère hystérésis, - point d'inflexion fixe entre 1 μm et 20 μm 		<p>/</p> <p>Tests préliminaires aux Nano-GMR</p>

Tableau AII-2 : Propriétés des principaux stacks utilisés dans ce manuscrit.

Annexe III : Modèle macrospin de la sensibilité d'un capteur GMR piégé

L'objectif de cette annexe est de reprendre le modèle macrospin introduit au Chapitre 1 et de l'appliquer au cas particulier du Chapitre 3, à savoir la mesure d'un signal magnétique \mathbf{H}_s avec un capteur GMR piégé par un champ \mathbf{H}_p . L'idée directrice est de calculer la dépendance de la sensibilité du capteur au champ de piégeage ^{7,8}.

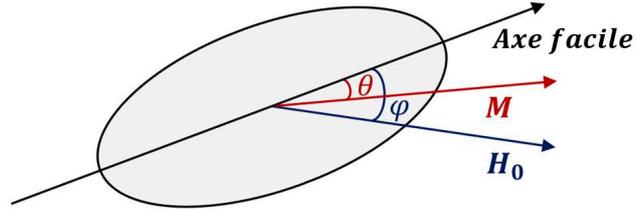


Figure AIII-1 : Convention générale du modèle général de Stoner-Wohlfarth. \mathbf{M} correspond à l'aimantation de la couche libre, \mathbf{H}_0 au champ magnétique extérieur appliqué à l'échantillon. θ est l'angle entre l'aimantation et l'axe facile lorsque \mathbf{H}_0 est appliqué et φ l'angle entre l'axe facile et le champ magnétique appliqué.

En utilisant les équations et notations introduites dans le Chapitre 1 et puisque dans un film mince l'anisotropie dipolaire induit une aimantation dans le plan du film, on définit l'énergie totale du système (la couche libre du capteur) en fonction des énergies Zeeman et d'anisotropie, à partir des conventions définies Figure AIII-1.

$$E_{tot} = E_z + E_a \quad (\text{AIII.1})$$

$$E_{tot} = -\mu_0 \cdot \mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_0 + K_1 \cdot \sin^2(\theta) \quad (\text{AIII.2})$$

où \mathbf{H}_0 est le champ total associé à l'énergie Zeeman du capteur.

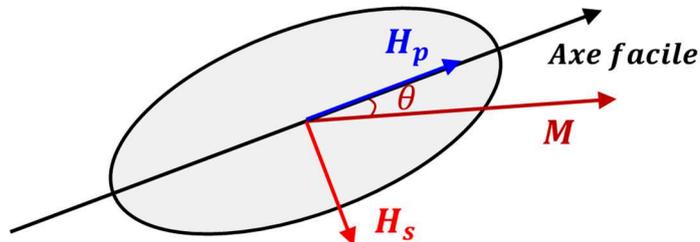


Figure AIII-2 : Convention spécifique au cas de la mesure d'un signal \mathbf{H}_s par un capteur GMR (modélisé par sa couche libre) soumis à un piégeage \mathbf{H}_p à 90° dans le plan du capteur.

Si le capteur mesure un signal selon l'axe sensible H_s tout en ayant sa couche libre piégée à 90° dans le plan par un couplage H_p (Figure AIII-2) alors l'équation (AIII.2) s'écrit, dans l'hypothèse d'une symétrie uniaxiale :

$$E_{tot} = -\mu_0 \cdot M \cdot H_s \cdot \cos\left(\frac{\pi}{2} - \theta\right) - \mu_0 \cdot M \cdot H_p \cdot \cos(\theta) + K_1 \sin^2\theta \quad (\text{AIII.3})$$

On cherche alors à satisfaire la condition de minimum :

$$\frac{dE_{tot}}{d\theta} = 0 \text{ et } \frac{d^2E_{tot}}{d\theta^2} > 0 \quad (\text{AIII.4})$$

Soit,

$$-\mu_0 \cdot M \cdot H_s \cdot \cos(\theta) + \mu_0 \cdot M \cdot H_p \cdot \sin(\theta) + 2K_1 \cos(\theta) \cdot \sin(\theta) = 0 \quad (\text{AIII.5})$$

On en déduit une relation entre H_s , H_p et θ .

$$H_s = H_p \cdot \tan(\theta) + \frac{2K_1}{\mu_0 \cdot M} \cdot \sin(\theta) \quad (\text{AIII.6})$$

Une approximation aux petits angles θ nous donne :

$$H_s = \left(H_p + \frac{2K_1}{\mu_0 \cdot M} \right) \cdot \theta \quad (\text{AIII.7})$$

En revenant à la relation entre de la sensibilité d'un capteur et sa courbe de sa réponse magnéto-résistive MR ,

$$S \propto \frac{dMR}{dH_s} \quad (\text{AIII.8})$$

avec $MR \propto \sin(\theta) \sim \theta$

Ainsi on obtient une relation entre la sensibilité S du capteur et le champ de piégeage appliqué H_p :

$$S \propto \frac{1}{\left(H_p + \frac{2K_1}{\mu_0 \cdot M} \right)} \frac{dMR}{d\theta} \quad (\text{AIII.9})$$

ou plus simplement :

$$S = \frac{a}{(H_p + b)} \quad (\text{AIII.10})$$

où a et b sont des constantes physiques propres au capteur utilisé. La sensibilité d'un capteur piégé est donc inversement proportionnelle au champ de piégeage appliqué sur la couche libre.

Annexe IV : Répétabilité des mesures de bruit RTN – Zoologie du bruit magnétique.

L'évocation a été faite au Chapitre 3 de la perte en répétabilité de mesures à cause du RTN. La question de la quantification de cette perte, ainsi que du gain accessible par piégeage de la GMR est en réalité un peu plus complexe lorsqu'on cherche à obtenir des données précises. En effet, le bruit magnétique est sujet à de nombreuses sources de variations, rendant difficile de donner une valeur du bruit magnétique présent *a priori* sur un dispositif. Une expérience pour comprendre un peu mieux consiste à partir d'un état de piégeage donné de référence (on le suppose à 0 mT), à piéger le capteur puis à revenir à l'état initial puis comparer la statistique de bruit.

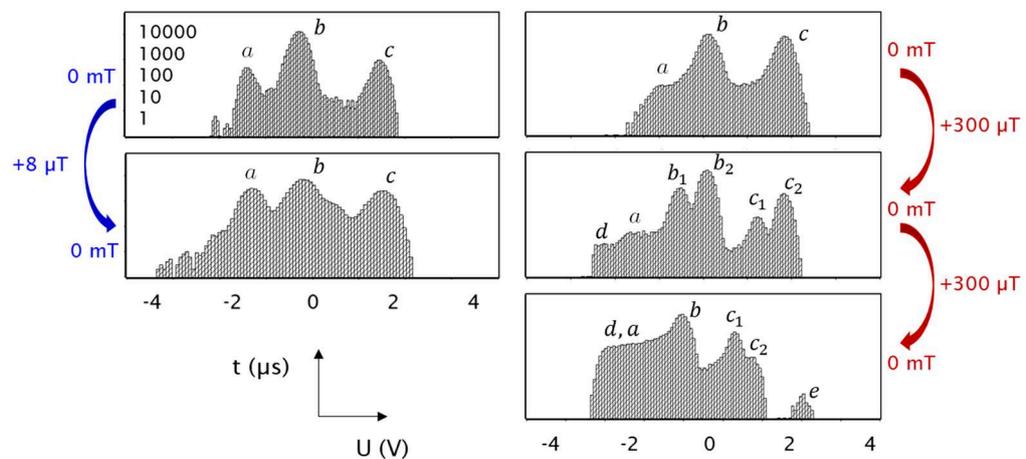


Figure AIV-1 : Répétabilité des états RTN après piégeage faible (bleu) ou fort (rouge) puis retour à l'état initial (piégeage de référence noté 0 mT). La statistique est mesurée après chaque retour au piégeage de référence. Les échelles des graphiques sont les mêmes : l'abscisse est la tension (V) de sortie du montage de mesure de bruit (i.e., tension de la GMR multipliée par un gain de 2000), l'ordonnée est le temps passé (μs) dans un état de tension donné.

Comme on peut le constater sur la Figure AIV-1, pour un faible piégeage (8 μT), la répétabilité est relativement correcte bien qu'imparfaite. Les mêmes états RTN peuvent toutefois être retrouvés aux mêmes tensions et avec des statistiques comparables. Ce constat est également valable pour une faible modification de la tension d'alimentation de la GMR. En revanche, pour un plus fort piégeage (300 μT) ou une forte tension, la mesure n'est plus répétable. Les états RTN ainsi que leurs statistiques changent de façon significative. Cette différence de comportement entre forte et faible « contrainte » sur le capteur peut être attribuée à la modification irréversible des défauts magnétiques de la structure, au-delà d'un certain seuil. On note par la même occasion sur la figure ci-dessus que les cas « standards » de RTN magnétique sont souvent bien plus complexes que le modèle

à deux niveaux détaillé au chapitre 3. En revanche, sous certaines hypothèses de travail, le même traitement mathématique peut leur être appliqué et il est alors possible de déduire certaines de leurs propriétés (taille typique, différence d'énergie...). Quelques exemples de régimes de bruit magnétique sur un même capteur GMR en fonction de la tension d'alimentation de la GMR sont décrits sur la Figure AIV-2. Sur ces exemples, on peut également constater que la dépendance du bruit magnétique vis-à-vis de la tension est moins « triviale » que l'action d'un champ magnétique (étudiée au Chapitre 3). En effet, parfois de faibles variations de tension induisent de très fortes variations sur le régime de bruit observé (régimes a, b et c). A l'inverse, de plus grandes variations de tensions ont parfois peu d'impact (régimes e, f et g). Avant de mener une campagne de mesure avec un capteur présentant du bruit magnétique, il est en pratique nécessaire d'effectuer un balayage sur la tension d'alimentation pour trouver un régime peu bruyant. En l'occurrence, pour le capteur de la Figure AIV-2, le meilleur régime auquel se placer en vue d'une mesure correspond à une tension d'alimentation de 1,12 V. Notons une fois encore que l'influence de l'alimentation électrique du capteur est complexe et peut agir via différents effets : champ d'Ørsted (voir simulation du Chapitre V), chauffage de la GMR par effet Joule, *Spin Transfert Torque* ^{10,11}...

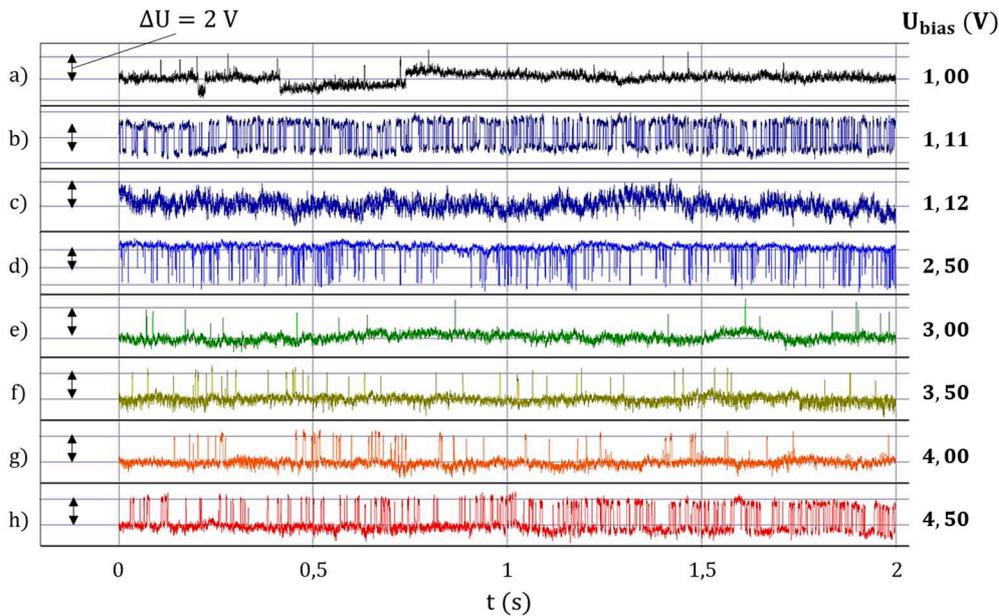


Figure AIV-2 : Quelques cas de régimes RTN magnétiques rencontrés en fonction de la tension d'alimentation U_{bias} pour capteur GMR (stack 1 et 5 μm de large). La résistance moyenne du capteur est de 950 Ω .

Annexe V : Bruit magnétique dans des nano-oscillateurs à base de vortex (STVO)

Dans le cadre d'une collaboration avec l'UMR CNRS-Thalès, une étude a été menée sur le bruit magnétique à basse fréquence (< 10 kHz) dans des oscillateurs à base de vortex. Ces dispositifs sont basés sur la technologie TMR dans laquelle est générée une configuration en vortex de la couche libre ¹². Une telle structure exhibe des modes d'oscillation pouvant aller de quelques centaines de MHz jusqu'à quelques GHz (voir Figure AV-1). Les STVO sont aujourd'hui des candidats prometteurs dans diverses applications ¹³ comme par exemple dans le domaine des télécommunications, que ce soit comme détecteurs ¹⁴ ou comme émetteurs radiofréquences ¹⁵. Leur courbe de réponse en champ magnétique présentant une gamme de linéarité importante autour de champ nul, ces capteurs peuvent également être envisagés comme capteurs de champ à plus basse fréquence ¹⁶.

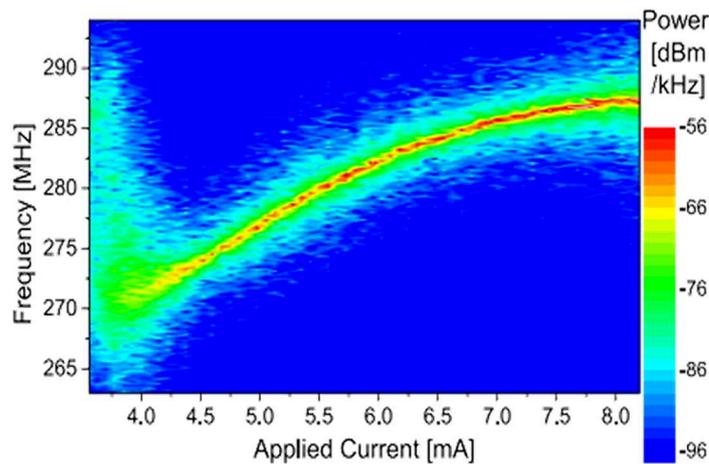


Figure AV-1 : Influence du courant sur la fréquence de la réponse micro-ondes d'un STVO d'après Wittrock et al.¹⁴

Cependant, ces dispositifs (TMR) présentent un bruit important aux basses fréquences. L'enjeu de cette étude a été de comprendre le lien entre la configuration du vortex (sa chiralité, sa polarité), mais aussi les autres paramètres du système (courant, champ externe), et le niveau de bruit basse fréquence du STVO. Nous avons pu ainsi fournir une interprétation à la forte dispersion des valeurs prises par le bruit (voir Figure AV-2) dans ces oscillateurs. Comme dans les TMR « standards », on observe des configurations à saturation : parallèle et antiparallèle. Pour des valeurs de champ intermédiaires à ces deux états, la couche libre est dans un état vortex, il est observé que le niveau de bruit varie beaucoup : typiquement sur un ordre de grandeur du paramètre α de Hooge. Ce comportement peut s'interpréter de la façon suivante : lors de l'application d'un champ planaire, le cœur de vortex se déplace par rapport au centre du pilier TMR (minimisation de l'énergie

Zeeman). Lors de son trajet vers le bord du pilier, le cœur de vortex est susceptible de rencontrer des défauts de la couche libre causant ainsi l'augmentation des fluctuations (bruit) magnétique du STNO. Certains résultats de cette étude sont mobilisés dans le cadre d'un brevet (en cours de rédaction).

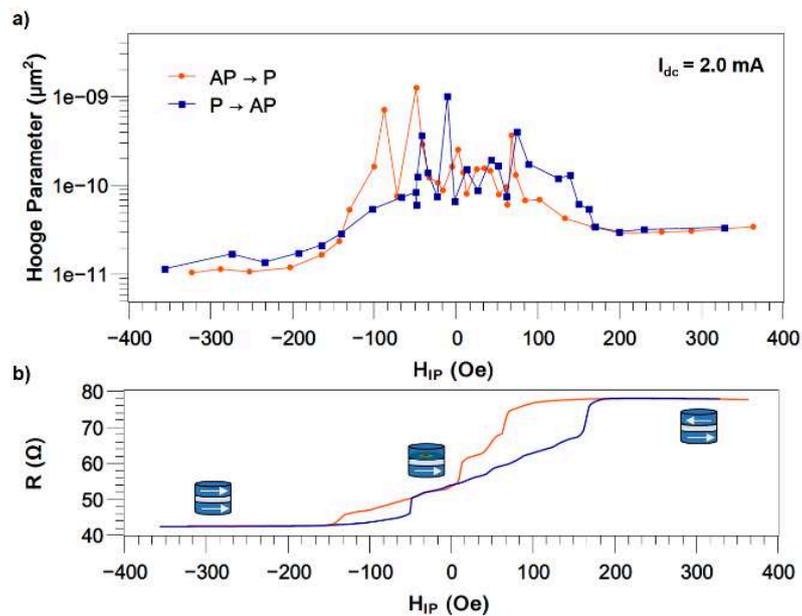


Figure AV-2 : Dépendance du paramètre α à basse fréquence et de la résistance d'un oscillateur en fonction du champ extérieur planaire appliqué dans le sens de la couche de référence lorsqu'un vortex est généré dans la couche libre.

Annexe VI : Erreur et outils statistiques

L'objectif de cette Annexe VI est de détailler les notions principales de traitement statistique employées sur l'ensemble des données de ce manuscrit. A ce titre, le vocabulaire employé dans cette annexe, appartient à un lexique dédié un peu différent de celui du reste de la thèse. De courtes définitions sont fournies entre crochets pour en faciliter la lecture ¹⁷⁻¹⁹.

I) Incertitude

Dans ce manuscrit, les barres d'erreurs autour de chaque donnée expérimentale présentée (sauf précision contraire) sont calculées à partir de l'estimateur [grandeur statistique permettant d'évaluer la valeur d'une inconnue] de l'écart-type de mesure, noté s . Pour un calcul sur n mesures, l'intervalle de confiance de la valeur vraie μ [l'inconnue que l'on cherche à approcher par la mesure] par rapport à la valeur moyenne \bar{y} mesurée pour une grandeur y donnée [chaque mesure donne une valeur de y qui se répartie autour de \bar{y}] s'écrit comme :

$$\mu \in \left[\bar{y} - k(n) \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} ; \bar{y} + k(n) \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} \right] \quad (\text{AVI.1})$$

Dans cette équation, $k(n)$ est un coefficient dépendant de n et tel que celui-ci corresponde à la valeur prise, pour le niveau de confiance choisie, typiquement 95 %, par l'abscisse de la loi de probabilité du système pour une certaine espérance ou intervalle de confiance de cette loi [l'aire colorée sous les courbes pour la Figure AVI-1). Cette loi de probabilité est considérée comme gaussienne si $n > 30$: par exemple pour les barres d'erreurs sur une valeur de bruit ou détectivité d'un échantillon à « haute » fréquence. Elle suit une loi de Student (à $n - 1$ degrés de libertés) si $n < 30$: par exemple pour une estimation de variabilité intra-échantillon [variabilité entre capteurs d'un même lot] d'un paramètre (paramètre α , sensibilité...) ; ou variabilité inter-échantillon [entre différents lots]. Les valeurs prises par ces $k(n)$ sont tabulées.

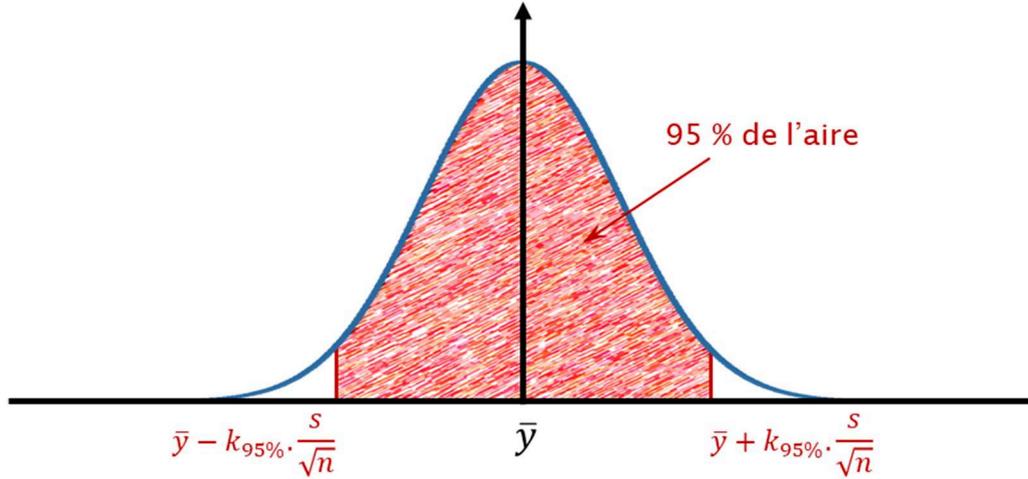


Figure AVI-1 : Loi de probabilité gaussienne. Sur cet exemple, l'intervalle de confiance est fixé de telle sorte qu'il y ait 95% de chances que la valeur vraie μ soit comprise entre les deux valeurs extrêmes. On note que pour une loi gaussienne, $k(n)$ ne dépend plus de n mais uniquement de la probabilité de confiance : $k_{95\%} = 1,96$.

II) Résidus

Nous sommes régulièrement amenés dans ce manuscrit à comparer les résultats expérimentaux à un modèle ou à une référence. L'un des outils statistiques pour effectuer en toute rigueur cette comparaison est l'utilisation de ce que l'on appelle les résidus. Un résidu est un écart (parfois aussi représenté en écart quadratique) entre les valeurs expérimentales y_i et la valeur attendue y_{th} (théorie, modèle). La valeur de la somme quadratique des résidus q_r nous permet de comparer la dispersion [la variabilité] entre plusieurs séries de mesures. Par exemple il est possible d'utiliser les résidus pour comparer la différence de répétabilité des mesures pour des capteurs avec et sans bruit magnétique.

$$q_r = \sum_i (y_{th} - y_i)^2 \quad (\text{AVI.2})$$

On peut en général décomposer ces résidus en deux catégories : ceux dus à la mesure, on parle d'erreur de mesure et ceux dus à l'imperfection du modèle, on parle alors de défaut d'adéquation. Un exemple de défaut d'adéquation est illustré sur la Figure AVI-2 : la zone verte comporte un biais systématique dû à la présence de bruit magnétique (RTN) alors que le modèle prévoit uniquement la présence de bruit en $1/f$.

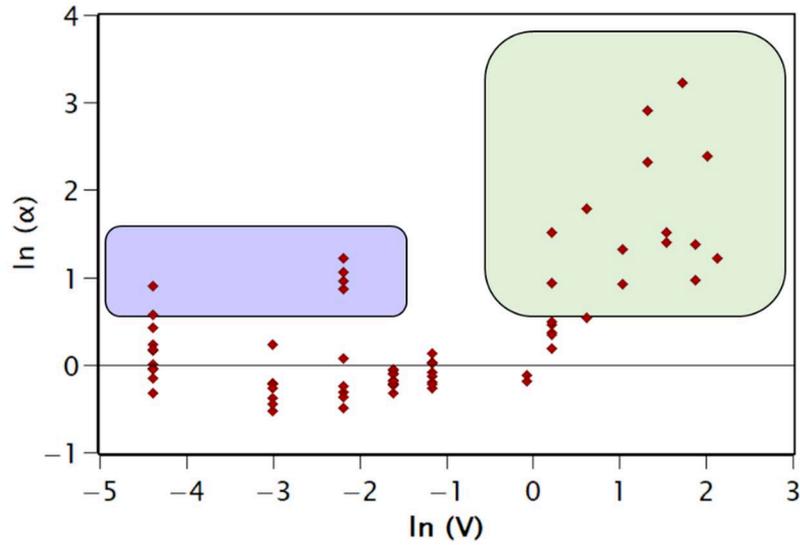


Figure AVI-2 : Exemple de représentation graphique des résidus, par rapport à la loi théorique de Hooge, d'une série de mesure du logarithme du paramètre α de Hooge en fonction du logarithme du volume V (en μm^3) du capteur. Les zones colorées marquent un écart et une dissymétrie de la distribution des résidus. La source de variabilité de la zone bleue est attribuée à l'étape de fabrication, celle de la zone verte au bruit magnétique.

III) Analyse de la variance et régression linéaire

Dans le cas où plusieurs sources de variabilité sont présentes (différents lots au sein de différents échantillons comparables, erreurs de mesure de bruit comparées aux écarts entre niveaux de bruits de deux capteurs comparables), il est possible d'estimer lesquelles sont les plus significatives. Un test statistique appelé ANOVA ou analyse de la variance peut alors être réalisé. Ce test met en regard plusieurs « populations » [groupes finis de valeurs réparties selon un critère donné. Dans un histogramme classique les populations sont les catégories données sur l'axe des abscisses]. Il compare ensuite la variance entre les valeurs moyennes de chaque population (par exemple la variance inter-échantillon sur la Figure AVI-3) avec la variance interne à chaque population (par exemple la variance intra-échantillon). En statistique, cela revient à réaliser un test, le test de Fisher-Snédecour, où on compare le quotient des deux variances à une variable de Fisher dépendant des degrés de libertés propres des facteurs population et modalité. Une illustration graphique de la méthode est donnée sur la Figure AVI-3.

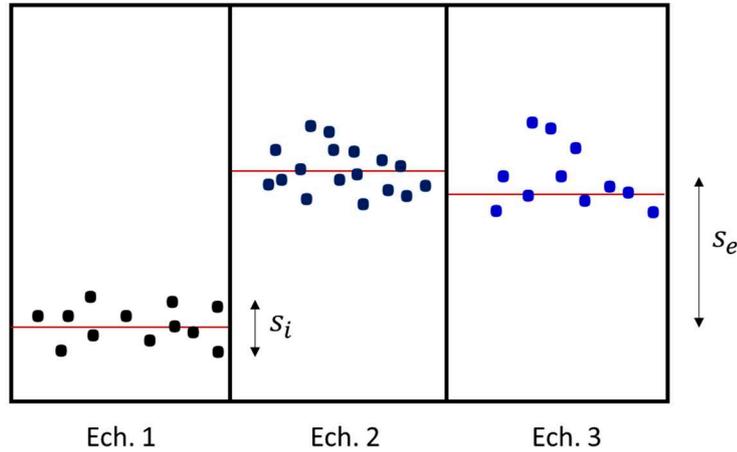


Figure AVI-3 : Illustration d'une analyse de la variance comparant les écarts intra (s_i) et inter-échantillons (s_e).

Toute régression (au sens large) sur les données [la recherche par le calcul de la loi dont l'existence est présumée et qui régit la relation entre les données de sortie et d'entrée de l'expérience], effectuée dans ce travail de thèse, s'appuie sur la méthode des moindres carrés, autrement dit sur la minimisation des résidus entre le modèle choisi et les données expérimentales. On contrôle pour chaque courbe réalisée que la régression menée est significative via une analyse de la variance. Autrement dit, on vérifie que les variations entre les données supposément induites par la tendance de la régression sont significatives devant la variance des résidus par rapport à la régression. Si c'est le cas, cela montre que statistiquement il y a une relation entre les paramètres et la sortie du modèle : il y a donc un sens, statistiquement parlant, à mener une régression sur les données.

Annexe VII : Détection synchrone : principe de base

L'objectif de la détection synchrone est de détecter un signal $s(t) = S_0$ à travers un bruit $b(t)$. La stratégie consiste à moduler le signal à la pulsation ω de façon à détecter $s'(t) = S_0 \cdot \cos(\omega t)$. On mesure alors le signal $m(t)$ obtenu après avoir intégré sur un temps T et multiplié par $2 \cdot \cos(\omega t)$:

$$m(t) = \frac{2}{T} \int_0^T \cos(\omega t) (S_0 \cdot \cos(\omega t) + b(t)) dt \quad (\text{AVII.1})$$

L'information importante, i.e. le signal à extraire, est contenue dans :

$$\frac{2 \cdot S_0}{T} \int_0^T \cos^2(\omega t) dt \approx S_0 \quad (\text{AVII.2})$$

pour T grand. Du côté du bruit, on peut montrer que, la variance du bruit peut s'écrire, toujours avec $T \gg 2\pi/\omega$, comme :

$$\begin{aligned} \mathbb{E} \left[\left(\frac{2}{T} \int_0^T \cos(\omega t) \cdot b(t) dt \right)^2 \right] &\approx \frac{4}{T^2} \cdot \mathbb{E} \left[\left| \int_0^T \cos(\omega t) \cdot b(t) dt \right|^2 \right] \\ &\approx \frac{2\sqrt{2\pi}}{T} \cdot S_v^2(\omega) \end{aligned} \quad (\text{AVII.3})$$

Où $S_v^2(\omega)$ est la densité spectrale de puissance autour de ω . Le rapport signal à bruit du capteur peut donc être calculé :

$$SNR \approx \left(\frac{S_0}{S_v(\omega)} \right) \cdot \sqrt{2\sqrt{2\pi} \cdot T} \quad (\text{AVII.4})$$

On voit alors que, le SNR dépend de \sqrt{T} et donc s'améliore avec l'augmentation de la durée d'intégration, mais il dépend aussi de $S_v(\omega)$ et non de $S_v(0)$ (ce que l'on aurait sans détection synchrone). Or, dans les cas les plus courants, $S_v(\omega)$ sera nettement inférieur à $S_v(0)$ et donc on a un second levier, en plus du temps d'intégration, pour gagner en rapport signal sur bruit avec ce dispositif.

Annexe VIII : Approche pratique de la transformée de Fourier et du traitement d'images

Le traitement d'image par transformée de Fourier (TF) est une méthode pour classer et analyser les différentes informations contenues dans une image en les classant selon leur fréquence spatiale. Pour une image, qui est donc porteuse d'une information notée f sur deux dimensions spatiales x et y , on peut définir la transformée de Fourier 2D, notée F , sur l'espace réciproque $\{k_x; k_y\}$ comme :

$$F(k_x, k_y) = \iint_{x,y=-\infty}^{+\infty} f(x, y) \cdot e^{-ik_x \cdot x} e^{-ik_y \cdot y} dx dy \quad (\text{AVIII.1})$$

De cette définition découlent un certain nombre de propriétés ¹⁷, qui s'illustrent avec la Figure AVIII-1 ci-dessous qui représente l'image au MFM du signal magnétique (mesuré dans la direction perpendiculaire au plan du scan) pour le coude d'un yoke GMR de 4 μm de large. Sur cette figure, on utilise la TF de l'image de départ pour trier les différentes informations de l'images selon 4 zones. Il existe une infinité de découpages arbitraires possibles pour chaque image, la pertinence des interprétations nécessite donc bien sûr toujours une compréhension physique préalable du système étudié. Profitons ici de ce cas pour illustrer quelques généralités. Dans une image, les basses fréquences, zone 1 de la figure, (faibles valeurs de k_x et k_y) contiennent la moyenne de l'image. Plus on s'intéresse aux hautes fréquences et plus on commence à inclure de détails : apparition « d'inhomogénéités » dans les teintes relativement uniformes de l'image moyenne, bords plus nets, granularité, texturation ou bruit de plus en plus marqués.

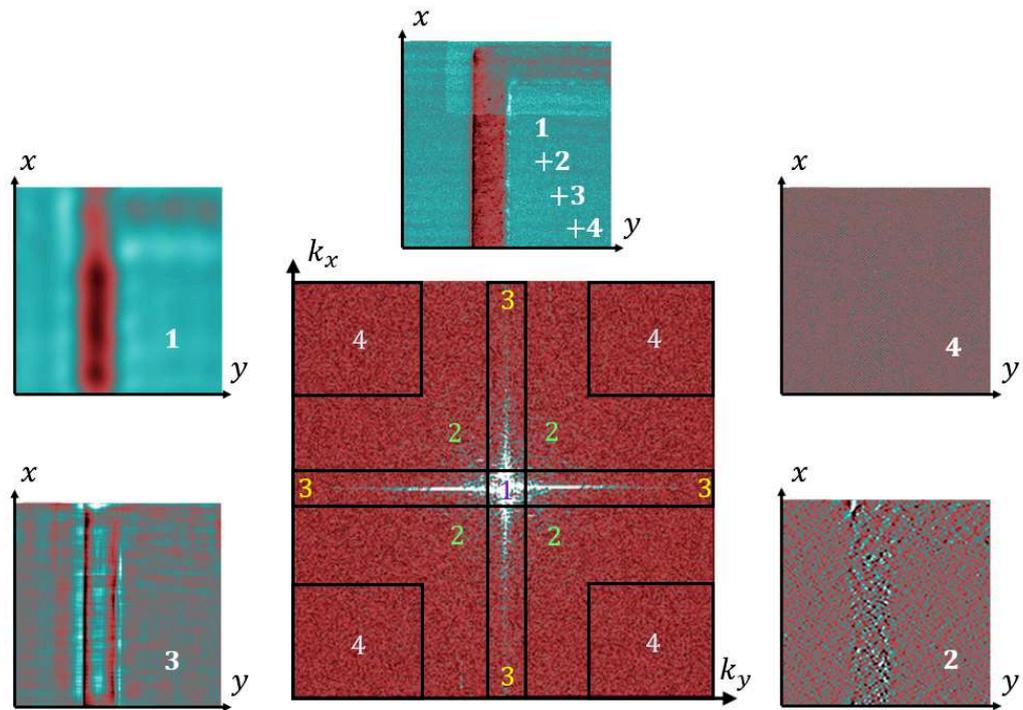


Figure AVIII-1 : Illustration du tri de l'information contenue dans une image (coude d'un yoke GMR de 4 μm de large observé au MFM). La transformée de Fourier (au centre) de l'image initiale (haut) permet par exemple ce découpage en 4 « zones » d'information numérotées de 1 à 4, chacune liée à une gamme de fréquences spatiales de l'image.

On note par exemple que la zone 4 de la figure contient essentiellement en apparence du bruit et donc une information peut-être moins pertinente pour une première analyse de l'image dans son ensemble. Pour ce qui est de l'analyse de la texturation de l'image, la TF nous fournit certaines clés de compréhension. Notamment, la présence d'axes visibles passant par l'origine indique l'existence de lignes de forces notables sur l'image d'origine, orthogonaux à ces axes. Autrement dit, sur la TF de la figure, un axe marqué selon k_y (zone 3) est visible et traduit l'existence d'une orientation préférentielle (parmi d'autres) de l'image selon x : par exemple l'orientation du bras principal du yoke GMR ou la marque du pas de scan du microscope qui a permis de réaliser l'image. Si une droite est striée dans $F(k_x, k_y)$ alors cela indique une périodicité pour l'image d'origine $f(x, y)$ dans la direction perpendiculaire (plusieurs lignes de forces parallèles entre-elles). La présence de points plutôt que de droites ou portions de droite dans $F(k_x, k_y)$ témoignerait de l'existence de fréquences quasiment pures (autrement dit des périodicités très marquées dans l'image réelle).

Enfin, dans le cas de la Figure AVIII-1, il reste le cas de la zone 2 qui contient pour l'essentiel les détails non triviaux avec des périodicités plus locales, plus complexes à identifier par transformée de Fourier car elles ne concernent pas toute l'image. C'est ici que le travail d'interprétation doit se faire plus vigilant. Dans le cas de la recherche du signal de paroi de domaines magnétiques, ce qui était

le cas pour cette image, l'interprétation ne saurait se contenter de l'information montrée par la zone 2, au risque de rester imprécise ou erronée. On voit donc les limites d'une unique TF de l'image, qui rend difficile la visualisation des éléments les moins périodiques. Une solution consiste à multiplier et faire varier les tailles des zones relativement les unes aux autres pour mieux cerner où se cache l'information que l'on cherche. Cela ne peut pas toujours se substituer à une connaissance poussée du système observé. Le cas échéant, les travaux de recherche dans des domaines comme la reconnaissance faciale²⁰ ou la reconnaissance de formes²¹ au sens large le montrent : l'œil et le cerveau restent encore à ce jour parmi les meilleurs outils d'analyse d'image.

Annexe IX : Outil de simulation des champs de fuites d'échantillons magnétiques

La prédiction ou l'interprétation des champs de fuite générés par un objet magnétique sont des problématiques récurrentes tout au long de ce projet de microscopie que ce soit pour la prédiction et l'interprétation des images réalisées avec le microscope ou encore la simulation de l'impact magnétique de la pointe GMR sur un échantillon. Un utilitaire de calcul sous Python a ainsi été développé. Son but est simple : donner, grâce à un calcul rapide, les champs de fuite d'un échantillon en se basant sur une distribution spatiale de l'aimantation fixée par l'utilisateur. Le code fournit en sortie une visualisation 3D du placement des zones magnétiques et les trois composantes du champ magnétique mesuré dans une zone (parallélépipédique) définie par l'utilisateur.

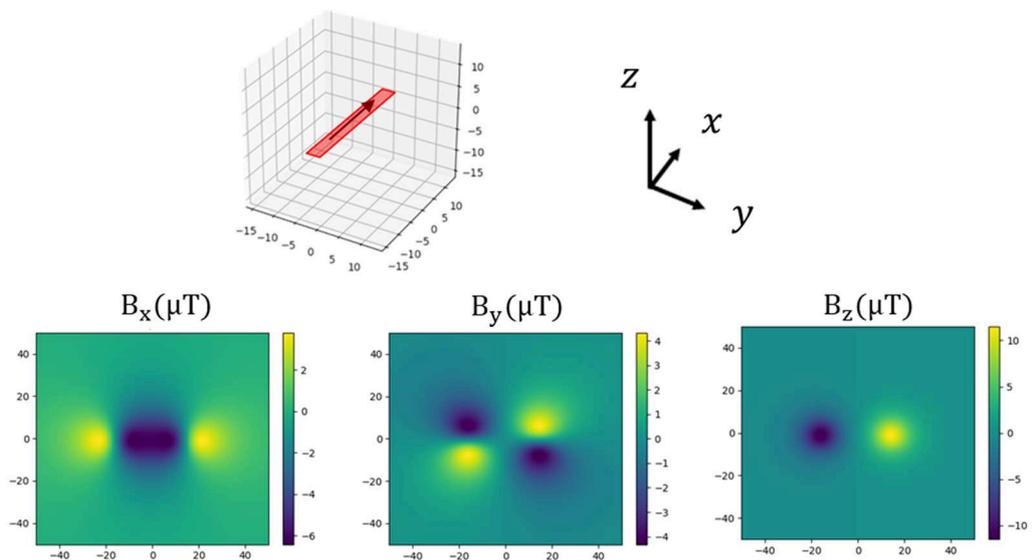


Figure AIX-1 : Calcul des trois composantes du champ magnétique (en μT) généré par un barreau magnétique d'aimantation (flèche rouge) fixée à $8 \cdot 10^5$ A/m. L'épaisseur du matériau est de 5 nm. Les mesures sont données à une distance $z = 10 \mu\text{m}$ du barreau, sur une fenêtre $[x ; y]$ de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$. Les échelles pour x (abscisse des figures) et y (ordonnée) sont données en μm . La visualisation de la géométrie d'aimantation est fournie par le code. Dans cet exemple, un seul « pixel magnétique » est utilisé : le barreau (rouge) de la visualisation.

Le gain de temps par rapport à une méthode de simulation micromagnétique (OOMMF par exemple) vient du fait que la distribution d'aimantation n'est pas calculée mais donnée comme paramètre d'entrée par l'utilisateur. Elle peut être définie selon les trois dimensions de l'espace. L'utilisateur peut positionner un nombre arbitraire de « pixels magnétiques » (parallélépipède rectangles), définir pour chacun son aimantation (ou son moment magnétique), son origine et ses dimensions. De grandes zones d'aimantation uniformes pourront être simulées par un unique pixel (voir Figure AIX-1) tandis que des zones plus petites ou complexes

pourront faire l'objet de pixels dédiés. L'intérêt de ce code est donc également dans la possibilité de répartir les pixels de la géométrie de façon complètement non uniforme, chaque pixel pouvant avoir des propriétés différentes de celles de ses voisins. Le programme calcule ensuite analytiquement le champ de fuite de chacun des pixels et ensuite renvoie par principe de superposition les trois composantes du champ de l'échantillon sur une fenêtre d'observation donnée. L'utilisateur peut également ajuster les paramètres de cette fenêtre 2D : position dans l'espace, résolution spatiale, dimensions.

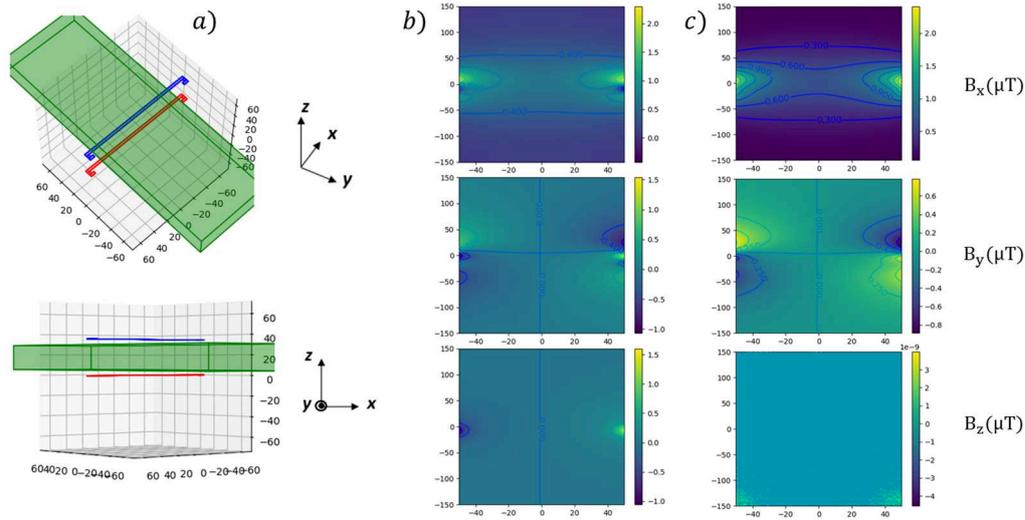


Figure AIX-2 : Calcul des champs induits par la couche libre de deux capteurs GMR (rouge et bleu) à l'intérieur d'un canal microfluidique (vert). La géométrie du problème est donnée sous deux angles de vue (a). On donne les dimensions caractéristiques du système : distance GMR/bord du canal ($5 \mu\text{m}$), hauteur canal selon z ($25 \mu\text{m}$), largeur canal selon x ($100 \mu\text{m}$), bras principal d'une GMR ($3 \times 140 \mu\text{m}^2$). L'aimantation de la couche libre est fixée à $8 \cdot 10^5 \text{ A/m}$. Les trois composantes du champ (en μT) sont calculées au sommet d'un barreau proche de la GMR bleue (b) et au centre du barreau (c) sur une fenêtre $[x ; y]$ de $100 \times 300 \mu\text{m}^2$. Les échelles pour x (abscisse des figures) et y (ordonnée) sont données en μm . Cette simulation s'inspire du dispositif expérimental mis en place durant la thèse de Manon Giraud ²².

Par construction, les résultats de ce code de calcul pour un échantillon dépendent uniquement de la distribution d'aimantation. Ainsi, le « sens physique » de cette distribution est laissé uniquement à l'appréciation de l'utilisateur. L'outil est ainsi adapté à la prédiction pour des échantillons de structure magnétique connue (ou supposée) mais pas à la résolution d'un « problème inverse » (à moins de procéder par itération entre un nombre fini et raisonnable de possibilités). Les calculs de cet utilitaire ont été confrontés, avec succès, à ceux de la simulation micromagnétique sur OOMMF. De même, le code a aussi été validé par rapport à l'expérience, par exemple en effectuant la comparaison avec le scan magnétique d'un échantillon de calibration ^{23,24} avec le dispositif de sonde 3D GMR présenté au Chapitre 2.

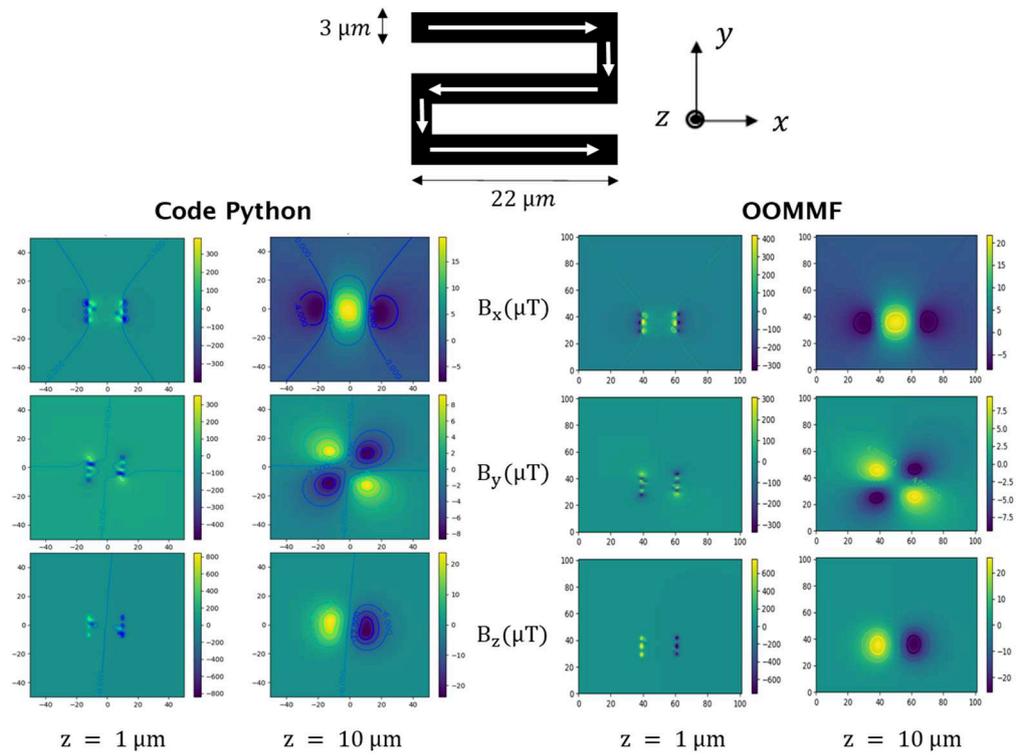


Figure AIX-3 : Comparaison entre les résultats du code de calcul sous python et une simulation micromagnétique pour la même géométrie (méandre $3 \times [2 \times 22 \mu\text{m}^2]$, configuration utilisée pour le dispositif de sonde 3D GMR ²⁵). L'aimantation à saturation du matériau est fixée à $8 \cdot 10^5 \text{ A/m}$. L'épaisseur du matériau est de 5 nm. La distribution d'aimantation obtenue par minimisation de l'énergie du système (OOMMF) est plane. Cette géométrie est implémentée dans un second temps dans le code Python en 5 pixels : soit 1 pixel par aimantation (flèche) du schéma. Les valeurs des composantes du champ sont exprimées en μT . Chaque image donne le calcul de la composante du champ associé à une distance donnée sur l'axe z , sur une fenêtre $[x ; y]$ de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$. Les échelles pour x (abscisse des figures) et y (ordonnée) sont données en μm .

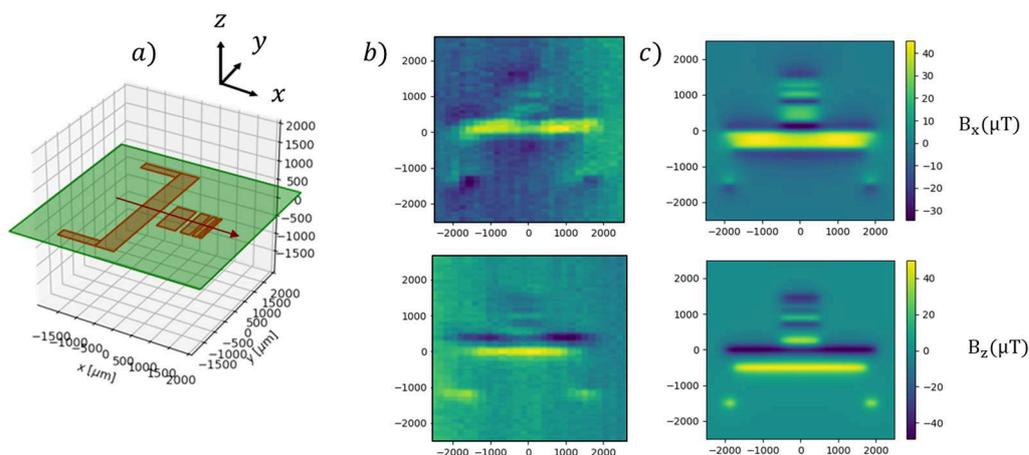


Figure AIX-4 : (a) Géométrie et direction d'aimantation d'un échantillon de calibration aimanté selon x. Comparaison qualitative entre la mesure (b) et la simulation avec le code Python (c) du champ magnétique à $z = 150 \mu\text{m}$ du même échantillon. Pour la simulation, l'aimantation est fixée à $1,3 \cdot 10^3 \text{ A/m}$ pour une épaisseur de CoFe de 20 nm. Les images expérimentales sont obtenues à partir de mesures utilisant la sonde 3D GMR. Chaque image donne le calcul ou la mesure de la composante du champ associé sur une fenêtre $[x ; y]$ de $5 \times 5 \text{ mm}^2$ environ. Les échelles pour x (ordonnées des figures) et y (abscisses) sont données en μm .

Annexe X : Correction d'images AFM

Les images brutes obtenues sur notre dispositif expérimental sont sujettes à des distorsions ayant pour origine les non-linéarités du tube piézo-électrique commandant le déplacement de l'échantillon pendant la réalisation de l'image. Ces effets sont bien connus²⁶ et introduisent de l'hystérésis mais aussi des effets de dérive. Des solutions existent pour compenser ces problèmes comme par exemple l'utilisation d'une boucle de rétroaction (absente sur notre premier montage de microscopie) permettant de corriger les non-linéarités pendant le scan. Cette contre-mesure est souvent présente dans les dispositifs commerciaux. Pour compenser les non-linéarités dans un système en boucle ouverte (sans rétroaction), la solution la plus simple consiste à modéliser le comportement des piézoélectriques (en réalisant un scan sur un échantillon doté d'une géométrie de référence par exemple). Les correctifs adaptés (déterminés par ce scan de référence) sont ensuite appliqués aux images suivantes. L'hypothèse faite est que pour toute la série d'images avec la même correction les non-linéarités aient le même impact. Recalibrer régulièrement permet de s'assurer de la validité de cette hypothèse. Dans notre cas, la calibration préliminaire du support piézoélectrique est réalisée via une pointe et une grille de calibration commerciale de Scientec (Figure AX-1). Elle permet de corriger les déformations entre aller et retour sur une même ligne de scan qui sont dues aux non linéarités du tube piézoélectrique. La calibration via un scan de cette grille est également utilisée pour régler les échelles x, y et z des images magnétiques et topographiques.

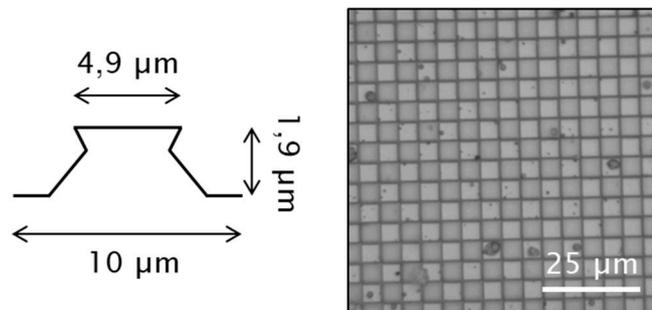


Figure AX-1 : Grille de calibration. Motif (gauche). Image en microscopie optique (droite).

La matrice de correction à appliquer aux images est réalisée en comparant l'aller et le retour et en calculant l'image médiane entre les deux par un algorithme de minimisation^{27,28}. Cette méthode ne peut en aucun cas prétendre se substituer efficacement à une correction expérimentale (boucle fermée) ou à une modélisation plus sophistiquée mais permet au premier ordre de donner un meilleur rendu aux images obtenues (Figure AX-2) et donc de faciliter leur interprétation.

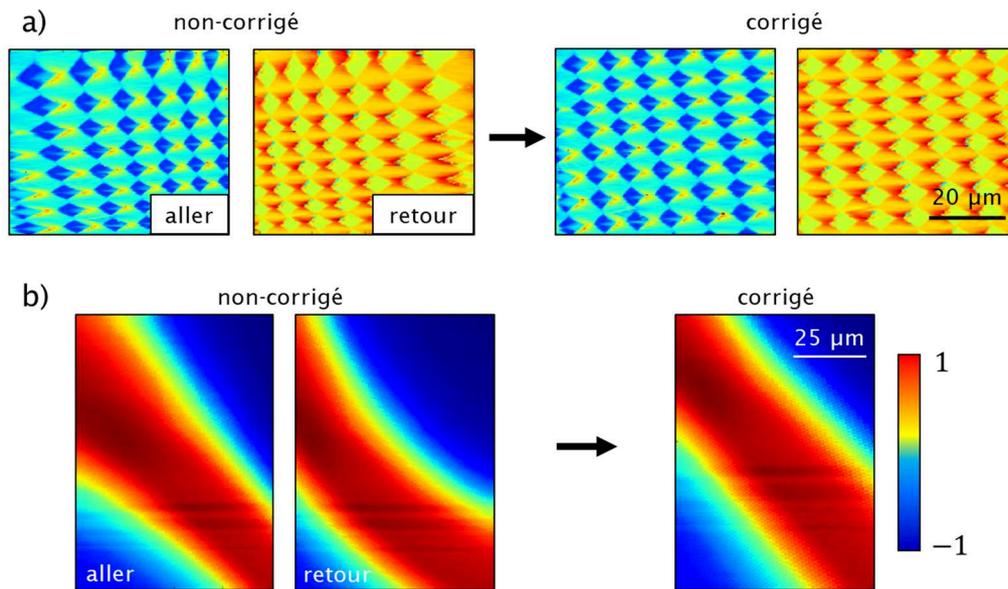


Figure AX-2 : Exemples de correction d'images. (a) Grille de calibration, images topographiques normalisées de la déflexion de la pointe. (b) Ligne de courant (24 μm de large), images magnétiques normalisées.

Annexe XI : Modélisation de la susceptibilité magnétique

Dans cette annexe, l'évolution de la partie réelle, imaginaire de la susceptibilité magnétique χ et les contrastes associés (voir Chapitre 5) sont étudiés en fonction des quatre paramètres du modèle rappelé dans les équations (AXI-1) et (AXI-2).

$$\chi(\omega) = \frac{\chi'_0 - \chi'_\infty}{1 - j\omega\tau(\omega)} + \chi'_\infty \quad (\text{AXI.1})$$

$$\tau(\omega) = \omega^{-\nu} \cdot t_0^{1-\nu} \cdot e^{j\nu\pi/2} \quad (\text{AXI.2})$$

Dans chacune des figures, trois paramètres sont fixes et l'un des paramètres est variable et prend une valeur parmi les trois prédéfinies. On rappelle que conventionnellement, le contraste sur une grandeur X entre deux états a et b peut être défini comme :

$$C = \frac{|X_a - X_b|}{|X_a + X_b|} \quad (\text{AXI.3})$$

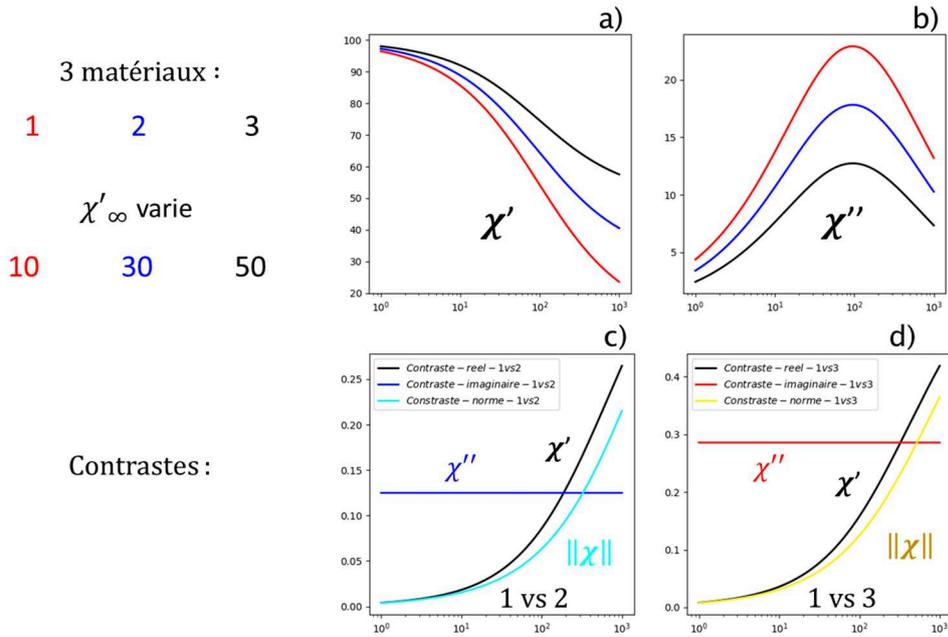


Figure AXI-1 : Influence du paramètre χ'_∞ sur le modèle de la susceptibilité. Paramètres fixes : $\chi'_0 = 100$, $t_0 = 1/600$ et $\nu = 0,4$. Paramètre variable entre les échantillons 1, 2 et 3 : $\chi'_\infty = 10, 30$ ou 50 . (a) Evolution de χ' . (b) Evolution de χ'' . (c) Contrastes basés sur χ' , χ'' ou $|\chi|$ entre les matériaux 1 et 2. (d) Contrastes basés sur χ' , χ'' ou $|\chi|$ entre les matériaux 1 et 3.

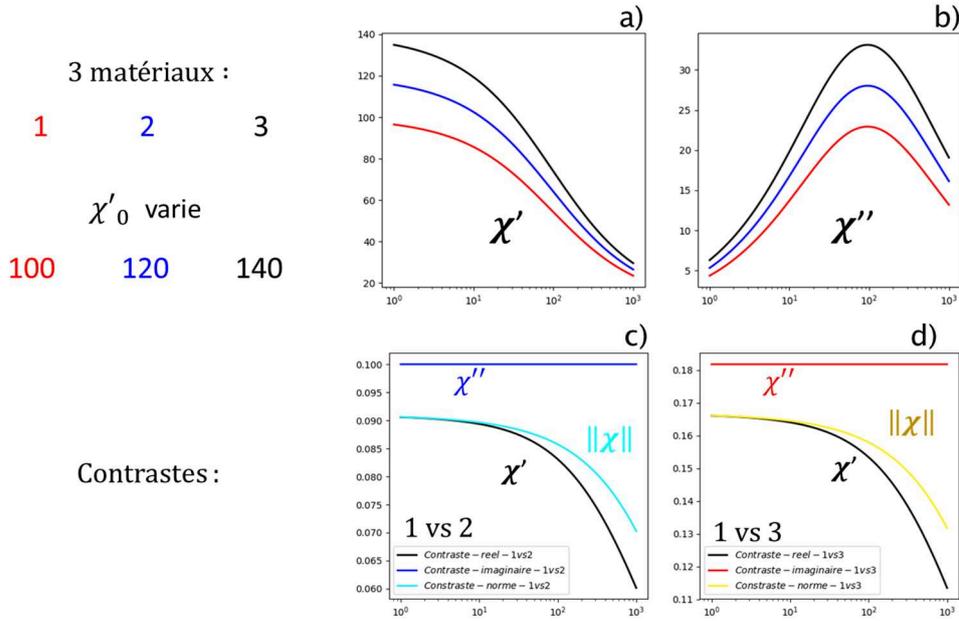


Figure AXI-2 : Influence du paramètre χ'_0 sur le modèle de la susceptibilité. Paramètres fixes : $\chi'_\infty = 10$, $t_0 = 1/600$ et $\nu = 0,4$. Paramètre variable entre les échantillons 1, 2 et 3 : $\chi'_0 = 100$, 120 ou 140. (a) Evolution de χ' . (b) Evolution de χ'' . (c) Contrastes basés sur χ' , χ'' ou $|\chi|$ entre les matériaux 1 et 2. (d) (c) Contrastes basés sur χ' , χ'' ou $|\chi|$ entre les matériaux 1 et 3.

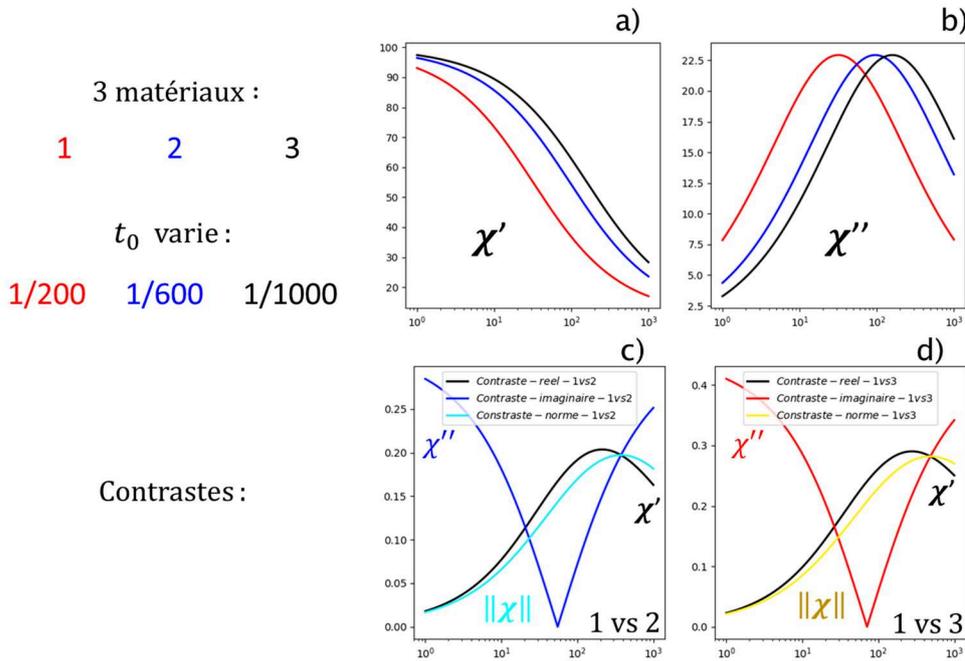


Figure AXI-3 : Influence du paramètre t_0 sur le modèle de la susceptibilité. Paramètres fixes : $\chi'_0 = 100$, $\chi'_\infty = 10$ et $\nu = 0,4$. Paramètre variable entre les échantillons 1, 2 et 3 : $t_0 = 1/200$, $1/600$ ou $1/1000$. (a) Evolution de χ' . (b) Evolution de χ'' . (c) Contrastes basés sur χ' , χ'' ou $|\chi|$ entre les matériaux 1 et 2. (d) (c) Contrastes basés sur χ' , χ'' ou $|\chi|$ entre les matériaux 1 et 3.

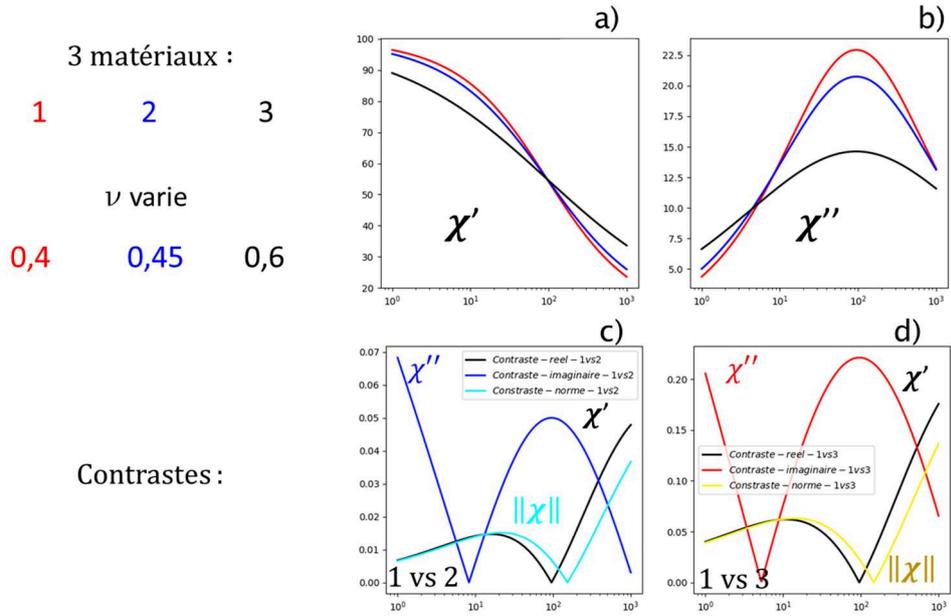


Figure AXI-4 : Influence du paramètre ν sur le modèle de la susceptibilité. Paramètres fixes : $\chi'_0 = 100$, $\chi'_\infty = 10$ et $t_0 = 1/600$. Paramètre variable entre les échantillons 1, 2 et 3 : $\nu = 0,4, 0,45$ ou $0,6$. (a) Evolution de χ' . (b) Evolution de χ'' . (c) Contrastes basés sur χ' , χ'' ou $|\chi|$ entre les matériaux 1 et 2. (d) (c) Contrastes basés sur χ' , χ'' ou $|\chi|$ entre les matériaux 1 et 3.

De façon générale, le contraste augmente lorsque l'écart sur un unique paramètre croît. En revanche, en pratique il est probable que plusieurs paramètres varient de manière simultanées lors de la mesure d'un échantillon contenant plusieurs matériaux. La dépendance en fréquence étant très différente selon la gamme de fréquence choisie et paramètres concernés, il est difficile de dégager de ces simulations des généralités et des prédictions sur le comportement des échantillons réels. En revanche, elles constituent un bon candidat en tant qu'outil de compréhension *a posteriori* des mesures effectuées.

Contributions scientifiques

Article : Moulin, J. et al., *Optimizing magnetoresistive sensor signal-to-noise via pinning field tuning*, Appl. Phys. Lett. 115, 122406 (**2019**)

Article : Doll, A. et al., *Spintronic sensors for NMR and MRI*, Proc. SPIE 11090, Spintronics XII, 110903M (**2019**)

Article : Torrejon, J. et al., *Multiple Giant-Magnetoresistance Sensors Controlled by Additive Dipolar Coupling*, Phys. Rev. Appl. 13, 034031 (**2020**).

Article : **Moulin, J. et al., RTN noise (à soumettre)**

Article : **Moulin, J. et al., nano-GMR et pointes (à soumettre)**

Brevet : **CEA & CNRS Thalès, Bruit dans les STNO (en cours de rédaction)**

Poster : Spin Mechanics 5 and Nano MRI 6 workshop, Les Houches (**2018**)

Poster : Colloque Louis Néel XIX, Toulouse (**2019**)

Poster : European School on Magnetism, Brno (**2019**)

Oral : Workshop “Today's Noise Tomorrow's Signal”, PTB, Berlin (**2019**)

Bibliographie

1. OOMMF Project at NIST. <https://math.nist.gov/oommf/>.
2. Adeyeye, A. & Welland, M. Magnetization process of a single chain of nanomagnets. *Appl. Phys. Lett.* **80**, 2344–2346 (2002).
3. Behera, A. K., Mishra, S. S., Mallick, S., Singh, B. B. & Bedanta, S. Size and shape of skyrmions for variable Dzyaloshinskii–Moriya interaction and uniaxial anisotropy. *J. Phys. Appl. Phys.* **51**, 285001 (2018).
4. Baumgartner, M. & Gambardella, P. Asymmetric velocity and tilt angle of domain walls induced by spin-orbit torques. *Appl. Phys. Lett.* **113**, 242402 (2018).
5. OOMMF eXtensible Solver. https://math.nist.gov/oommf/doc/userguide12a5/userguide/OOMMF_eXtensible_Solver.html.
6. Torrejon, J. *et al.* Multiple Giant-Magnetoresistance Sensors Controlled by Additive Dipolar Coupling. *Phys. Rev. Appl.* **13**, 034031 (2020).
7. Huang, L. *et al.* Noise suppression and sensitivity manipulation of magnetic tunnel junction sensors with soft magnetic Co_{70.5}Fe_{4.5}Si₁₅B₁₀ layer. *J. Appl. Phys.* **122**, 113903 (2017).
8. Lacheisserie, É. D. T. de. *Magnétisme*. (EDP Sciences, 2012).
9. Ampère, A.-M. *Mémoire présenté à l'Académie royale des sciences sur les effets courans électriques*. (1820).
10. de Loubens, G. & Bailleul, M. Microwave Nanomagnetism: Spin Torque Oscillators and Magnonics. in *Nanomagnetism: Applications and Perspectives* (eds. Voorde, rcel V. de & Fermon, C.) 269–296 (Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2017). doi:10.1002/9783527698509.ch12.
11. Fuchs, G. D. *et al.* Spin-transfer effects in nanoscale magnetic tunnel junctions. *Appl. Phys. Lett.* **85**, 1205–1207 (2004).
12. Dussaux, A. *et al.* Large microwave generation from current-driven magnetic vortex oscillators in magnetic tunnel junctions. *Nat. Commun.* **1**, 1–6 (2010).
13. Locatelli, N., Cros, V. & Grollier, J. Spin-torque building blocks. *Nat. Mater.* **13**, 11–20 (2014).

14. Wittrock, S. *et al.* Low offset frequency $1/f$ flicker noise in spin-torque vortex oscillators. *Phys. Rev. B* **99**, 235135 (2019).
15. Kiselev, S. I. *et al.* Microwave oscillations of a nanomagnet driven by a spin-polarized current. *Nature* **425**, 380–383 (2003).
16. Suess, D. *et al.* Topologically protected vortex structures for low-noise magnetic sensors with high linear range. *Nat. Electron.* **1**, 362–370 (2018).
17. Provost, J.-P., Raffaelli, B. & Vallée, G. *Mathématiques en physique: Concepts et outils.* (Dunod, 2019).
18. Rivals, I. *Cours de Méthodes Statistiques.* (2016).
19. Saporta, G. *Probabilités, analyse des données et statistique.* (Editions TECHNIP, 2011).
20. Tangchaitrong, K., Messer, L. B., Thomas, C. D. L. & Townsend, G. C. Fourier analysis of facial profiles of young twins. *Am. J. Phys. Anthropol.* **113**, 369–379 (2000).
21. Haines, A. J. & Crampton, J. S. Improvements To The Method Of Fourier Shape Analysis As Applied In Morphometric Studies. *Palaeontology* **43**, 765–783 (2000).
22. Giraud, M. Mise au point d'un laboratoire sur puce pour la détection de cellules eucaryotes par des capteurs à magnéto-résistance géante. <http://www.theses.fr> (Université Paris-Saclay (ComUE), 2019).
23. Sergeeva-Chollet, N. *et al.* 3D Magnetic Imaging of Ferromagnetic Steels Based on Magnetoresistive Sensors. in (2019).
24. Sergeeva-Chollet, N. *et al.* Magnetic Imaging of Ferromagnetic Materials with 3-axis GMR Probe. in (2019).
25. Hadadeh, F., Solignac, A., Pannetier-Lecoeur, M., Sergeeva-Chollet, N. & Fermon, C. 3D Magnetic Imaging With GMR Sensors. *IEEE Sens. J.* **19**, 10403–10408 (2019).
26. Changhai, R. & Lining, S. Hysteresis and creep compensation for piezoelectric actuator in open-loop operation. *Sens. Actuators Phys.* **122**, 124–130 (2005).
27. Joergensen, J. F., Carneiro, K., Madsen, L. L. & Conradsen, K. Hysteresis correction of scanning tunneling microscope images. *J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom.* **12**, 1702–1704 (1994).

28. Chu, W., Fu, J., Dixon, R., Orji, G. & Vorbürger, T. A moving window correlation method to reduce the distortion of scanning probe microscope images. *Rev. Sci. Instrum.* **80**, 073709 (2009).

Titre : Microscopie magnétique locale par intégration de nanocapteurs magnétorésistifs

Mots clés : imagerie magnétique, capteurs GMR, microscopie à sonde locale, nanofabrication

Résumé : La microscopie à sonde locale magnétorésistive repose sur la fabrication et l'utilisation de micro-bras de levier flexibles intégrant un ou plusieurs capteurs basés sur les technologies de magnétorésistance géante (GMR) ou tunnel (TMR). Ces sondes, dont le capteur peut atteindre une taille caractéristique typique inférieure à 1 μm , permettent de mesurer l'information topographique d'un échantillon ainsi que son information magnétique simultanément et de manière décorrélée. La mesure ainsi obtenue par le capteur GMR est sensible (limite de détection de l'ordre de 1 nT), quantitative, large bande (DC-100 MHz), robuste dans le temps et ne nécessite pas de recalibration ou de ré-aimantation régulière de la sonde. Les axes d'étude principaux de cette thèse portent sur le développement et l'intégration sur des micro-bras de leviers en nitrure de silicium de nanocapteurs magnétorésistifs.

Ils visent à améliorer la résolution spatiale, tout en gagnant en linéarité de la réponse magnétique et en réduisant le bruit de mesure d'origine magnétique. Des stratégies de piégeage ont été utilisées pour stabiliser le bruit dans les GMR, améliorant typiquement la limite de détection et la répétabilité d'un ordre de grandeur. Des capteurs de taille caractéristique jusqu'à la centaine de nanomètres ont été fabriqués en se basant sur des empilements GMR dédiés et à l'état de l'art. L'implémentation des pointes GMR fabriquées sur un dispositif de microscopie à force atomique (AFM) ont permis de tester leur efficacité et leur fiabilité, posant ainsi les bases d'une méthode innovante d'imagerie magnétique locale, basée sur la mesure de susceptibilité magnétique.

Title : Magnetic scanning probe microscope integrating magnetoresistive nanosensors

Keywords : magnetic imaging, GMR sensors, scanning probe microscopy, nanofabrication

Abstract: Magnetoresistive scanning probe microscopy is based on fabrication and use of micro-cantilevers integrating giant magnetoresistive (GMR) or tunnel magnetoresistive sensors (TMR). These probes enable simultaneous measurement of decorrelated topography and local magnetic signal of the sample. The sensor can be manufactured down to submicron characteristic size. GMR measurement is sensitive (detection limit around 1 nT), quantitative, broadband (DC-100 MHz), robust in time and does not require frequent remagnetization or recalibration of the probe. The main study topics of this PhD are focused on developing and integrating magnetoresistive nanosensors on silicon nitride micro-cantilevers.

They enhance spatial resolution while improving the linearity of the magnetic response and reducing magnetic noise. Pinning strategies have been used to stabilize the noise so as to improve repeatability and detection limit by one order of magnitude. Sensors down to a few hundreds of nanometers have been manufactured, using dedicated and state-of-the-art GMR stacks. We tested reliability and efficiency of the nano-GMR probes by integrating them on an atomic force microscope (AFM), thus paving the way for an innovative local magnetic imaging method based on magnetic susceptibility measurement.