



HAL
open science

Elaboration et caractérisation magnétiques et structurales de nanostructures de FeCoB optimisées pour des applications radiofréquences

Abdel Majid Aldimassi

► **To cite this version:**

Abdel Majid Aldimassi. Elaboration et caractérisation magnétiques et structurales de nanostructures de FeCoB optimisées pour des applications radiofréquences. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2020. Français. NNT : 2020BRES0014 . tel-03209990

HAL Id: tel-03209990

<https://theses.hal.science/tel-03209990>

Submitted on 27 Apr 2021

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.

THESE DE DOCTORAT DE

L'UNIVERSITE
DE BRETAGNE OCCIDENTALE

ECOLE DOCTORALE N° 596
Matière Molécules et Matériaux
Spécialité : *Sciences des Matériaux*

Par

Abdel Majid ALDIMASSI

Elaboration et caractérisation magnétiques et structurales de nanostructures de FeCoB optimisées pour des applications radiofréquences

Thèse présentée et soutenue à Brest, le 06/03/2020

Unité de recherche : Lab-STICC, équipes pôle MOM (Micro-ondes, optoélectroniques, Matériaux)

Rapporteurs avant soutenance :

Bénédicte WAROT-FONROSE Directrice de Recherche,
CEMES-CNRS, Toulouse
Abdeslem FNIDIKI Professeur des Universités,
Université de Rouen, Rouen

Composition du Jury :

Jean-François BOBO Directeur de Recherche,
CEMES-CNRS, Toulouse/ Président du jury
Bénédicte WAROT-FONROSE Directrice de Recherche,
CEMES-CNRS, Toulouse
Abdeslem FNIDIKI Professeur des Universités,
Université de Rouen, Rouen
Vincent LAUR Professeur des Universités,
Université de Bretagne Occidentale, Brest
Directeur de thèse
Bruno ROUVELLOU Professeur des Universités,
Université de Bretagne Occidentale, Brest

Invités

Alexis CHEVALIER Maître de Conférences,
Université de Bretagne Occidentale, Brest
Jamal BEN YOUSSEF Ingénieur de Recherche,
Université de Bretagne Occidentale, Brest

Remerciements

Cette thèse a été préparée au sein du laboratoire Lab-STICC à l'Université de Bretagne Occidentale (UBO) de Brest. Il arrive le moment pour adresser mes remerciements à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin, à l'aboutissement de cette thèse.

Je voudrais dans un premier temps remercier mon directeur de thèse Bruno ROUVELLOU pour sa disponibilité, sa patience et ses judicieux conseils. Je te remercie surtout de m'aider à finaliser ce manuscrit.

Je tiens à remercier vivement mes encadrants Vincent LAUR, Alexis CHEVALIER et Jamal BEN YOUSSEF pour toutes les discussions riches et le partage de compétences scientifiques et techniques.

Je remercie sincèrement Jean-François BOBO d'avoir fait partie de mon comité de suivi individuel et d'être un membre du jury de cette thèse.

Je remercie également Smail TRIKI pour sa participation à mon comité de suivi de thèse.

Je remercie Bénédicte WAROT-FONROSE et Abdeslem FNIDIKI pour avoir accepté d'être rapporteurs de cette thèse.

Je remercie Charbel TANNOUS, pour toutes les discussions scientifiques et ses connaissances dans ce domaine. Un grand merci à François MICHAUD pour sa disponibilité et son accompagnement sur la diffraction des rayons X. Je tiens à remercier Stéphane RIOUAL qui a apporté une grande contribution à la partie de simulation numérique. Je remercie également d'une part Jean-Luc MATTEI pour avoir réalisé des mesures ARM et d'autre part Philippe ELIES pour la partie de mesures AFM.

Je remercie André THIAVILLE pour le temps qu'il m'a consacré pour réaliser des mesures par effet Kerr optique MOKE et des mesures de microscopie à force magnétique MFM.

Je tiens à remercier Gaël LE ROUX et Grégory MIGNOT pour leurs disponibilités, leurs efforts et leurs aides au niveau technique.

Je remercie très sincèrement tous mes amis à Brest surtout Walaa (eh bro elle), Ali (shou bifahmak aslan ?), Rassoul (bada kemel), Aicha, Massa, Hadi (Man), Fatima et Karim (elmashnish), pour tous les moments, les souvenirs et les repas que j'ai partagés avec vous.

Je remercie en particulier mes parents qui ont toujours été là pour moi. A mon père, à qui je dois aujourd'hui ce beau moment d'accomplissement. A ma mère, qui a toujours eu confiance en moi et qui m'a soutenu tout au long de mes études. Je remercie chaleureusement mes trois sœurs et tous mes proches au Liban.

Enfin, je remercie tous les collègues chercheurs, doctorants et post-doctorants que j'ai croisés durant cette thèse.

Table des matières

Introduction	11
1. Généralités sur le magnétisme et dynamique de l'aimantation	17
1.1 Le magnétisme.....	17
1.1.1 Les différentes formes des matériaux magnétiques	17
1.2 Anisotropies magnétiques.....	20
1.2.1 Anisotropie magnétocristalline	21
1.2.2 Anisotropie magnétostrictive – Energie magnétoélastique	22
1.2.3 Energie dipolaire (magnétostatique)	23
1.2.4 Anisotropie induite.....	24
1.3 Les domaines magnétiques :.....	25
1.4 Retournement de l'aimantation : le modèle de Stoner & Wohlfarth.....	26
1.5 La dynamique de l'aimantation	28
1.5.1 Précession gyromagnétique : Equation de mouvement de l'aimantation	28
1.5.2 Oscillations forcées et résonance ferromagnétique.....	29
1.5.3 Calcul de la susceptibilité dynamique avec amortissement.	31
1.5.4 Les ondes de spin.	34
1.6 La relaxation de l'aimantation :.....	35
1.6.1 Contributions intrinsèques.....	35
1.6.2 Contributions extrinsèques.....	36
2. Techniques de caractérisation.....	41
2.1 Elaboration des couches minces	41
2.1.1 Principe de la pulvérisation cathodique	41
2.1.2 Les paramètres affectant la pulvérisation :.....	44
2.2 Caractérisation structurale et morphologique.....	45

2.2.1	Profilométrie.....	45
2.2.2	Diffraction de rayons X (DRX).....	46
2.2.3	Microscopie à force atomique (AFM).....	48
2.2.4	Microscopie à force magnétique (MFM)	50
2.2.5	Image Kerr optique.....	51
2.3	Caractérisation magnétique statique	52
2.3.1	Magnétométrie à échantillon vibrant (VSM)	52
2.4	Caractérisation électrique	55
2.4.1	Méthode des 4 pointes.....	55
2.5	Caractérisation magnétique dynamique.....	56
2.5.1	Mesures par monospire	56
2.5.2	Résonance ferromagnétique (RFM).....	58
3.	Etude des propriétés statiques et dynamiques de FeCoB.....	63
3.1	Elaboration par pulvérisation cathodique	63
3.1.1	Croissance et morphologie	63
3.1.2	Condition de croissance	64
3.2	Propriétés structurales.....	65
3.3	Propriétés morphologiques et topographiques	66
3.4	Propriétés magnétostatiques	69
3.4.1	Axe de facile aimantation.....	69
3.4.2	Cycles d'hystérésis	70
3.4.3	Champ d'anisotropie	72
3.4.4	Distributions angulaires.....	73
3.4.5	Dispersion angulaire de l'anisotropie.....	74
3.5	Propriétés dynamiques.....	78
3.5.1	Etude par la méthode de la cellule monospire.....	78
3.5.2	Etude par la méthode RFM	87

3.6	Observations des domaines magnétiques	98
3.6.1	Observation par microscopie à force magnétique (images MFM) des échantillons.....	98
3.6.2	Observation par microscopie magnéto-optique (effet Kerr) des échantillons	99
3.7	Etude en fonction des épaisseurs	102
3.7.1	Propriété structurale	102
3.7.2	Aimantation à saturation	102
3.7.3	Champs coercitifs.....	103
3.7.4	Anisotropie uniaxiale	105
3.7.5	Perméabilités	108
4.	Intégration de couches minces magnétiques dans des absorbants électromagnétiques.	111
4.1	Introduction	111
4.2	Ecran de Salisbury	117
4.3	Structures périodiques	121
4.3.1	Préambule.....	121
4.3.2	Patchs carrés.....	123
4.3.3	Split-Ring Resonators (SRR)	127
4.3.4	Spirales entrelacées	130
4.4	Conclusion.....	133
	Conclusion Générale	137
	Bibliographie	140
	Liste des figures.....	150
	Liste des tableaux.....	156

Introduction

Introduction

Les circuits micro-ondes sont couramment utilisés dans le domaine des télécommunications ou des capteurs sans contact, où ils sont un constituant des chaînes de transmission / réception (antennes, filtres, adaptation d'impédance, amplification). Des niveaux élevés de miniaturisation, d'efficacité et d'intégration sont donc recherchés pour les composants passifs, éléments les plus encombrants de ces systèmes. De plus, de nouvelles fonctionnalités telles que l'accordabilité, sont aujourd'hui recherchées. Les technologies hyperfréquences recherchent de nouveaux matériaux magnétiquement doux (à champ coercitif faible, de l'ordre de quelques Oersted), et muni à la fois d'une forte perméabilité, ainsi que d'une fréquence de résonance élevée, propriétés si possible ajustables par une commande extérieure pour satisfaire le besoin en accordabilité des composants. Il est établi que la perméabilité hyperfréquence de films minces ferromagnétiques dans le domaine de 100 MHz-20 GHz est étroitement liée au mécanisme gyromagnétique, à la fois dans des couches minces nano cristallisées ou amorphes à anisotropie uniaxiale [1], [2]. Selon Kittel [3], la fréquence de la résonance est proportionnelle au produit de l'aimantation à saturation $4\pi M_s$ et du champ d'anisotropie uniaxiale H_k . Ces deux propriétés sont importantes pour que le film présente une fréquence d'utilisation assez large. D'autre part, la perméabilité est liée à ces deux propriétés par ($\mu_s \cong 4\pi M_s / H_k$) [4]. Ainsi, des matériaux à forte aimantation à saturation associé à un fort champ d'anisotropie sont privilégiés pour obtenir une fréquence d'utilisation élevée et une perméabilité importante.

Afin d'obtenir un champ d'anisotropie élevé, il existe plusieurs méthodes telles que, le recuit des matériaux [5], le couplage d'échange [6], les matériaux précontraints [7] et le dépôt oblique [4]. D'autre part, l'aimantation à saturation est forte dans des matériaux tels que le FeCo cristallin [8]. L'association du bore dans cet alliage permet de le rendre plus doux, amorphe et permet ainsi d'induire une anisotropie uniaxiale dans le plan sans trop altérer l'aimantation à saturation [9]. Dans ce cadre, nous avons étudié des couches minces de $Fe_{43}Co_{43}B_{14}$ [10] en faisant varier l'angle d'incidence sur le substrat lors du dépôt. Nous avons choisi cette méthode car elle est efficace et facile pour ajuster le champ d'anisotropie [11]. Différentes études ont déjà montré l'effet du bore et des conditions de dépôt [4], [12], [13], [14]. Un résultat important lors de l'élaboration des films par incidence oblique est la formation de structures en colonnes. En raison de l'effet d'ombrage et de la diffusion de surface limitée, le dépôt oblique d'un film magnétique entraîne la formation de colonnes qui tendent à fusionner dans la direction

perpendiculaire au plan de dépôt. La structure colonnaire des grains induit ainsi une anisotropie magnétique à travers l'anisotropie de forme de ces grains. De plus, la texture cristalline des échantillons doit être prise en compte [15].

Chengyi et al. [12] ont démontré récemment dans leurs études, la pertinence d'utiliser l'alliage FeCoB dans la méthode de dépôt à incidence oblique afin d'obtenir des propriétés magnétiques accordables et intéressantes. En utilisant cette méthode et en considérant une concentration en bore de 3.2%, ils ont pu augmenter la fréquence de résonance de 2.83 à 9.71 GHz. D'autre part, Li et al. [4] ont également observé une augmentation de fréquence de 1.89 à 5.12 GHz en utilisant un alliage de FeCoB-ZNO. Ces deux études ont montré que quel que soit l'angle d'incidence oblique, l'axe facile se situe dans le plan d'incidence. L'intérêt et l'originalité de notre travail sont l'utilisation d'une concentration assez importante en bore de 14% couplée à l'optimisation des conditions de dépôt. En outre, la ségrégation inter granulaire du bore sur les joints de grains rend chaque colonne séparée et donc isolée [16].

D'autre part, des dispositifs possédant des performances hyperfréquences optimales nécessitent un bon contrôle de l'amortissement de l'aimantation. Il est ainsi nécessaire d'étudier la dynamique de l'aimantation pour connaître la nature des processus de relaxation intervenant dans cet amortissement. Pour cela, nous avons utilisé deux méthodes. La technique de la monospire qui nous permet d'obtenir des spectres en fréquence de la perméabilité complexe et d'extraire plusieurs paramètres (fréquence de résonance, niveau de perméabilité, aimantation effective et facteur d'amortissement) et de déduire le champ d'anisotropie dynamique H_k^{dyn} . La résonance ferromagnétique est l'autre méthode utilisée qui permet d'étudier et discriminer les contributions à la relaxation magnétique et en plus de déterminer d'une manière précise les anisotropies magnétiques du système.

Le chapitre 1 introduit des rappels sur les notions de bases du magnétisme. Nous présentons les différents termes d'anisotropies, d'énergie et le modèle de l'aimantation statique avant de développer les aspects théoriques de la dynamique de l'aimantation. Le chapitre 2 est dédié aux méthodes d'élaboration et de caractérisation des couches minces. Nous présentons tout d'abord la technique d'élaboration étudiée durant cette thèse. Puis, nous abordons les techniques de caractérisation structurale, morphologique et magnétique. Nous nous sommes concentrés pour chacune d'elles sur les paramètres utiles à nos études et sur les méthodes

nécessaires pour l'extraction de ces paramètres. Dans le chapitre 3, nous décrivons l'optimisation des conditions de dépôt effectué par pulvérisation cathodique (magnétron sputtering). Nous nous sommes intéressés à étudier l'effet de l'orientation du substrat lors du dépôt sur les propriétés structurales et magnétiques des quatre échantillons de $\text{FeCoB}_{(\alpha=0^\circ, 25^\circ, 45^\circ \text{ et } 75^\circ)}/\text{SiO}_2$ en fixant les conditions des dépôts (puissance, pression, temps du dépôt...). Dans la première partie du chapitre, les propriétés magnétiques statiques ont été caractérisées par magnétométrie à échantillon vibrant (VSM) et les propriétés magnétiques dynamiques ont été caractérisées par les techniques de perméabilité en cellule monospire et de la résonance ferromagnétique. A l'aide de ces deux dernières techniques, nous avons observé l'évolution des paramètres magnétiques dynamiques. Ces paramètres ont également été comparés avec les paramètres dynamiques statiques obtenus à l'aide du VSM. Dans ce cadre, des simulations théoriques ont été réalisées pour affiner la compréhension des phénomènes. Dans une deuxième partie, nous avons réalisé une étude structurale, magnétique statique et dynamique par la méthode en monospire sur une série d'échantillons de différentes épaisseurs pour chacun des angles d'incidence de dépôt.

Enfin, dans le chapitre 4, nous avons exploré l'intérêt d'intégrer ces couches minces ferromagnétiques dans des surfaces absorbantes. Un état de l'art permettant d'introduire le contexte applicatif des absorbants électromagnétiques est exposé. Ensuite, nous avons étudié différentes structures d'absorbants dans le but de mettre en évidence un couplage entre l'absorption naturelle de l'absorbant et celle de la couche ferromagnétique liée à l'accroissement important des pertes à proximité de la fréquence de la résonance.

Chapitre 1. Généralités sur le magnétisme et dynamique de l'aimantation

1. Généralités sur le magnétisme et dynamique de l'aimantation

Ce chapitre commence par des rappels sur l'origine et les notions de bases de magnétisme. Ces notions ont été traitées dans des nombreux ouvrages, nous introduisons donc ces notions d'une façon limitée. Nous définissons ainsi les différents termes d'anisotropies puis nous présentons brièvement les domaines magnétiques. Nous abordons ensuite le modèle de Stoner-Wohlfarth qui décrit la réponse de l'aimantation soumis à un champ magnétique statique. Enfin, nous décrivons les aspects dynamiques à travers une présentation du modèle LLG et des effets de la relaxation magnétique.

1.1 Le magnétisme

1.1.1 Les différentes formes des matériaux magnétiques

La susceptibilité magnétique notée χ est la grandeur qui permet de déduire la réponse du champ appliqué sur le matériau. L'aimantation s'écrit de la forme $\vec{M} = \chi \vec{H}$. L'énergie Zeeman représente l'interaction entre le champ statique \vec{H} appliqué et le vecteur d'aimantation du matériau \vec{M} . L'interaction tend à aligner l'aimantation dans la direction du champ afin de minimiser l'énergie du système. L'énergie Zeeman est présentée par :

$$E_Z = -\vec{M} \cdot \vec{H} \quad (1.1)$$

Néanmoins, en appliquant un champ magnétique \vec{H} , les matériaux magnétiques ne réagissent pas de la même façon.

1.1.1.1 Diamagnétisme

Dans un matériau diamagnétique les atomes ne possèdent pas de moment magnétique. Dans une approche semi-classique, lors de l'application d'un champ magnétique extérieur, le mouvement orbital des électrons est modifié. Il en résulte une polarisation magnétique ainsi qu'une faible aimantation de sens opposé au champ extérieur (fig. 1.1 a). Les matériaux diamagnétiques se caractérisent ainsi par une susceptibilité négative et indépendante de la

température. Le phénomène du diamagnétisme, de faible intensité, est négligeable par rapport aux autres phénomènes magnétiques mais il est présent dans tous les matériaux.

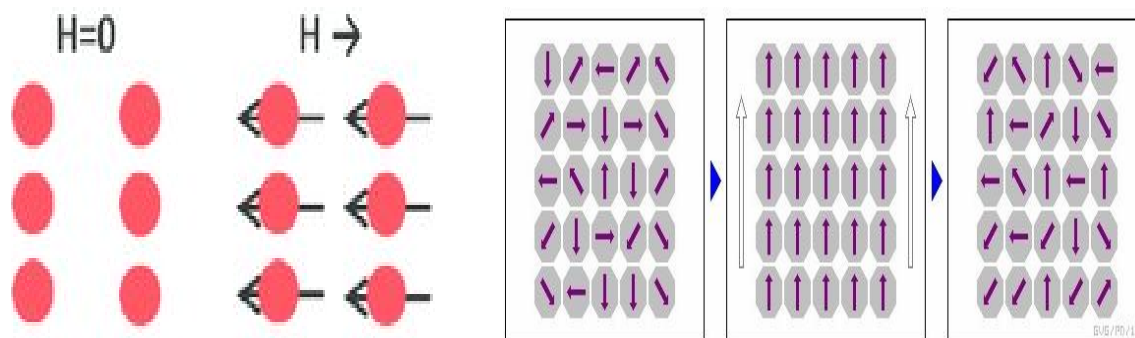


Figure 1.1 a) Illustration schématique d'une substance diamagnétique sans champ (A gauche) et soumise à un champ magnétique externe [17]. b) Arrangement désordonné (A gauche et A droite) et ordonné (Au milieu) suivant le champ d'une substance paramagnétique.

1.1.1.2 Paramagnétisme

En absence de champ, les matériaux paramagnétiques possèdent un moment magnétique total nul : chaque atome possède un moment magnétique mais, à température ambiante, les moments ont un arrangement désordonné (fig. 1.1 b) qui provient de l'agitation thermique. Lorsqu'on applique un champ magnétique extérieur, les moments magnétiques s'alignent dans la direction du champ. Ainsi, la susceptibilité magnétique est positive pour ce type de matériaux.

Le paramagnétisme et le diamagnétisme n'existent qu'en présence d'un champ magnétique.

1.1.1.3 Ferromagnétisme et interaction d'échange

Dans un matériau ferromagnétique, tous les moments interagissent entre eux et chaque moment atomique s'aligne avec le moment atomique voisin. Cette interaction, appelée interaction d'échange [18], résulte du principe d'exclusion de Pauli. L'énergie d'échange entre les spins de deux atomes voisins (i,j) est exprimée par la relation suivante :

$$E_{ech} = - \sum_{i,j}^{i \neq j} J_{ij} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (1.2)$$

J_{ij} est l'intégrale d'échange entre deux spins voisins et caractérise le degré de recouvrement des orbitales atomiques. L'ordre ferromagnétique est défini pour des valeurs positives (spins alignés parallèles). L'interaction agit à courte portée et elle est négligeable au-delà de deux à

trois distances interatomiques. Elle ne permet qu'une faible dispersion angulaire entre deux moments magnétiques adjacents. La distance caractéristique de cette interaction est la longueur d'échange :

$$\delta_{\text{ex}} = \sqrt{\frac{A}{2\pi M_s^2}} \quad (1.3)$$

Où A est la constante d'échange déduite de l'intégrale d'échange. δ_{ex} est de l'ordre de 5 nm pour le cobalt pur [19] par exemple.

En l'absence d'un champ appliqué il existe un arrangement des moments dans des géométries complexes (aléatoires) (fig. 1.2), appelées domaines magnétiques (voir paragraphe 1.3). L'énergie du système diminue en raison de cet arrangement. Lorsqu'un champ magnétique externe est appliqué sur un matériau ferromagnétique, les domaines magnétiques suivent la direction du champ d'une façon progressive (fig. 1.2).

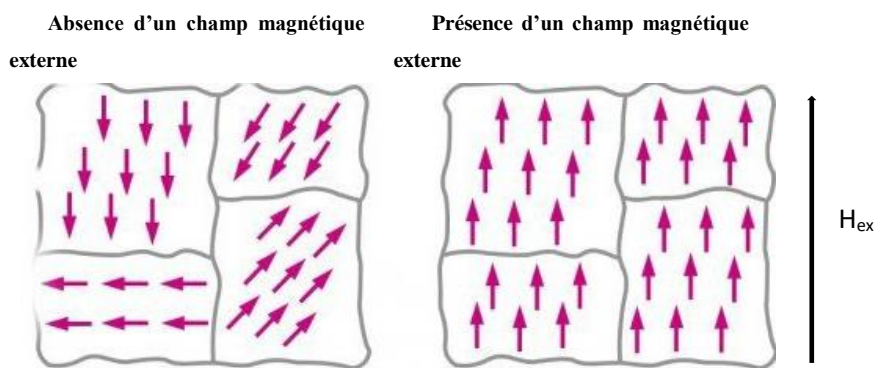


Figure 1.2 Arrangement aléatoire (A gauche) et ordonné (A droite) respectivement en absence et en présence d'un champ magnétique externe d'une substance ferromagnétique.

Le matériau est magnétiquement doux dans le cas où l'aimantation s'aligne facilement en présence du champ. Les cycles d'hystérésis de ces matériaux sont étroits et donc ils présentent des champs coercitifs faibles. Généralement, ces matériaux ont des susceptibilités élevées, positives et dépendent de la température. Dans le cas où l'aimantation nécessite un champ plus important pour l'alignement, le matériau est alors un ferromagnétique dur. Les cycles d'hystérésis de ces matériaux sont larges avec des champs coercitifs élevés. Ils sont souvent utilisés pour réaliser des aimants permanents par exemple.

Les interactions d'échanges des matériaux ferromagnétiques entrent en compétition avec l'agitation thermique. A une température, dite température de Curie T_c , l'ordre magnétique dû

aux interactions d'échanges disparaît, l'agitation thermique dans ce cas conduit à des matériaux paramagnétiques.

1.1.1.4 Antiferromagnétisme

L'intégrale d'échange est négative dans ce cas et les moments des sous-réseaux qui constituent le matériau sont couplés d'une façon antiparallèle. La compensation des moments magnétiques de ces deux sous réseaux équivalents donne un moment magnétique nul et il n'existe plus d'aimantation spontanée. Les matériaux antiferromagnétiques se comportent comme des matériaux paramagnétiques pour une température au-dessous d'une température de Néel (fig. 1.3).

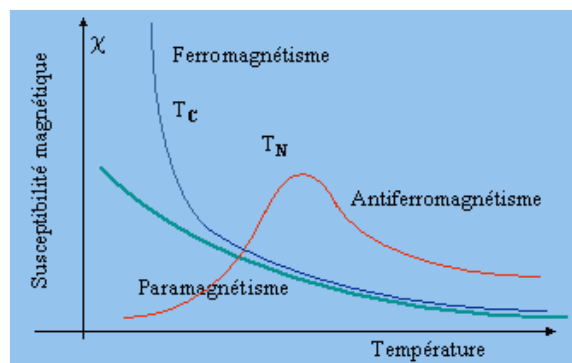


Figure 1.3 Variation de la susceptibilité magnétique de divers solides en fonction de la température [20].

1.1.1.5 Ferrimagnétisme :

Contrairement au cas de l'antiferromagnétisme, les moments magnétiques résultants de deux sous réseaux ne sont pas compensés et il en résulte une aimantation spontanée.

1.2 Anisotropies magnétiques

Dans cette partie nous allons présenter les différentes anisotropies magnétiques et leurs termes d'énergies associées. Nous allons considérer le système de coordonnées suivant (fig. 1.4).

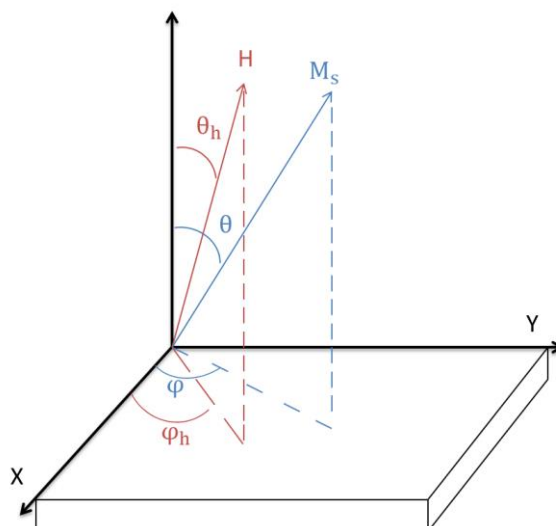


Figure 1.4 Système de coordonnées d'une couche mince.

1.2.1 Anisotropie magnétocristalline

L'anisotropie magnétocristalline résulte des interactions entre les moments magnétiques et le champ cristallin par l'intermédiaire du couplage spin-orbite et du couplage spin-réseau. L'énergie magnétocristalline favorise (défavorise) l'alignement de l'aimantation suivant certains axes du réseau cristallin, les axes de facile (difficile) aimantation. Il existe plusieurs formes d'anisotropie magnétocristalline qui diffèrent selon la nature du matériau. Les plus courantes sont l'anisotropie uniaxiale et l'anisotropie cubique.

1.2.1.1 Anisotropie Uniaxiale

Dans le cas des cristaux hexagonaux comme le cobalt, l'anisotropie magnétocristalline se situe suivant l'axe c. Si l'axe facile est suivant l'axe Ox alors, selon les conventions de la figure (1.4), l'énergie magnétocristalline uniaxiale est exprimée par :

$$E_{mc}^{uni} = -K_u \sin^2 \theta \cos^2 \varphi \quad (1.4)$$

K_u étant la constante d'anisotropie uniaxiale. Dans le plan de la couche ($\theta = 90^\circ$), l'énergie est minimale quand l'aimantation est suivant l'axe facile ($\varphi = 0$).

1.2.1.2 Anisotropie cubique

Pour des cristaux de symétrie cubique comme le fer ou le nickel, l'énergie qui satisfait aux conditions de symétrie est la suivante :

$$E_{\text{cub}}^{\text{ani}} = K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_1^2\alpha_3^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2) + K_2(\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2) + \dots \quad (1.5)$$

Où α_i désignent les cosinus directeurs de l'aimantation \vec{M} et K_i les constantes d'anisotropies.

$$\alpha_1 = \frac{M_x}{M_S} = \sin \theta \cos \varphi, \alpha_2 = \frac{M_y}{M_S} = \sin \theta \sin \varphi, \alpha_3 = \frac{M_z}{M_S} = \cos \theta \quad (1.6)$$

En remplaçant ces coefficients dans l'équation (1.6), on obtient au premier ordre :

$$E_{\text{cub}}^{\text{ani}} = K_1 \sin^2 \theta (\cos^2 \theta + \sin^2 \theta \cos^2 \varphi \sin^2 \varphi) \quad (1.7)$$

K_1 peut être positif (Fe) ou négatif (Ni).

1.2.2 Anisotropie magnétostrictive – Energie magnétoélastique

Le cristal soumis à un champ magnétique subit une déformation : ceci correspond au phénomène de magnétostriction. Inversement, un cristal soumis à une contrainte élastique σ va subir une modification de son état d'aimantation. L'énergie magnéto-élastique s'écrit :

$$E_{\sigma} = -\frac{3}{2}\lambda_s\sigma \cos^2 \theta \quad (1.8)$$

Avec λ_s est le coefficient de magnétostriction à saturation et θ est l'angle entre l'axe de la contrainte et l'axe de facile aimantation. λ_s est proportionnel à l'allongement relatif $\Delta l/l$.

La magnétostriction est forte dans les composés à base de terres rares (2000 ppm) et varie dans les matériaux d'alliage amorphe doux comme le FeCoB selon les conditions du dépôt et le pourcentage du Bore (fig. 1.5).

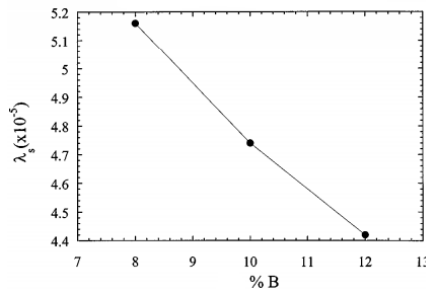


Figure 1.5 Variation de la saturation de la magnétostriction en fonction du pourcentage du Bore [21].

1.2.3 Energie dipolaire (magnétostatique)

Les moments magnétiques du matériau subissent l'interaction dipolaire magnétique de longue portée qui les fait interagir. Ces interactions aboutissent à la création d'un champ interne démagnétisant qui s'oppose au champ appliqué. Elles sont en grand partie responsables de l'apparition des domaines magnétiques et de l'anisotropie de forme. Ce champ démagnétisant a pour expression.

$$\vec{H}_d = -[N]\vec{M} \quad (1.9)$$

$[N]$ est un tenseur d'ordre 2.

Des formules analytiques pour certaines géométries permettent de calculer les composantes, par exemple les formules d'Aharoni [22] pour les parallélépipèdes et ellipsoïde par Osborn [23]. Le tenseur a la forme suivante :

$$N = \begin{pmatrix} N_x & 0 & 0 \\ 0 & N_y & 0 \\ 0 & 0 & N_z \end{pmatrix} \quad (1.10)$$

N_x , N_y et N_z sont les coefficients démagnétisants. La somme de ces trois composantes vaut 4π en CGS (1 en SI). Dans le cas d'une sphère (fig. 1.6), ces coefficients sont : $N_x = N_y = N_z = 4\pi/3$. Pour une couche mince à aimantation uniforme (fig. 1.6), l'axe z étant considéré perpendiculaire au plan, l'épaisseur est très faible par rapport à la surface et donc l'aimantation est planaire. Les valeurs des coefficients dans ce cas sont : $N_x = N_y \cong 0$ et $N_z = 4\pi$.

L'énergie magnétostatique, appelée aussi énergie dipolaire ou énergie démagnétisante, a pour expression générale :

$$E_d = -\frac{1}{2} \vec{M} \cdot \vec{H}_d = -\frac{1}{2} \vec{M} \cdot [N]\vec{M} \quad (1.11)$$

$$E_d = \frac{1}{2} M_S^2 (N_x \sin^2 \theta \cos^2 \varphi + N_y \sin^2 \theta \sin^2 \varphi + N_z \cos^2 \theta) \quad (1.12)$$

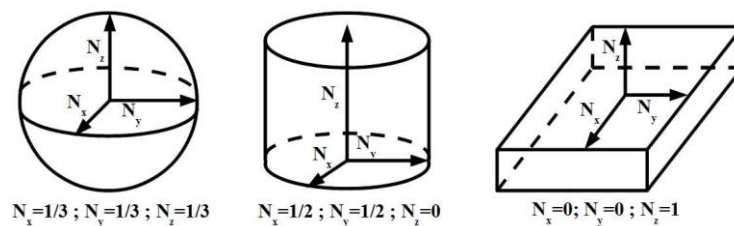


Figure 1.6 Illustration schématique des coefficients démagnétisants (en SI) suivant les directions, Ox , Oy et Oz pour 3 géométries : sphérique, cylindrique et planaire [24].

1.2.4 Anisotropie induite

Dans les matériaux nanocristallins ou amorphes et donc en l'absence d'ordre cristallin à grande distance, il peut exister une anisotropie magnétocristalline locale qui devient négligeable quand la taille des grains diminue. En revanche, il existe souvent un axe d'anisotropie uniaxiale induit dans le plan de la couche dont l'origine résulte du procédé de fabrication (au cours du dépôt ou par traitement thermique après dépôt).

1.2.4.1 Anisotropie magnétiquement induite

Le plus souvent, l'anisotropie induite est imputable à la présence d'un champ magnétique statique. On parle alors d'anisotropie magnétique induite, cette anisotropie étant de nature magnétoélastique [25]. C'est une anisotrope de type uniaxiale, dont l'énergie s'écrit :

$$E_{\text{ind}}^{\text{uni}} = K_{\text{u}}^{\text{ind}} \sin^2 \theta \cos^2 \varphi \quad (1.13)$$

Avec $K_{\text{u}}^{\text{ind}}$ étant la constante d'anisotropie associée et selon les conventions de la figure (1.4) avec l'axe facile suivant l'axe Ox .

1.2.4.2 Anisotropie d'incidence oblique

Lors de la réalisation d'un dépôt sous incidence oblique, une anisotropie oblique est créée [26] [27]. Cette anisotropie est une anisotropie de forme (magnétostatique) due à la formation d'une structure colonnaire qui peut être suivie d'une coalescence des colonnes entre elles dans une direction perpendiculaire au plan d'incidence. L'orientation des colonnes est déterminée par le flux incident du dépôt [28] :

$$\tan \alpha = 2 \tan \beta \quad (1.14)$$

Où β est l'angle entre l'axe des colonnes et la normale à la couche α l'angle d'incidence du dépôt.

Dans le cas des couches minces non magnétostrictives ou présentant une magnétostriction faible, les mesures des constantes d'anisotropies faites dans le plan de la couche montrent que la direction de l'axe facile dans le plan de la couche dépend de l'angle α . Cet axe est perpendiculaire ou parallèle au plan d'incidence respectivement pour des valeurs de α faibles ou fortes. Ce changement d'orientation décrit pour la première fois par Hara [29] est dû à une compétition entre deux anisotropies uniaxiales, l'anisotropie K_{uB} dirigée suivant l'axe des colonnes et l'anisotropie K_{uA} dont l'axe est perpendiculaire au plan d'incidence du dépôt :

$$K_u^{\text{oblique}} = K_{uA} - K_{uB} \sin^2 \beta \quad (1.15)$$

La constante d'anisotropie uniaxiale K_u^{oblique} dépend du degré de coalescence des colonnes. La constante d'anisotropie K_{uA} est liée fortement au rapport d/D , d étant la distance entre les colonnes et D étant le diamètre des colonnes [30], [31].

1.3 Les domaines magnétiques :

La notion de structure en domaine magnétique a été introduite par P. Weiss en 1907 [32]. Un domaine magnétique est un espace dans lequel tous les moments magnétiques sont alignés. La création de domaines magnétiques permet de minimiser l'énergie totale. Entre les domaines, il existe une paroi dans laquelle l'aimantation tourne progressivement d'une direction à l'autre. Les parois de Bloch, dans lesquelles la rotation s'effectue parallèlement au plan de la paroi (fig. 1.7 a), sont présentes dans les matériaux massifs. Pour des matériaux de faible épaisseur, et donc possédant une forte valeur de champ démagnétisant, la création de parois de Bloch n'est pas énergétiquement favorable. Des parois de Néel, dans lesquelles la rotation s'effectue dans le plan du film (fig. 1.7 b), peuvent alors être observées.

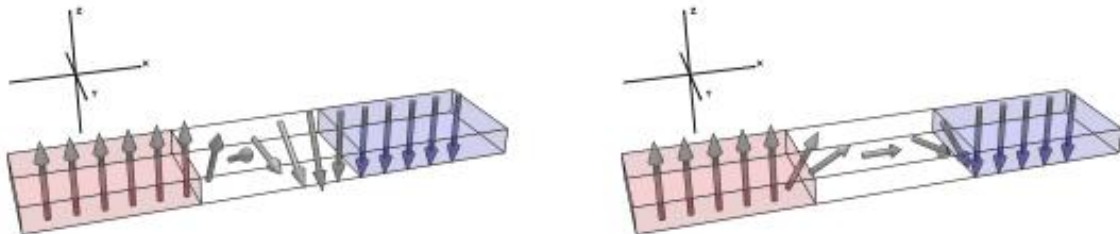
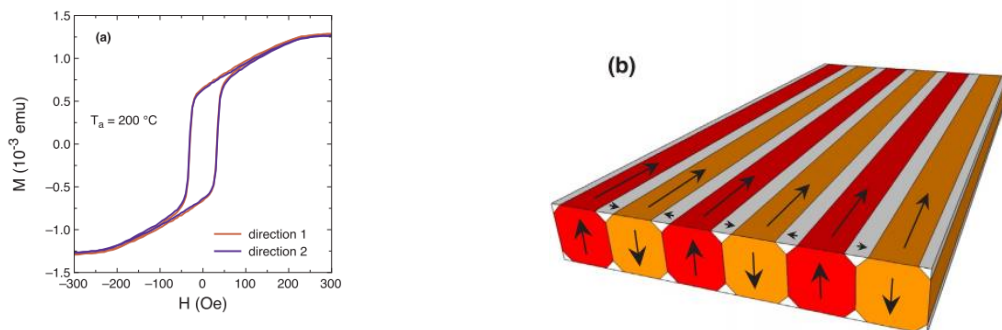


Figure 1.7 a) Paroi de Bloch et b) Paroi de Néel [33].

Quand il existe une anisotropie perpendiculaire de valeur comparable à celle de l'anisotropie de forme d'une couche mince, des « stripe domains » peuvent être créés. Leur aimantation est inclinée par rapport au plan du film, et on observe à la fois une composante dans le plan et hors plan [34] (fig. 1.8 b). Les cycles d'hystérésis sont isotropes dans le plan, de forme transcritique (fig. 1.8 a). Ces films présentent généralement une anisotropie rotatoire correspondant au fait que la composante planaire de l'aimantation de la structure peut s'aligner dans n'importe quelle direction du plan du film dans laquelle un champ magnétique suffisamment fort a été appliqué [35].



1.4 Retournement de l'aimantation : le modèle de Stoner & Wohlfarth

Les physiciens Stoner et Wohlfarth ont présenté dans les années 50 un modèle qui permet de décrire simplement le phénomène de renversement de l'aimantation d'un corps ferromagnétique sous l'action d'un champ magnétique [36]. Dans ce modèle, l'aimantation est supposée uniforme (tous les moments magnétiques sont dirigés dans le même sens et dans la même direction) et identique à celle d'un spin (approximation macrospin). Le modèle ainsi considéré est un modèle à rotation cohérente des moments magnétiques. Ce modèle de Stoner Wohlfarth appliqué dans les faibles dimensions (dizaine de nm) est une approche énergétique de minimisation de l'énergie du système. Dans sa forme la plus simple, l'énergie totale du système d'une couche mince à anisotropie uniaxiale planaire dépend uniquement de deux contributions: l'énergie Zeeman et l'énergie d'anisotropie uniaxiale.

Elle s'écrit alors, si l'axe facile est suivant l'axe Ox et l'aimantation dans le plan xOy, selon les conventions de la figure (1.4).

$$E_t = -M_s H \cos(\varphi - \varphi_h) - K_u \cos^2 \varphi \quad (1.16)$$

L'état d'équilibre de ce système est obtenu pour :

$$\frac{\partial E_t}{\partial \varphi} = M_s H \sin(\varphi - \varphi_h) + 2K_u \sin \varphi \cos \varphi = 0 \quad (1.17)$$

Le minimum d'énergie est obtenu en ajoutant la condition :

$$\frac{\partial^2 E_t}{\partial \varphi^2} = M_s H \cos(\varphi - \varphi_h) + 2K_u \cos 2\varphi \geq 0 \quad (1.18)$$

Pour une direction du champ magnétique donnée (φ_h), on peut déterminer analytiquement les positions d'équilibre de l'aimantation et tracer les courbes d'aimantations. Deux résultats sont intéressants lorsque le champ appliqué est respectivement parallèle et perpendiculaire à l'axe facile soit pour $\varphi_h = (0^\circ, 180^\circ)$ et $\varphi_h = 90^\circ$. En effet, l'équation pour ces angles présente une solution simple. Lorsque le champ est dirigé suivant l'axe facile $\varphi_h = 0^\circ$, la courbe d'aimantation présente une forme rectangulaire entre $H_U = 2K_u/M_s$ et $-H_U$, le retournement de l'aimantation se produisant brutalement pour $H = \pm H_U$ (fig. 1.9 a). Lorsque le champ est appliqué selon l'axe difficile $\varphi_h = 90^\circ$ (fig. 1.9 b), le retournement d'aimantation est linéaire en H pour H compris entre H_U et $-H_U$.

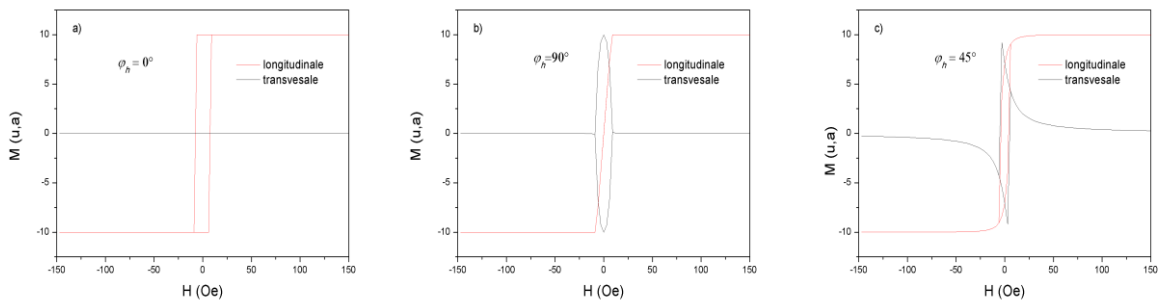


Figure 1.9 Cycles d'hystérésis théoriques du modèle de Stoner & Wohlfarth uniaxial.

Les composantes transverses sont respectivement nulles pour $\varphi = 0^\circ$ et maximales pour $\varphi = 90^\circ$.

1.5 La dynamique de l'aimantation

1.5.1 Précession gyromagnétique : Equation de mouvement de l'aimantation

Le premier modèle dynamique de mouvement précession de l'aimantation a été proposé par Landau et Lifshitz en 1935 [37]. Ce modèle est basé sur l'approximation macrospin et prend en compte différentes anisotropies par l'intermédiaire d'un champ effectif moyen. Ce dernier est constitué de plusieurs contributions (champ d'anisotropie, magnétocristalline, surface..) et il est lié à l'énergie libre E par unité de volume :

$$\vec{H}_{\text{eff}} = -\vec{\nabla}_{\vec{M}} \cdot E \quad (1.19)$$

L'équation Landau-Lifshitz (LL) s'écrit alors par :

$$\frac{\partial \vec{M}}{\partial t} = -\gamma \vec{M} \times \vec{H}_{\text{eff}} \quad (1.20)$$

Où γ est le rapport gyromagnétique lié au couplage spin-orbite qui vaut :

$$\gamma = \frac{-ge}{2m_e} \quad (1.21)$$

Avec g est le facteur de Landé, e et m_e sont respectivement la charge et la masse de l'électron.

Afin de tenir compte des processus dissipatifs qui ramènent l'aimantation vers sa position d'équilibre (fig. 1.10 b), Landau et Lifshitz ont introduit de façon phénoménologique un second terme dans l'équation (1.22) qui devient :

$$\frac{\partial \vec{M}}{\partial t} = -\gamma \vec{M} \times \vec{H}_{\text{eff}} - \frac{\lambda}{M_S^2} \vec{M} \times (\vec{M} \times \vec{H}_{\text{eff}}) \quad (1.22)$$

Où $\lambda > 0$ est une constante d'amortissement phénoménologique caractéristique du matériau.

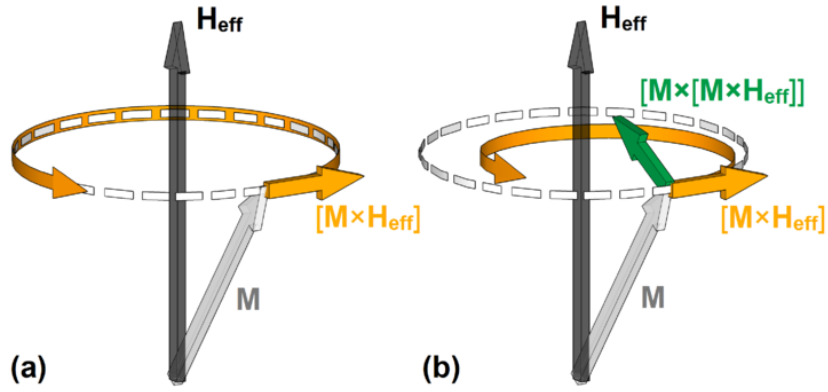


Figure 1.10 Illustration du mouvement de précession d'aimantation a) sans amortissement et b) avec amortissement [38].

Plus tard, Gilbert [39] a proposé une autre formulation de l'équation (1.22). L'équation ainsi développée par Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) se formule de la manière suivante :

$$\frac{\partial \vec{M}}{\partial t} = -\gamma \vec{M} \times \vec{H}_{\text{eff}} + \frac{\alpha}{M_s} (\vec{M} \times \frac{\partial \vec{M}}{\partial t}) \quad (1.23)$$

Le second terme décrit la relaxation à l'échelle locale. Le facteur d'amortissement α dépend du matériau utilisé. L'équation de LLG est la plus utilisée aujourd'hui et c'est celle que nous avons utilisée dans cette thèse.

1.5.2 Oscillations forcées et résonance ferromagnétique.

Considérons un système ferromagnétique plongé dans un milieu excitateur ayant un champ radiofréquence \vec{h}_{rf} sinusoïdale de faible amplitude. L'aimantation et le champ magnétique effectif dans ce cas possèdent une contribution statique et une contribution dynamique.

$$\vec{M} = \vec{M}_0 + \vec{m} \quad (1.24)$$

$$\vec{H}_{\text{eff}} = -\vec{\nabla}_{\vec{M}} \cdot E + \vec{h}_{\text{rf}} = \vec{H}_{\text{eff}0} + \vec{h}_{\text{rf}} \quad (1.25)$$

\vec{m} représente l'écart de faible amplitude à la configuration magnétique à l'équilibre.

Dans un premier temps, nous allons considérer l'équation dynamique LL (1.20) de l'aimantation sans amortissement linéarisé:

$$\frac{d\vec{m}}{dt} = -\gamma (\vec{M}_0 \times \vec{h}_{\text{rf}} + \vec{m} \times \vec{H}_{\text{eff}0}) \quad (1.26)$$

Le champ radiofréquence \vec{h}_{rf} admet comme réponse dynamique une aimantation \vec{m} proportionnelle au tenseur de la susceptibilité magnétique.

$$\vec{m} = \bar{\chi} \vec{h}_{rf} \quad (1.27)$$

La composante de la susceptibilité est mesurée en général selon la direction du champ excitateur :

$$\bar{\chi} = \frac{\vec{m} \cdot \vec{h}_{rf}}{\|\vec{h}_{rf}\|^2} \quad (1.28)$$

Si le champ radiofréquence est de la forme $\vec{h}_{rf} = \vec{h}_0 e^{i(\vec{k} \cdot \vec{r} - \omega t)}$. Les solutions de l'équation seront sous la forme harmonique $\vec{m} = \vec{m}_0 e^{i(\vec{k} \cdot \vec{r} - \omega t)}$.

L'équation (1.26) peut s'écrire sous la forme suivante en supposant que le champ \vec{H}_{eff0} est suivant l'axe des z

$$\begin{cases} \frac{dm_x}{dt} = -\gamma(-M_0 h_y + m_y H_{eff0}) \\ \frac{dm_y}{dt} = -\gamma(M_0 h_x - m_x H_{eff0}) \\ \frac{dm_z}{dt} = 0 \end{cases} \quad (1.29)$$

La résolution de ce système s'écrit de manière tensorielle :

$$\begin{bmatrix} h_x \\ h_y \end{bmatrix} = \frac{4\pi}{f_M} \begin{bmatrix} f_0 & -if \\ if & f_0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} m_x \\ m_y \end{bmatrix} \quad (1.30)$$

Où $f_M = \frac{\gamma}{2\pi} 4\pi M_s$ et $f_0 = \frac{\gamma}{2\pi} H_{eff0}$ et on a remplacé M_0 par M_s car le système est faiblement perturbé.

La résonance est obtenue lorsque le déterminant de la matrice s'annule, c'est-à-dire pour $f = f_0$. La relation inversée nous permet d'obtenir :

$$\begin{bmatrix} m_x \\ m_y \end{bmatrix} = \bar{\chi}_p \begin{bmatrix} h_x \\ h_y \end{bmatrix} \quad (1.31)$$

Où $\bar{\chi}_p$ représente le tenseur de polder.

$$\bar{\chi}_p = \begin{bmatrix} \chi' & i\chi'' \\ -i\chi'' & \chi' \end{bmatrix} \quad (1.32)$$

Avec :

$$\chi' = \frac{f_0 f_M}{f_0^2 - f^2} \quad (1.33)$$

$$\chi'' = \frac{ff_M}{f_0^2 - f^2} \quad (1.34)$$

Le tenseur de susceptibilité décrit un mouvement uniforme sans perte. A la résonance, les composantes de la susceptibilité divergent. Afin de supprimer cette singularité il faut prendre en compte l'amortissement.

1.5.3 Calcul de la susceptibilité dynamique avec amortissement.

En prenant en considération l'amortissement, nous allons déterminer la susceptibilité ainsi que la perméabilité dans le cas où le système est soumis à des pertes magnétiques. Pour cela, l'équation LLG (1.22), dans laquelle les équations (1.23) et (1.24), ont été introduites, est linéarisée en considérant que le champ hyperfréquence de faible amplitude \vec{h}_{rf} est dans le plan Oxy et qu'il existe des petites oscillations de \vec{m} autour de sa position d'équilibre $(\theta_{eq}, \varphi_{eq})$.

L'expression de \vec{m} est :

$$\vec{m} = M_s \begin{pmatrix} \cos \theta_{eq} \cos \varphi_{eq} & -\sin \theta_{eq} \sin \varphi_{eq} \\ \cos \theta_{eq} \sin \varphi_{eq} & \sin \theta_{eq} \cos \varphi_{eq} \\ -\sin \theta_{eq} & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \Delta\theta \\ \Delta\varphi \end{pmatrix} \quad (1.35)$$

Avec $\Delta\theta$ et $\Delta\varphi$ des variations élémentaires des angles polaires.

Après développement [annexe B de la référence Bonneau [40]], l'équation LLG peut s'écrire sous forme matricielle :

$$\begin{bmatrix} \Delta\theta \\ \Delta\varphi \end{bmatrix} = [LLG1(f)] \begin{bmatrix} h_x \\ h_y \end{bmatrix} \quad (1.36)$$

Avec

$$[LLG1(f)] = \frac{M_s}{\Delta} \begin{bmatrix} \frac{E_{\varphi\varphi}}{\sin \theta_{eq}} + \frac{i\alpha 2\pi f M_s \sin \theta_{eq}}{\gamma} & -\frac{E_{\theta\varphi}}{\sin \theta_{eq}} + \frac{i2\pi f M_s}{\gamma} \\ -\frac{E_{\theta\varphi}}{\sin \theta_{eq}} - \frac{i2\pi f M_s}{\gamma} & \frac{E_{\theta\theta}}{\sin \theta_{eq}} + \frac{i\alpha 2\pi f M_s}{\gamma \sin \theta_{eq}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \frac{\cos \theta_{eq}}{\sin \theta_{eq}} \cos \varphi_{eq} & \frac{\cos \theta_{eq}}{\sin \theta_{eq}} \sin \varphi_{eq} \\ -\sin \varphi_{eq} & \cos \varphi_{eq} \end{bmatrix} \quad (1.37)$$

Où E_{ij} représentent les dérivées angulaires secondes de E . L'équation (1.35) permet d'obtenir l'expression de la susceptibilité :

$$\vec{m} = M_s \begin{pmatrix} \cos \theta_{eq} \cos \varphi_{eq} & -\sin \theta_{eq} \sin \varphi_{eq} \\ \cos \theta_{eq} \sin \varphi_{eq} & \sin \theta_{eq} \cos \varphi_{eq} \\ -\sin \theta_{eq} & 0 \end{pmatrix} [LLG1(f)] \vec{h}_{rf} = \bar{\chi} \vec{h}_{rf} \quad (1.38)$$

L'expression (1.38) nous permet d'obtenir la fréquence de résonance dans le cas d'une couche ferromagnétique quelconque. Pour cela le déterminant Δ doit s'annuler c'est-à-dire :

$$\Delta = \frac{E_{\theta\theta}E_{\varphi\varphi}}{\sin^2 \theta_{eq}} - \frac{E_{\theta\varphi}^2}{\sin^2 \theta_{eq}} + i\alpha \frac{2\pi f M_s}{\gamma} \left(\frac{E_{\varphi\varphi}}{\sin^2 \theta_{eq}} + E_{\theta\theta} \right) - \left(\frac{2\pi f M_s}{\gamma} \right)^2 (1 + \alpha^2) = 0 \quad (1.39)$$

La solution de cette équation du second degré admet une racine réelle positive qui est donnée par :

$$f_r = \frac{\gamma}{2\pi M_s} \sqrt{\frac{E_{\theta\theta}E_{\varphi\varphi} - E_{\theta\varphi}^2}{(1 + \alpha^2) \sin^2 \theta_{eq}} - \frac{\alpha^2}{4(1 + \alpha^2)} \left(\frac{E_{\varphi\varphi}}{\sin^2 \theta_{eq}} + E_{\theta\theta} \right)^2} \quad (1.40)$$

En considérant que la constante d'amortissement α est petite devant 1, la formule de la fréquence de résonance s'écrit :

$$f_r = \frac{\gamma}{2\pi M_s \sin \theta_{eq}} \sqrt{E_{\theta\theta}E_{\varphi\varphi} - E_{\theta\varphi}^2} \quad (1.41)$$

Cette relation est connue comme la formule de résonance de Smit et Beljers.

Dans le cas d'une couche mince, l'aimantation reste dans le plan de la couche, on a alors $\theta = \frac{\pi}{2}$. Nous allons désormais supposer que le champ variable est appliqué dans le plan formant un angle ψ avec l'axe Ox . L'expression de la perméabilité suivant la direction du champ exciteur déduite de la susceptibilité (1.38) est :

$$\mu = 1 + 4\pi\chi = 1 + \frac{4\pi M_s^2 \left(E_{\theta\theta} + i\alpha \frac{2\pi f M_s}{\gamma} \right) \sin^2(\psi - \varphi_{eq})}{E_{\theta\theta}E_{\varphi\varphi} - E_{\theta\varphi}^2 + i\alpha \frac{2\pi f M_s}{\gamma} (E_{\varphi\varphi} + E_{\theta\theta}) - \left(\frac{2\pi f M_s}{\gamma} \right)^2 (1 + \alpha^2)} \quad (1.42)$$

Les parties réelle et imaginaire de la perméabilité peuvent être déduites en posant $\mu = \mu' - i\mu''$ et $\bar{\gamma} = \gamma/2\pi$

Avec

$$\mu'(f) = 1 + 4\pi\bar{\gamma}^2 \sin^2(\psi - \varphi_{eq}) \frac{E_{\theta\theta}(f_r^2 - (1 + \alpha^2)f^2) + \alpha^2 f^2 (E_{\varphi\varphi} + E_{\theta\theta})}{(f_r^2 - (1 + \alpha^2)f^2)^2 + \left(\frac{\alpha\bar{\gamma}}{M_s}\right)^2 (E_{\varphi\varphi} + E_{\theta\theta})^2 f^2} \quad (1.43)$$

$$\mu''(f) = 4\pi\alpha M_s \bar{\gamma} \sin^2(\psi - \varphi_{eq}) \frac{\left(\frac{\bar{\gamma}}{M_s}\right)^2 (E_{\varphi\varphi} + E_{\theta\theta}) E_{\theta\theta} - (f_r^2 - (1 + \alpha^2)f^2)}{(f_r^2 - (1 + \alpha^2)f^2)^2 + \left(\frac{\alpha\bar{\gamma}}{M_s}\right)^2 (E_{\varphi\varphi} + E_{\theta\theta})^2 f^2} \quad (1.44)$$

Nous pouvons déduire l'expression de la perméabilité dite perméabilité magnétique statique :

$$\mu'(0) = 1 + 4\pi\bar{\gamma}^2 \sin^2(\psi - \varphi_{eq}) \frac{E_{\theta\theta}}{f_r^2} \quad (1.45)$$

La largeur à mi-hauteur pour $\mu''(f) = (\mu''f_r)/2$ vaut :

$$\Delta f = \frac{\alpha\bar{\gamma}}{M_s} (E_{\varphi\varphi} + E_{\theta\theta}) \quad (1.46)$$

La résolution analytique de ce système consiste à considérer, dans nos études, les contributions suivantes : l'anisotropie uniaxiale, l'interaction de Zeeman et l'anisotropie magnétostatique. Dans ce cas des couches minces à anisotropie uniaxiale, où un champ externe statique est appliqué dans le plan de la couche suivant l'axe de facile aimantation (Ox), la position d'équilibre de l'aimantation est dirigée suivant (Ox), donc $\varphi_{eq} = \varphi_h = 0^\circ$ et $\theta_{eq} = \theta_h = 90^\circ$.

En supposant que le champ radiofréquence est faible devant le champ externe statique et $\alpha \ll 1$, nous obtenons:

$$f_r = \frac{\gamma}{2\pi} \sqrt{(4\pi M_s + H + H_k)(H + H_k)} \quad (1.47)$$

Si le champ hyperfréquence est perpendiculaire à l'axe d'anisotropie ($\psi = \pi/2$) :

$$\mu'(0) = 1 + \frac{4\pi M_s}{H + H_k} \quad (1.48)$$

et si de plus, $4\pi M_s \gg H$ et H_k , la largeur de raie Δf est:

$$\Delta f \cong \alpha \frac{\gamma}{2\pi} 4\pi M_s \quad (1.49)$$

1.5.4 Les ondes de spin.

Jusqu'à présent, nous avons uniquement étudié le mode de précession uniforme de l'aimantation sous l'effet d'un champ hyperfréquence, appelé mode FMR ($k = 0$). Or lors de leur précession, les moments magnétiques peuvent bouger en phase ($k = 0$) ou avec un certain déphasage ($k \neq 0$). Dans ce cas, on parle d'onde de spin. Le processus de propagation de ces ondes est différent selon la longueur d'onde. Pour les grandes longueurs d'onde, très supérieures à la longueur d'échange, les interactions dipolaires magnétiques entre les spins dominant par rapport aux interactions d'échange et on parle de régime magnétostatique. Dans le cas où l'énergie d'échange n'est plus négligeable ou prédominante, on parle respectivement de régime dipôle-échange ou de régime d'échange. Les trois configurations principales de l'onde de spin, MSFVW (MagnetoStatic Forward Volume Wave), MSBVW (MagnetoStatic Backward Volume Wave) et MSSW (MagnetoStatic Spin Wave), ainsi que leur relation de dispersion, avec (trait plein) et sans (pointillés) prise en compte de l'échange, sont représentées (fig. 1.11).

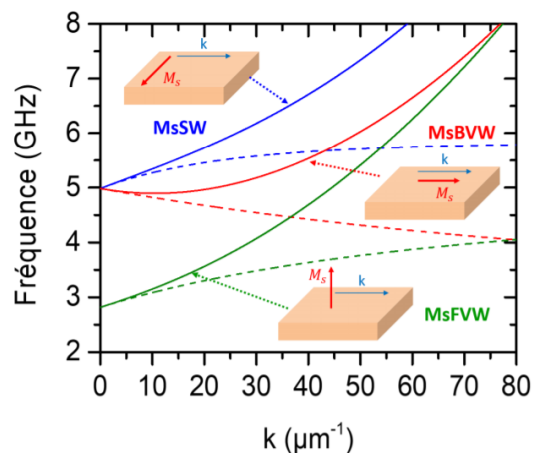


Figure 1.11 Relation de dispersion pour les trois types d'ondes magnétostatiques dans un film mince d'après M. COLLT [41].

Tous ces modes ont des vecteurs d'ondes k qui sont parallèles au plan de la couche. Dans le mode SSW (Perpendicular standing Spin Wave), que nous observerons dans cette thèse, le vecteur d'onde est parallèle à la normale du plan de la couche, les ondes subissant des réflexions aux interfaces et entrant en régime stationnaire.

1.6 La relaxation de l'aimantation :

La relaxation de l'aimantation s'effectue suivant plusieurs mécanismes directs ou indirects qui aboutissent à la dissipation de l'énergie dans le réseau cristallin (fig. 1.12). Les contributions intrinsèques ne sont pas les seuls mécanismes qui affectent le processus de relaxation. Il existe d'autres contributions dues à des défauts magnétiques et structuraux. Ces contributions sont dites extrinsèques.

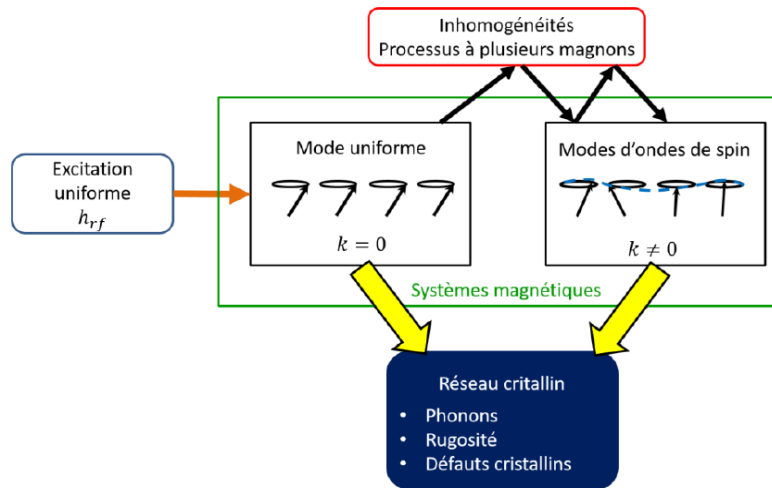


Figure 1.12 Schéma des voies principales des mécanismes de relaxation (intrinsèques et extrinsèques) dans un système ferromagnétique [41].

1.6.1 Contributions intrinsèques

1.6.1.1 Courants de Foucault

Dans les matériaux ferromagnétiques métalliques, le champ radiofréquence (\vec{h}_{rf}) crée des courants induits, appelés courants de Foucault, qui génèrent un champ induit qui s'oppose au champ exciteur. Ceci aboutit à l'atténuation de l'onde qui ne pénètre pas au-delà d'une épaisseur caractéristique appelée épaisseur de peau:

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi f \mu_r \mu_0}} \quad (1.50)$$

Avec ρ la résistivité du matériau, μ_0 la perméabilité magnétique du vide et μ_r la perméabilité relative du matériau.

Les courants de Foucault se traduisent par un amortissement effectif plus important qui peut s'exprimer analytiquement au travers de l'augmentation du coefficient α introduit dans l'équation LLG. La contribution due à des courants des Foucault s'exprime par [42] :

$$\alpha_{\text{Foucault}} = \frac{\gamma M_s \sigma}{6\pi} t_F^2 \quad (1.51)$$

Avec σ est la conductivité du matériau et t_F l'épaisseur de la couche ferromagnétique

Dans le cas du FeCoB étudié, cette contribution est négligeable.

1.6.1.2 L'amortissement de Gilbert (collision magnon-électron)

L'amortissement de Gilbert décrit dans l'équation de LLG est un paramètre phénoménologique qui caractérise l'amortissement de type visqueux du mouvement de précession de l'aimantation. Il traduit le mécanisme par lequel l'énergie (rf) est dissipée par vibration du réseau, le réseau et le spin étant relié par le couplage spin orbite. La largeur de raie due à la contribution de Gilbert s'exprime par [43] :

$$\Delta H_{\text{Gilbert}} = 1.16 \frac{\alpha_G}{\gamma \cos \beta} \omega \quad (1.52)$$

Avec β est l'angle entre l'aimantation \vec{M} et le champ magnétique statique \vec{H} et α_G la constante d'amortissement de Gilbert.

1.6.2 Contributions extrinsèques.

1.6.2.1 Diffusion à deux magnons

La contribution de diffusion à deux magnons est une contribution extrinsèque au sens où elle est due aux défauts ou aux impuretés présents dans la structure de la couche. Ces derniers sont les centres de diffusions sur lesquels des magnons en mode uniforme ($k = 0$) peuvent être diffusés pour dégénérer des magnons en mode non-uniforme ($k \neq 0$). Ce mécanisme est mis en évidence par la dépendance non linéaire, contrairement au cas de Gilbert, de la largeur de raie en fonction de la fréquence.

Selon l'approche développée par R.Arias et D.Mills [44], la largeur de raie due à la contribution à deux magnons s'écrit :

$$\Delta H_{2M} = 1.16T \sin^{-1} \frac{\sqrt{\omega^2 + (\omega_0/2)^2} - \omega_0/2}{\sqrt{\omega^2 + (\omega_0/2)^2} + \omega_0/2} \quad (1.53)$$

Où T représente la force du processus de diffusion à deux magnons et $\omega_0 = \gamma \times 4\pi M_{\text{eff}}$.

1.6.2.2 Contribution résiduelle

Il existe également une contribution extrinsèque à la relaxation magnétique due à l'inhomogénéité de la structure du film. La sonde RFM n'étant pas locale, les différentes régions résonnent à des champs distincts ce qui conduit à un élargissement des raies indépendamment de la fréquence.

Un exemple de la somme des trois contributions (Gilbert, deux magnons et ΔH_0) est représenté dans la figure (1. 13).

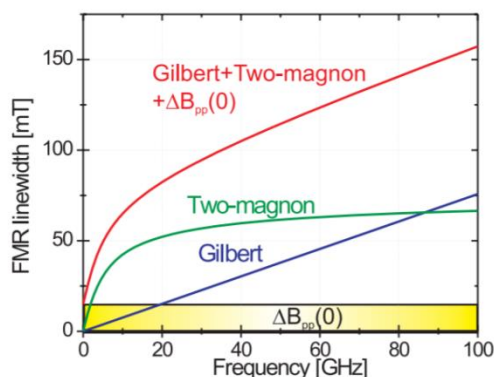


Figure 1.13 Calcul de la dépendance en fréquence de la largeur de raie pour les films minces avec l'aimantation suivant l'axe facile [45].

Chapitre 2. Techniques de caractérisation

2. Techniques de caractérisation

Dans ce chapitre, nous présentons tout d'abord la méthode d'élaboration des couches minces étudiées et quelques paramètres importants pour cette méthode. Nous abordons ensuite les différentes méthodes de caractérisation utilisées. Nous commençons dans la première partie par les techniques de caractérisation structurale et morphologique, la seconde partie décrit les techniques de caractérisation magnétique statique (VSM), électrique avec la méthode de 4 pointes et enfin les deux méthodes de caractérisation magnétique dynamiques.

2.1 Elaboration des couches minces

Les techniques de dépôt sont divisées en deux catégories principales : les techniques physiques comme la pulvérisation cathodique et les techniques chimiques comme le dépôt en phase vapeur. La pulvérisation cathodique est une technique très utilisée dans les industries pour la fabrication des composants microélectroniques avec notamment le dépôt des couches minces métalliques. La particularité de cette procédure est que les espèces ionisées de la phase plasma conduit à une énergie convenable à la réaction. Elle permet d'obtenir des films minces à des températures inférieures à 100 degrés et proches de la température ambiante.

Nous avons réalisé nos couches de FeCoB par la méthode de pulvérisation cathodique par magnétron. Ces couches ont été élaborées sur des substrats de Silicium (100).

2.1.1 Principe de la pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique [46] [47] est basée sur un procédé classique continu qui consiste à bombarder la surface de la cible par un flux des particules énergétiques, ce qui provoque l'éjection de matière. Le dispositif contient deux électrodes situées à 5 cm l'une de l'autre. L'une est la cathode reliée au pôle négatif et dont la tension génère plusieurs centaines de volts. L'autre électrode (anode) sur laquelle se repose le substrat est reliée à la masse. Le matériau cible joue le rôle d'une cathode dont les atomes éjectés seront recueillis sur le substrat. L'application d'une différence de potentiel d'au moins -300V entre les deux électrodes crée un champ électrique suffisant pour générer une décharge et conduit à l'ionisation du gaz dont la pression est de l'ordre de 0.1Pa. On crée un plasma composé de particules de gaz neutre (molécules d'argon), d'ion (Ar^+) et d'électrons. Les ions sont accélérés dans une zone proche de la cathode où les chutes de potentiel sont observées. Les autres zones ont presque le même

potentiel. Les ions incidents arrivent à la surface de la cible et la frappe avec une énergie de plusieurs KeV. Une partie de ces ions subit une réflexion par transfert de charge mais le plus souvent ces ions provoquent l'éjection des atomes de la cible par transfert de la quantité de mouvement $p = mv = (2mE)^{1/2}$. Les ions incidents entrant plus ou moins en profondeur dans la cible permettent le déplacement des autres atomes qui engendrent d'autres collisions. De ces types de collisions complexes résulte une éjection de certains de ces atomes. Le système de pompage qui se trouve dans l'enceinte à l'intérieur de chambre de dépôt permet d'obtenir des pressions de l'ordre de 10^{-7} mbar et d'avoir une atmosphère riche en gaz neutre et renouvelé. Ce système est constitué de deux pompes : une primaire et une turbo moléculaire. La pompe primaire ramène à l'intérieur de l'enceinte une pression de l'ordre de 10^{-2} mbar. La pompe turbo moléculaire qui se trouve entre la pompe primaire et l'enceinte permet d'obtenir des pressions de l'ordre de 10^{-7} mbar.

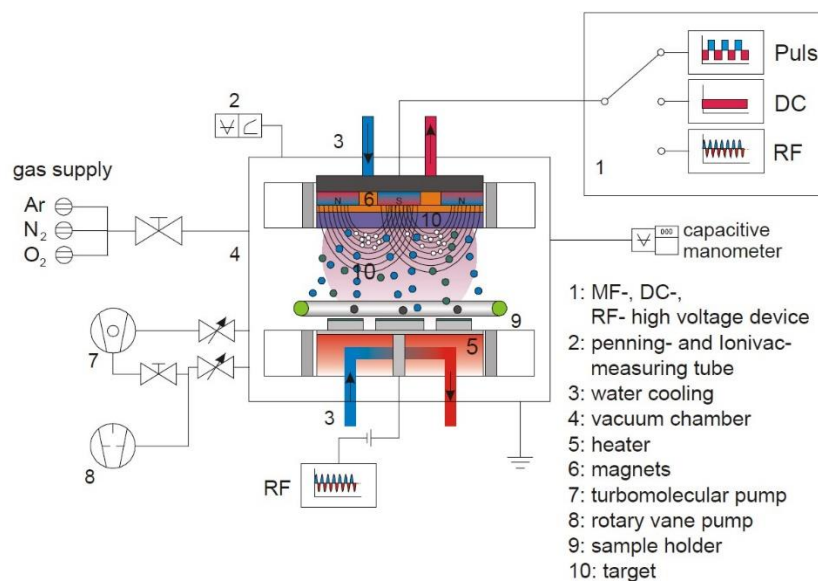


Figure 2.1 Schéma de fonctionnement de la pulvérisation cathodique assistée par magnétron [48].

2.1.1.1 L'effet du magnétron :

La pulvérisation cathodique par magnétron augmente la densité ionique au voisinage de la cible. Ce dispositif contient deux aimants permanents de polarité inverse. Un champ magnétique est créé, ce champ est transverse au champ électrique et parallèle à la surface de la cible, l'efficacité de la pulvérisation est plus importante dans ce cas. Les électrons sont piégés par les lignes de champ magnétique. En plus, les électrons suivent des trajectoires hélicoïdales

sous l'effet des forces de Lorentz induites par les lignes de champ magnétique. Le piégeage des électrons augmente leur probabilité d'entrer en collision avec les atomes d'argon à proximité de la cible, ce qui conduit à une augmentation du taux d'ionisation du plasma. Concernant les ions, ils ont bombardé directement la cathode à cause de leur masse importante. Il en résulte un accroissement de la densité de plasma proche de la cible, ce qui provoque une augmentation de la vitesse de pulvérisation et de la densité de courant sur la cathode.

Le porte substrat est polarisé indépendamment de la cible. En effet, la différence de potentiel dans le cas de magnétron est appliquée entre la cible et l'enceinte du réacteur contrairement au cas d'une pulvérisation cathodique simple où la différence de potentiel est appliquée entre les deux électrodes. La polarisation du porte substrat est plutôt négative pour que la couche soit bombardée par les ions du plasma. Ainsi l'énergie des particules sera augmentée ce qui conduit à une amélioration de la qualité de film.



Figure 2.2 a) Bâti de pulvérisation cathodique et b) Chambre de l'enceinte interne.

Les cibles pulvérisées peuvent avoir plusieurs formes : rectangulaires ou circulaires comme dans notre cas. De plus, ces cibles peuvent posséder des épaisseurs et des dimensions variables. Le matériau à déposer peut être un alliage, une céramique, un métal, etc.

Les systèmes de pulvérisations cathodiques peuvent posséder des générateurs ou des alimentations à courant continu ou bien radiofréquence. La pulvérisation à courant continu DC est un choix économique et efficace pour les dépôts conducteurs ou semi-conducteurs tels que

le Silicium ou le Carbone) mais pas pour les diélectriques. Lors de dépôts de matériaux isolants, les ions frappent la surface de la cible, leur charge reste localisée. Après un certain temps, une charge positive se forme sur la cible, les ions du plasma sont repoussés à la surface de la cible, ce qui rend impossible la poursuite du bombardement de la surface. Ainsi, il faut bombarder l'isolant simultanément par des ions positifs et des électrons. Cela nécessite une alimentation en mode RF. Le potentiel RF fournit suffisamment d'énergie aux électrons oscillants dans le champ alternatif provoquant ainsi des collisions ionisantes, une décharge ionisante est maintenue. Les ions ayant une masse non négligeable possèdent une mobilité plus petite que les électrons de masse plus faible. Pendant le demi-cycle positif, plus d'électrons atteignent la surface de la cible isolante que d'ions positifs pendant le demi-cycle négatif. Une cible isolante se comporte comme un condensateur entre deux électrodes. La capacité permet que l'électrode soit chargée négativement. Cela repousse les électrons du voisinage de la cible et permet la création d'une zone de charge qui attire les ions positifs, ces derniers s'enrichissent devant la cible. Ces ions bombardent la cible et la pulvérisation sera réalisée. La fréquence utilisée en général est de 13.56 MHz. Un réseau d'adaptation d'impédance entre l'alimentation et la chambre de pulvérisation est une différence très importante entre DC et RF. Le but de ce réseau est de fournir une adaptation optimale de la charge au générateur RF, de sorte qu'une puissance suffisante puisse être délivrée à la chambre de pulvérisation. Cette technique RF est recommandée pour les synthèses d'oxydes (SiO_2), les nitrures ou les borures.

Plusieurs paramètres peuvent être modifiés lors du dépôt. Dans le paragraphe suivant nous allons passer en revue quelques paramètres affectant la pulvérisation.

2.1.2 Les paramètres affectant la pulvérisation :

Distance cible- substrat et pression du gaz :

La géométrie substrat-cible est un facteur qui joue un rôle important sur l'uniformité du film. La géométrie se définit par l'orientation de la source (cible) et du substrat et leur distance de séparation. La collision entre l'ion et la cible donne naissance aux électrons secondaires. Si la pression du gaz est trop basse ou si la distance cible-substrat est trop petite, les électrons secondaires ne peuvent pas subir de collisions ionisantes suffisantes avant de frapper le substrat. Par contre si la distance cible-substrat est trop grande et la pression du gaz est trop élevée, l'énergie des ions est trop faible à la surface de la cible ce qui conduit à des électrons secondaires trop réduits.

Pression du gaz pulvérisé :

Le dépôt des atomes cibles sur le substrat est relié à l'énergie de liaison de la surface. La vitesse de dépôt dépend évidemment de la pression et de la puissance de pulvérisation. Le parcours moyen des électrons entre les collisions est important pour les faibles pressions. Par conséquent, les rendements d'ionisation sont faibles et la décharge auto-entretenu de plasma ne peut être maintenue. Le trajet libre moyen des électrons est inversement proportionnel à la pression dans l'enceinte. Pour une pression importante, les ions seront plus générés et le courant sera plus important. Mais si cette pression est trop haute, les atomes pulvérisés subiront des collisions qui les disperseront et les atomes ne seront pas efficacement déposés. Donc, une pression optimale est nécessaire pour que le taux de dépôt soit le plus élevé possible.

Température cible/substrat :

La pulvérisation cathodique est un processus à basse température. Lors de l'éjection des particules pulvérisées et des électrons secondaires, une partie de la puissance totale (1%) est consommée. Les ions qui frappent la cathode dissipent une certaine quantité de chaleur et la cathode devient chaude. La variation de température dépend des conditions de pulvérisation. Le rendement de la pulvérisation augmente avec la température mais il ne faut pas dépasser une limite pour ne pas avoir des problèmes de dégagement de gaz. Il est donc nécessaire de refroidir la cible pendant la pulvérisation. La température peut affecter plusieurs propriétés dans les films minces comme la rugosité de la surface, l'uniformité, etc.

2.2 Caractérisation structurale et morphologique

2.2.1 Profilométrie

Afin de contrôler l'épaisseur des films déposés, il est nécessaire de contrôler la vitesse et le temps de dépôt durant la pulvérisation. Pour établir la relation entre le temps de dépôt et l'épaisseur finale de la couche, nous avons procédé de la façon suivante : Une ligne a été tracée au marqueur sur l'un des substrats Silicium avant d'effectuer la pulvérisation des couches. Après la réalisation du dépôt, cet échantillon a été plongé dans une solution d'éthanol puis placé dans un bain à ultra-son pour enlever la couche qui s'est fixée sur le marqueur. Une marche est alors observable. Celle-ci nous permet de déterminer l'épaisseur de la couche déposée qui correspond à un temps de pulvérisation donné et de remonter ainsi à la vitesse de croissance de dépôt $v = \frac{e}{t}$.

Les épaisseurs de nos échantillons sont mesurées dans nos travaux à l'aide d'un profilomètre à pointe *KLA TENCOR P10* qui vient sonder la hauteur de la marche au moyen d'un palpeur. L'échantillon se déplace en restant en contact avec un stylet qui se termine par une pointe fine en diamant. Le déplacement vertical du stylet qui est relié à un système piézoélectrique entraîne une variation de capacité entre deux zones d'épaisseurs différents (avec et sans marqueur). Une hétérogénéité locale de l'épaisseur peut être observée sur un même échantillon, c'est pourquoi plusieurs mesures sont réalisées autour d'un même point pour augmenter la fiabilité.

a)



b)

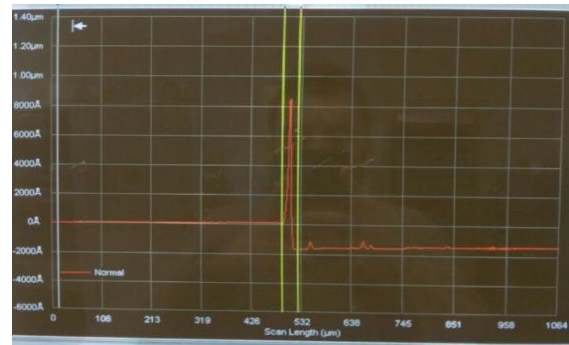


Figure 2.3 a) Profilométrie KLA TENCOR 10 b) Tracé du profil d'une couche FeCoB qui permet de déterminer la hauteur de la marche.

2.2.2 Diffraction de rayons X (DRX)

La technique utilisée pour déterminer la cristallinité des couches minces est la diffraction des rayons x [49]. Les échantillons ont été caractérisés par un diffractomètre de marque Panalatyca Empyrean [50]. Le tube à rayons X est composé d'une source d'électrons qui sont éjectés par un filament de tungstène chauffé. Ces électrons vont être accélérés vers l'anode, refroidie à l'eau, en appliquant une tension électrique entre 20 et 60 KV pour un courant maximal de 100 mA. Les rayons X sont émis lors d'une collision entre les électrons et la cathode. Ce faisceau incident de rayon X monochromatique de longueur d'onde bien définie est envoyé sur l'échantillon à analyser sous un angle θ . Un détecteur reçoit le faisceau diffracté par cet échantillon et mesure l'intensité réfléchie spéculairement en fonction de l'angle de diffraction (fig. 2.4).

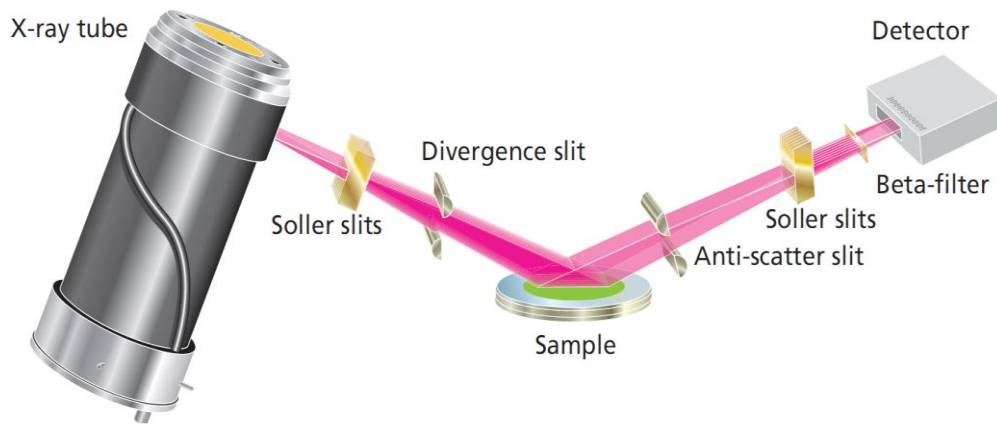


Figure 2.4 Représentation schématique de la configuration du diffractomètre.

Dans le cas où les atomes présentent une structure périodique, les interférences sont constructives (les ondes s'additionnent) pour une certaine direction. La différence entre les deux vecteurs d'ondes réfléchi et incident représentée par le vecteur de diffusion ($q = k_r - k_i$), est équivalente à un vecteur réciproque. Un pic de diffraction correspondant à la famille des plans réticulaires est obtenu lorsque la loi de Bragg exprimée par la formule ci-contre est vérifiée (fig. 2.5).

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (2.1)$$

λ est la longueur d'onde, d_{hkl} représente la distance interréticulaire entre les plans (hkl), θ est l'angle d'incidence par rapport à la surface de l'échantillon et n est un entier représentant l'ordre de réflexion.

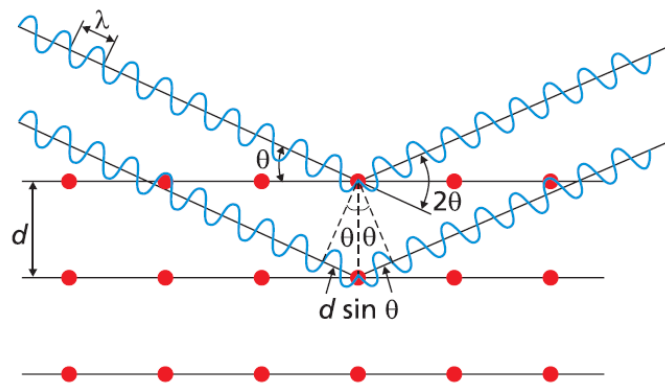


Figure 2.5 Principe de la diffraction des rayons X.

Chaque profil des pics de diffraction possède un ordre de cristallinité bien défini appartenant au matériau étudié. Ainsi, les positions de ces pics donnent des informations sur les phases cristallines et sur l'orientation préférentielle des cristallites qui s'appelle texture. On peut alors déduire les paramètres de maille qui dépendent de la distance interréticulaire. Pour les systèmes cubiques, le paramètre cristallin a est donné par :

$$a = \frac{d_{hkl}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2.2)$$

D'autre part, on peut estimer d'après l'équation de Scherrer ci-dessous [51], [52] que la taille des cristallites de l'échantillon dans un domaine est comprise entre 2 et 100 nm.

$$t \equiv 0.9 \frac{\lambda}{\Delta(2\theta)\cos\theta} \quad (2.3)$$

Avec $\Delta(2\theta)$ la largeur totale à mi-hauteur des pics de diffraction.

La largeur à mi-hauteur est très faible et présente une cohérence cristalline idéale lorsque le spectre présente une forme de Dirac. Par contre, l'augmentation de cette largeur réduit cette cohérence et le matériau étudié est amorphe ayant un spectre de forme gaussien.

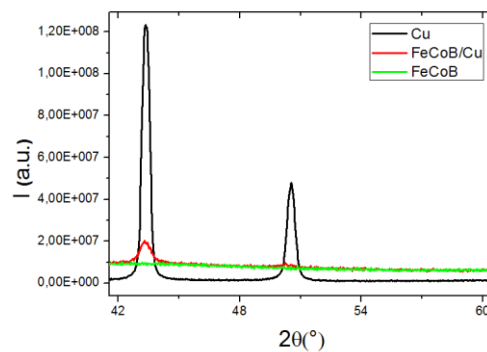


Figure 2.6 Diffractogrammes de rayons X pour trois différents échantillons.

2.2.3 Microscopie à force atomique (AFM)

La microscopie à force atomique [53] (AFM) est un type de microscopie à sonde à balayage, conçus pour mesurer des propriétés locales, telles que la morphologie, la rugosité, etc. Ce type de microscopie à champ proche permet d'observer le relief d'une surface. L'information principale est acquise lorsqu'on mesure la force exercée entre la sonde et l'échantillon. Les

dispositifs piézoélectriques permettant de mesurer des mouvements faibles et précis à l'échelle nanométriques (fig. 2.7). Ces dispositifs facilitent le balayage très précis, avec une résolution 1000 fois plus fine que la limite de diffraction optique. La sonde est constituée d'un micro-levier contenant une pointe très fine à son extrémité libre. Lorsque la pointe est très proche de la surface de l'échantillon, elle subit des déviations latérales et verticales dues à des forces telles que les forces de van der Waals, la liaison chimique, les forces capillaires, les forces électrostatiques et les forces magnétiques. La déviation est cartographiée en utilisant un faisceau laser qui est réfléchi par la surface supérieure du micro-levier. Ce faisceau frappe un photo-détecteur sensible à la position et composé de quatre segments. La différence entre les signaux de ces quatre segments donne l'estimation des déviations angulaires du cantilever (micro-levier). En effectuant un balayage matriciel sur une petite zone et en stabilisant au cours du balayage la position de la pointe pour obtenir une déviation constante, on obtient une image en deux dimensions des propriétés locales.

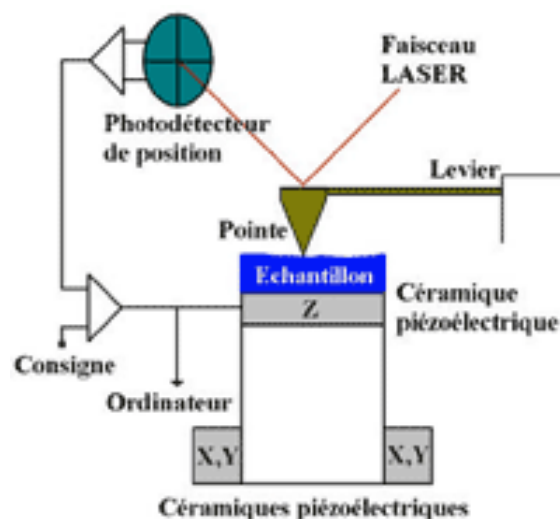


Figure 2.7 Principe de mesure de la microscopie à force atomique [54].

Le dispositif AFM Nanoscope V multimode, Digital Instruments de la société Veeco est utilisé dans l'un des modes (contact, no contact et tapping mode) selon la dépendance de la surface de l'échantillon et de la force agissant entre la sonde et l'échantillon.

Le mode contact : ce mode est appelé aussi mode AFM statique. La pointe est en contact direct avec la surface. Lorsque la surface de l'échantillon est balayée, la force de contact plie le cantilever réagissant au changement de la topographie de l'échantillon. La force de répulsion est maintenue constante entre la pointe et la surface en utilisant une boucle de rétroaction. Dans

certains cas pour éviter d'endommager l'échantillon, des cantilevers à faible rigidité sont utilisés pour obtenir un signal de déviation suffisamment important en gardant une force d'interaction faible.

Le mode non contact : le mode AFM sans contact est utilisé dans le cas où le contact de la pointe peut entraîner une dégradation au niveau de l'échantillon. Dans ce mode, la pointe sonde les forces attractives (Van der Waals) pour construire les images topographiques de l'échantillon. Etant donné que ces forces sont sensiblement plus faibles que les forces en mode contact, la pointe est animée d'une petite oscillation et la force entre la pointe et l'échantillon est mesurée par le changement observé dans l'amplitude, la phase ou la fréquence de l'oscillation en réponse aux gradients de force de l'échantillon.

Le mode intermittent (tapping mode) : le cantilever oscille librement et tapote la surface. Lorsque le cantilever oscillant entre en contact avec la surface, la perte d'énergie due à l'interaction entre la pointe et la surface de l'échantillon entraîne une réduction de l'oscillation. La diminution de l'amplitude est ensuite utilisée pour interpréter les caractéristiques de surface de l'échantillon. Ce mode qui est généralement le plus utilisé parmi les modes AFM dans les conditions standards, donne une haute résolution surtout pour les matériaux doux mais nécessite un balayage de temps plus important que dans le mode contact.

A partir des résultats de mesures, le paramètre qui nous intéresse est la rugosité de la surface qui correspond à l'écart type du profil de hauteur de la surface. Elle est quantifiée par un paramètre noté R_q ou (RMS pour Root Mean Square) :

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (z_i - \bar{z})^2} \quad (2.4)$$

2.2.4 Microscopie à force magnétique (MFM)

La microscopie à force magnétique consiste à remplacer la pointe utilisée dans l'AFM par une pointe magnétique [55], [56]. La pointe aimantée va interagir avec les structures magnétiques (champ de fuite) de l'échantillon ce qui va conduire à une force d'origine magnétique s'exerçant sur la pointe. Ainsi, le MFM permet de détecter le champ magnétique au-dessus de la surface de l'échantillon. Le MFM est une technique à deux passages qui consiste à balayer deux fois la surface de l'échantillon (fig. 2.8). Lors du premier balayage, la

pointe est placée directement à la surface de l'échantillon comme dans le cas de l'AFM en mode intermittent. Dans ce mode les forces de Van der Waals prédominent et par suite une image topographique est obtenue. Par contre, lors du deuxième balayage, le cantilever est placé à une certaine hauteur (définie par l'utilisateur) par rapport à la surface de l'échantillon et recherche le signal magnétique en suivant la topographie de l'échantillon. Dans ce mode les interactions magnétiques ont l'effet le plus significatif. Par conséquent, l'image MFM détecte les propriétés magnétiques de l'échantillon et nous permet de connaître l'existence ou non de domaines magnétiques (domaine en bande).

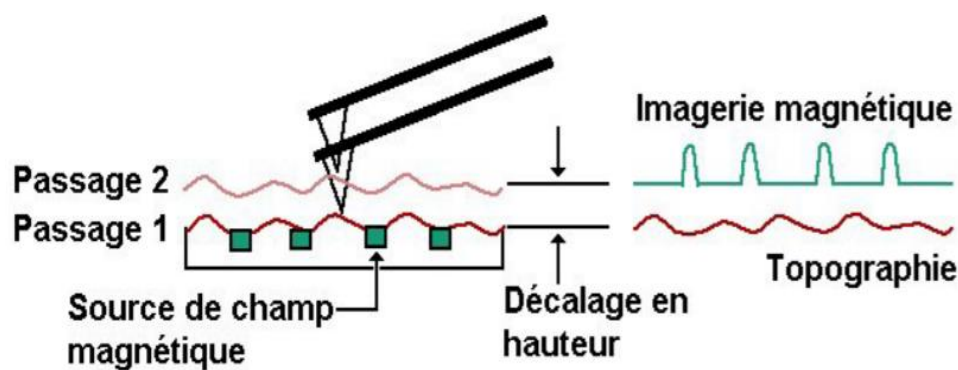


Figure 2.8 Principe de mesure de la microscopie à force magnétique.

2.2.5 Image Kerr optique

L'imagerie magnéto-optique repose sur la variation de polarisation de la lumière réfléchie par un échantillon magnétique (effet Kerr). L'effet en polarisation dépend de l'orientation de l'aimantation dans le matériau d'une part, et de l'angle d'incidence de la lumière d'autre part [57]. La profondeur sondée correspond à la longueur de pénétration de la lumière. Les échantillons étant métalliques, et la lumière étant dans le visible, la profondeur sondée est d'une dizaine de nanomètres typiquement.

Les observations ont été réalisées sur un microscope ZEISS Axio Imager 2, avec les modifications, pour la microscopie magnéto-optique, de la société EVICO. Au point de vue optique, ces modifications consistent en l'utilisation d'un diaphragme d'ouverture spéciale, réalisé par des lames opaques déplaçables, et en par l'ajout d'une lame $\lambda/4$ insérable avant l'analyseur. Lorsque l'ouverture est centrée, la lumière est incidente perpendiculairement. Lorsque l'ouverture est décentrée d'un côté, la lumière arrive obliquement sur la surface. La

taille de l'ouverture donne la précision sur l'angle d'incidence mais aussi la quantité de lumière pour former l'image. Dans le microscope utilisé, la source de lumière est blanche (diodes électroluminescentes), et la caméra travaille en niveaux de gris. Au point de vue traitement d'images, l'essentiel est la possibilité d'acquérir une image de référence, puis de la soustraire aux images suivantes. Typiquement, l'image de référence correspond à l'état saturé, et la soustraction des images obtenues en faisant varier le champ appliqué met en relief les changements dans la structure des domaines. Une couleur grise correspond à aucun changement, une couleur blanche à plus d'intensité, et une couleur noire à moins d'intensité. L'échantillon était placé au centre de deux bobines créant un champ magnétique dans le plan. On n'a pas utilisé de pièces polaires pour ne pas avoir de champ rémanent, ce qui était possible car l'échantillon se sature assez facilement.

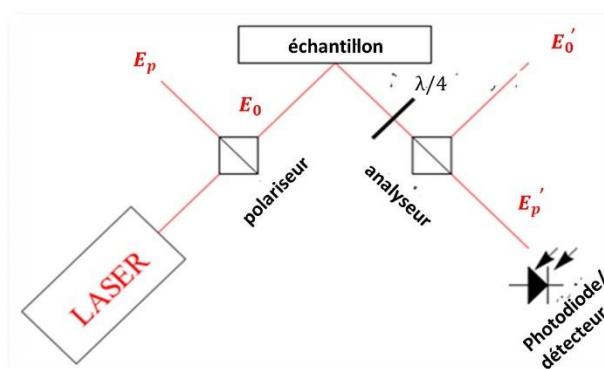


Figure 2.9 Principe de fonctionnement d'un microscope à effet Kerr.

2.3 Caractérisation magnétique statique

2.3.1 Magnétométrie à échantillon vibrant (VSM)

Un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM pour Vibrating Sample Magnetometer) [58], [59] permet de mesurer l'aimantation en fonction du champ magnétique statique appliqué. Ce dispositif expérimental a été mis au point par Simon Foner en 1955. Le matériau est placé au centre d'un électroaimant qui peut fournir un champ magnétique allant jusqu'à 2 Tesla. L'échantillon porté par une tige en quartz vibre verticalement grâce à un transducteur. Le mouvement de vibration est caractérisé par une amplitude de 1mm et une fréquence de vibration de 83.9 Hz. Le système électromécanique est fixe sur des plots solidaires de l'aimant

de sorte que l'échantillon soit placé au centre des pièces polaires dans une zone où le champ est parfaitement homogène. Deux paires de bobines détectrices sont maintenues fixes sur les pièces polaires de l'électroaimant. Le mouvement de vibration du matériau aimanté dans cette zone crée une variation du flux magnétique à travers la section efficace des bobines détectrices donnant naissance à une force électromotrice f.e.m. induite. Selon la loi de Lenz, la différence de potentiel mesurée aux bornes des bobines détectrices est proportionnelle à la variation de flux tel que $e = -\frac{d\phi}{dt}$.

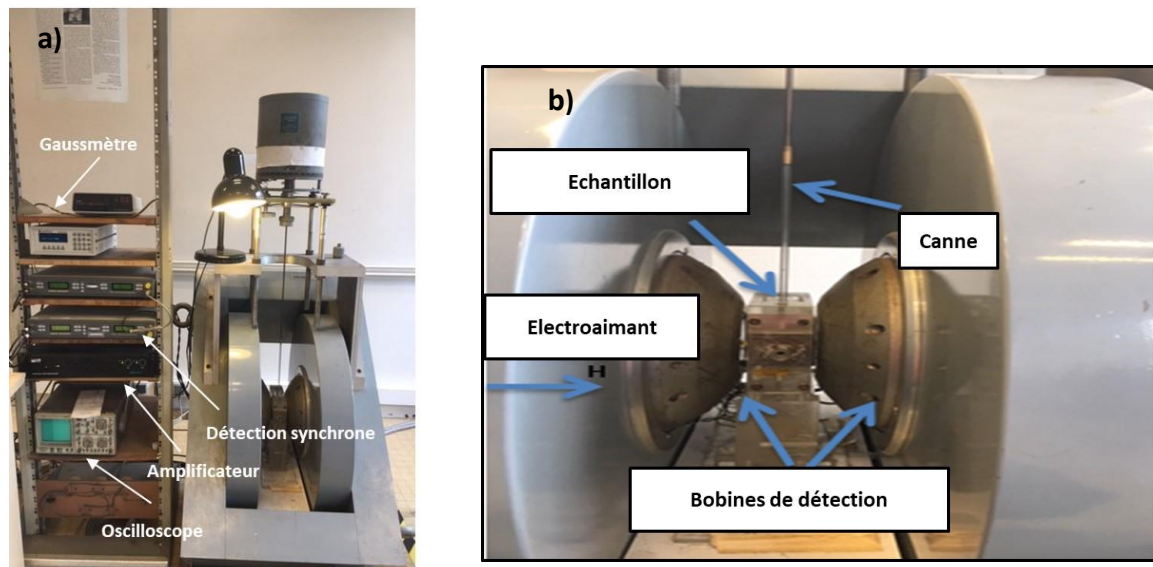


Figure 2.10 a) Vue de l'ensemble de VSM du Laboratoire b) Vue détaillée avec le système de vibration et les bobines de détection.

Ce flux magnétique est proportionnel au moment magnétique de l'échantillon. Les tensions mesurées étant généralement faibles, le signal lié à l'échantillon magnétique est ensuite détecté et amplifié par une détection synchrone. Un programme développé sous Labview permet à l'utilisateur de fixer plusieurs paramètres tels que le temps d'acquisition, le pas d'échantillonnage et le champ limite appliqué. Le VSM de notre laboratoire est illustré dans la figure (2.10 a) et permet de mesurer simultanément les composantes longitudinales et transverses, respectivement parallèles et perpendiculaires au champ appliqué grâce à deux jeux de bobines. D'après ces mesures, il est possible d'étudier les processus mis en jeu lors de retournement de l'aimantation et notamment de discriminer les modes de renversement de l'aimantation.

La figure (2.11 a) suivante présente un cycle d'hystérésis mesuré à l'aide du VSM pour un échantillon du FeCoB déposé sur un substrat rond de silicium.

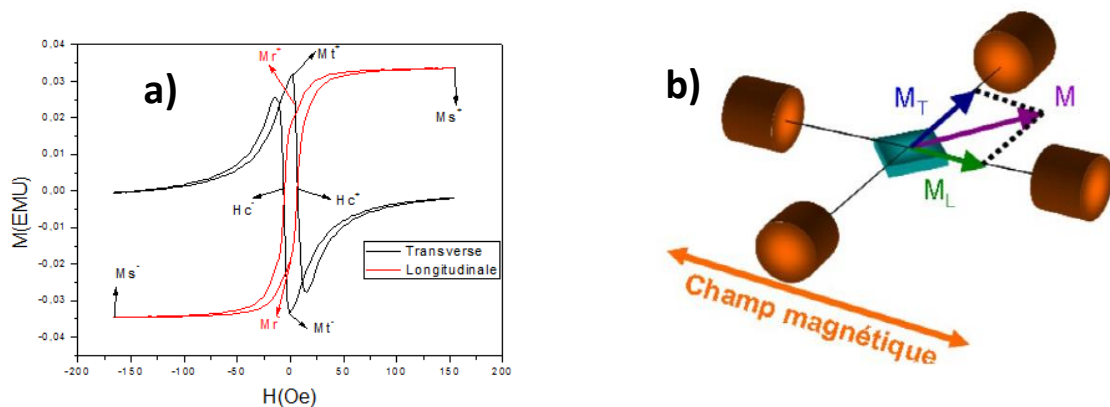


Figure 2.11 a) Cycles d'hystérésis d'une couche mince FeCoB/SiO₂ réalisés dans la configuration où le champ statique H est selon l'axe difficile. b) Schéma du dispositif expérimental de la magnétométrie vectorielle. Les composantes longitudinales et transversales sont représentées.

Les composantes longitudinales (courbe rouge) et transversales (courbe noire) nous permettent d'obtenir plusieurs grandeurs. Les paramètres qui résultent des branches à champ croissant et décroissant sont suivis respectivement d'un exposant + et -.

Les paramètres sont les suivantes :

M_s : L'aimantation à saturation correspond à l'aimantation maximale de l'échantillon où tous les moments magnétiques sont alignés dans le même sens.

$H_c = \left(\frac{H_c^+ - H_c^-}{2} \right)$: Le champ coercitif correspond au champ qu'il faut fournir pour avoir une aimantation nulle.

$M_r = \left(\frac{M_r^+ - M_r^-}{2} \right)$ L'aimantation rémanente correspond à la valeur de l'aimantation à champ nul pour les composantes longitudinales.

$M_t = \left(\frac{M_t^+ - M_t^-}{2} \right)$: L'aimantation transversale maximale. Dans ce cas M_t^+ et M_t^- sont les positions du pic principal de chaque branche. Notons que le renversement est dit cohérent quand M_t/M_s vaut 1. Sinon le renversement est dit incohérent, résultant de la formation de domaines.

Deux configurations sont possibles dans le VSM :

Configuration dans le plan : le champ magnétique appliqué est parallèle à l'échantillon, dans ce cas l'axe du dépôt ainsi que l'axe facile de l'aimantation se situent dans le plan. En faisant pivoter l'échantillon, une anisotropie magnétique dans le plan peut être mise en évidence en utilisant cette configuration.

Configuration hors plan : le champ magnétique est perpendiculaire à l'échantillon. L'aimantation est dans un plan perpendiculaire. On peut déduire la valeur de l'aimantation à saturation dans cette configuration surtout que $4\pi M_s \gg H_k$.

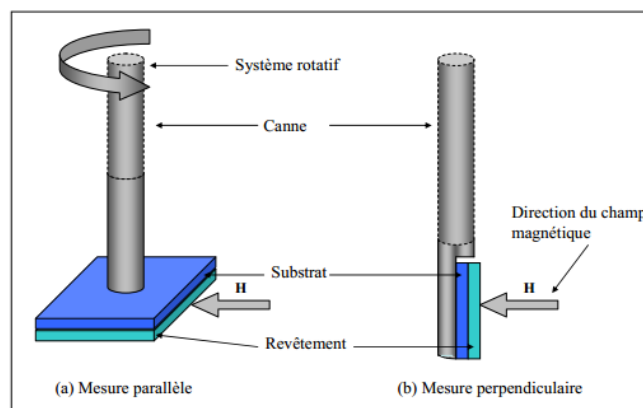


Figure 2.12 Configurations (parallèle et perpendiculaire) possibles dans le VSM [60].

2.4 Caractérisation électrique

2.4.1 Méthode des 4 pointes

La détermination de la résistivité électrique des couches minces se fait par la méthode des 4 pointes [61]. Cette méthode consiste à placer d'une façon colinéaire 4 pointes équidistantes d'une distance s inférieure aux dimensions de l'échantillon. Un courant traverse les deux pointes externes (1 et 4) et la différence de potentiel est mesurée entre les pointes internes (2 et 3). Cette méthode est appliquée pour les faibles résistivités (cas des couches minces) où la résistance d'étalement et de contact ne sont pas négligeables.

L'expression de la résistivité par la méthode de quatre points dans les cas des couches minces est :

$$\rho = \frac{\pi}{\ln 2} R \times e \quad (2.5)$$

Dans ce cas l'échantillon doit avoir des dimensions supérieures à son épaisseur et le facteur $\pi/\ln 2$ représente le coefficient qui est en relief avec la configuration des pointes.

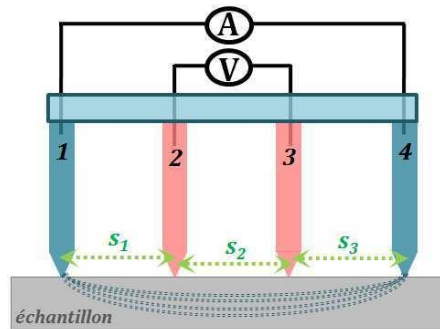


Figure 2.13 Schéma du principe de mesure de résistivité électrique par la méthode des 4 pointes [62].

2.5 Caractérisation magnétique dynamique

2.5.1 Mesures par monospire

Pour caractériser les propriétés magnétiques dynamiques des couches minces, nous avons utilisé dans notre étude une cellule de mesure contenant une seule spire (monospire). La cellule monospire permet de mesurer la perméabilité complexe des couches minces. Cette cellule est constituée d'une ligne micro-ruban court-circuitée. Ainsi, on utilise un seul port de l'analyseur de réseau (VNA : Vector Network Analyser) pour mesurer le coefficient de réflexion de la cellule en fonction de la fréquence. L'échantillon est placé au centre de la cellule, sous le ruban. La méthode en monospire est une technique qui caractérise la perméabilité dans une large bande de fréquence allant de 100 MHz-10 GHz. Avant de réaliser les mesures en cellule monospire, il est nécessaire de faire un calibrage de l'analyseur de réseau pour prendre en compte les imperfections de l'appareil et de la connectique. Pour cela, le port de mesure est connecté à des standards bien connus. Nous avons réalisé un calibrage de type SOL : un court-circuit (short), un circuit ouvert (open) et enfin une charge adaptée (Load) ont été mesurés en

bout de câble. La réponse de chaque standard de référence est bien connue et l'appareil calcul les termes d'erreurs pour corriger les mesures.

La cellule monospire peut être modélisée par un circuit électrique équivalent RLC [63] dont l'impédance Z_m peut être mesurée à l'analyseur de réseau.

$$Z_m = Z_c \frac{1 + S_{11}}{1 - S_{11}} \quad (2.6)$$

Où Z_c est l'impédance caractéristique du système et S_{11} est le coefficient de réflexion.

La norme du champ radiofréquence \vec{h}_{rf} est reliée à la norme du courant \vec{I}_{rf} hyperfréquence circulant dans la spire de longueur l par la relation suivante :

$$|\vec{h}_{rf}| = C \frac{|\vec{I}_{rf}|}{l} \quad (2.7)$$

Où C est une constante qui pourra être déterminée par un matériau étalon.

La loi de Faraday permet de relier la tension induite à la variation du flux magnétique. La variation ΔV de cette tension entre la mesure à vide et celle où la cellule est remplie de la couche mince magnétique s'écrit en fonction de la variation $\Delta\Phi$:

$$\Delta V = i2\pi f \Delta\Phi = i2\pi f \mu_0 (\mu_r - 1) \vec{h}_{rf} l \tau \quad (2.8)$$

Où τ est l'épaisseur de la couche mince.

On en déduit la variation d'impédance apportée par la présence de l'échantillon dans la cellule :

$$\Delta Z = \frac{\Delta V}{|\vec{I}_{rf}|} = i2\pi f \mu_0 (\mu_r - 1) C \tau \quad (2.9)$$

La perméabilité de la couche se déduit alors :

$$\mu_r = 1 + \frac{\Delta Z}{i2\pi f \mu_0 \tau C} \quad (2.10)$$

Le coefficient C est déterminé à partir d'une mesure effectuée sur un matériau dont la perméabilité est bien connue ou à partir des mesures statiques de l'échantillon considéré.

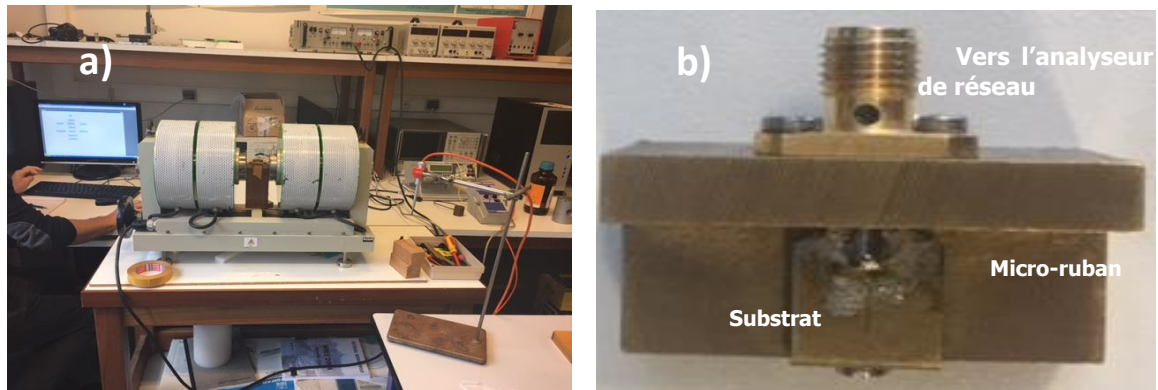


Figure 2.14 a) Vue de l'ensemble du dispositif pour la mesure de la perméabilité. b) Cellule constituée d'une ligne micro-ruban court-circuitée.

En théorie, la mesure d'un échantillon étalon bien connu et de son substrat suffisent à calibrer le dispositif. En pratique, l'aspect expérimental est plus complexe et il faut prendre en compte l'influence de l'aspect conducteur de la couche magnétique mais également les perturbations apportées par le dispositif de production du champ magnétique statique. Ainsi la procédure de calibrage du dispositif et de mesure se déroule en 4 étapes :

- Mesure de la cellule vide sans champ statique appliqué
- Mesure de la cellule chargée par l'échantillon sans champ statique appliqué
- Mesure de la cellule chargée par l'échantillon et saturé par un champ statique dans la direction du champ radiofréquence. La perméabilité de la couche mince est alors approximée à la valeur 1. La réponse mesurée permet de prendre en compte les effets de conductivité de la couche et du substrat.
- Mesure de la cellule vide sous champ de saturation pour prendre en compte les perturbations apportées par le dispositif de production du champ statique.

Cette procédure spécifique de calibrage du dispositif permet d'étendre les mesures jusqu'à des fréquences de l'ordre de 10 GHz.

2.5.2 Résonance ferromagnétique (RFM)

La résonance ferromagnétique (RFM) est une technique expérimentale très présente dans l'étude des propriétés magnétiques des ferromagnétiques. La résonance ferromagnétique correspond au mouvement entretenu de la précession de l'aimantation d'un matériau ferromagnétique autour du champ magnétique local. Le principe de la mesure est de soumettre l'échantillon magnétique à un signal hyperfréquence de faible amplitude et de pulsation fixée

et de lui superposer un champ magnétique statique. Le champ magnétique excitateur va induire un mouvement de précession de l'aimantation autour de sa position d'équilibre. A la résonance, l'énergie du champ magnétique excitateur est absorbée. Ce phénomène d'absorption se produit lorsque la fréquence du champ excitateur correspond à la fréquence de précession ω . Cette dernière dépend du champ magnétique local (somme du champ d'anisotropie et du champ statique) et de l'orientation du matériau. L'angle de précession augmente à la résonance ce qui se traduit par une forte absorption du signal micro-onde. La RFM nous permet d'obtenir des paramètres importants du matériau étudié tels que l'aimantation à saturation, le facteur gyromagnétique, le coefficient d'amortissement de Gilbert, etc. Cette technique nous permet également de déterminer la dérivée de la puissance absorbée de l'échantillon en fonction de l'amplitude du champ magnétique.

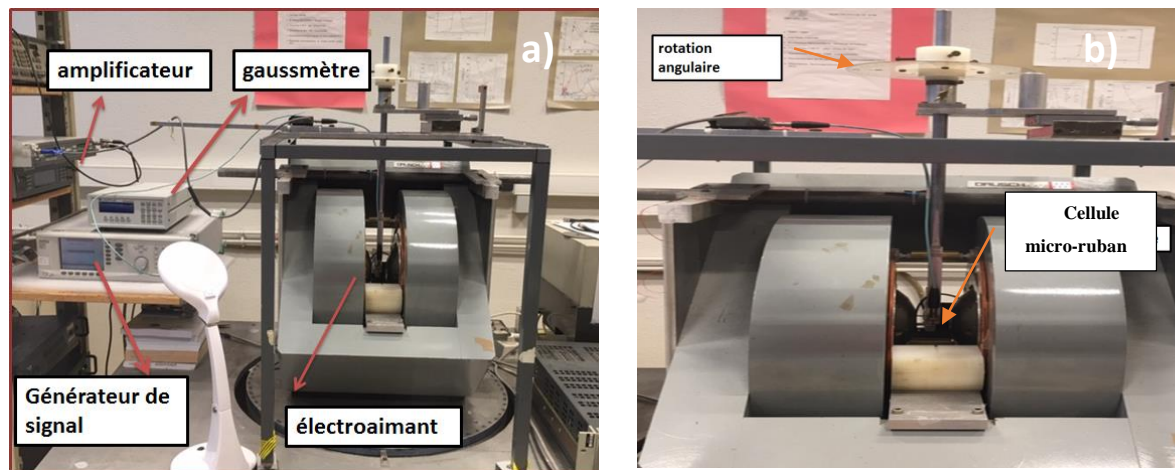


Figure 2.15 a) Vue de l'ensemble du dispositif RFM. b) Position de la cellule.

Les mesures ont été effectuées à l'aide d'une ligne micro-ruban sur laquelle est placé l'échantillon à caractériser. Cette ligne est réalisée en or d'épaisseur comprise entre 10 et 20 μm , de largeur w d'environ 1 mm et déposée sur un substrat d'alumine d'épaisseur h et de constante diélectrique proche de 9. Le rapport w/h doit être bien fixé afin que la ligne soit accordée à 50Ω . Cette dernière est alimentée par un courant délivré par un synthétiseur microondes dans une gamme de fréquence allant de 10 MHz-40 GHz. Un signal incident de puissance 10 DB permet de générer un champ magnétique excitateur d'environ 10 mOe. L'ensemble ligne micro-ruban-échantillon montée sur une canne verticale est placé à l'intérieur de l'entrefer d'un électroaimant. Le champ magnétique statique généré par l'électroaimant peut atteindre une valeur maximale de 2T. L'orientation de la cellule et donc de l'échantillon peut tourner de 0° à 360° par rapport à la direction du champ magnétique statique permettant donc

d'étudier les anisotropies (planaire et perpendiculaire). La modulation du champ magnétique statique par un champ alternatif associé à un amplificateur à détection synchrone permet d'améliorer le rapport signal/bruit et donc la sensibilité du spectromètre. Le programme d'exploitation de ce dispositif est développé en Labview et opéré sous Windows. Ce programme contrôle en temps réel l'intensité et le pas du champ magnétique en fixant une fréquence. A titre d'exemple, le spectre donné à la figure (2.16) est celui d'un FeCoB dont l'épaisseur vaut 160 nm pour une fréquence de 15 GHz.

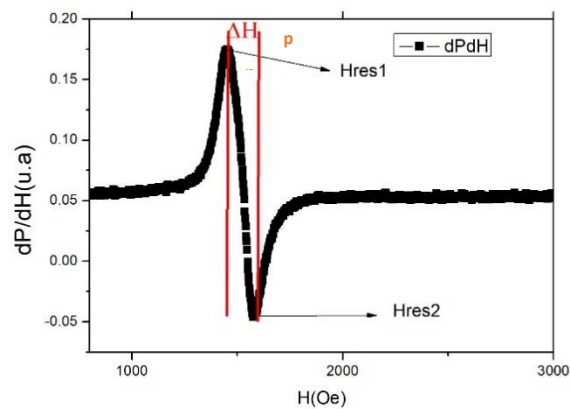


Figure 2.16 Spectre typique d'une couche FeCoB obtenu par RFM.

Chapitre 3. Etudes des propriétés statiques et dynamiques de FeCoB

3. Etude des propriétés statiques et dynamiques de FeCoB

Dans ce chapitre nous présentons deux études l'une en fonction des angles d'incidence et l'autre en fonction des épaisseurs des couches minces de FeCoB. Dans la première partie nous avons commencé par introduire les conditions de dépôts. Ensuite, les propriétés structurales, morphologiques, magnétiques statiques et dynamiques et enfin des images magnétiques pour observer les domaines ont été décrits pour les différents échantillons en fonction de l'angle d'incidence α . Une étude supplémentaire par mesure (RFM) a été réalisée pour ces échantillons, afin de mieux valoriser et comprendre les résultats dynamiques obtenus. Cette mesure (RFM) permet également de déterminer les différentes contributions à la relaxation magnétiques. La dernière partie porte sur les propriétés statiques et dynamiques en fonction des épaisseurs pour les quatre angles d'incidence α (0° , 25° , 45° et 75°) ainsi que sur les propriétés statiques du FeCoB/SiO₂ obtenu en ajoutant un aimant lors du dépôt.

3.1 Elaboration par pulvérisation cathodique

3.1.1 Croissance et morphologie

La croissance d'une couche mince commence par la condensation d'atomes pulvérisés sur le substrat. Ces atomes appelés adatoms migrent vers des sites de nucléation et forment des clusters puis des îlots qui coalescent dans la structure en respectant le principe de minimisation de l'énergie. La mobilité des adatoms joue donc un rôle crucial dans la morphologie de la couche mince obtenue. Cette mobilité dépend de la température du substrat et de la pression de pulvérisation [40]. Le diagramme présenté par Thornton (fig. 3.1) montre les diverses microstructures existantes dans les couches minces suivant les conditions de pression et de température lors du dépôt.

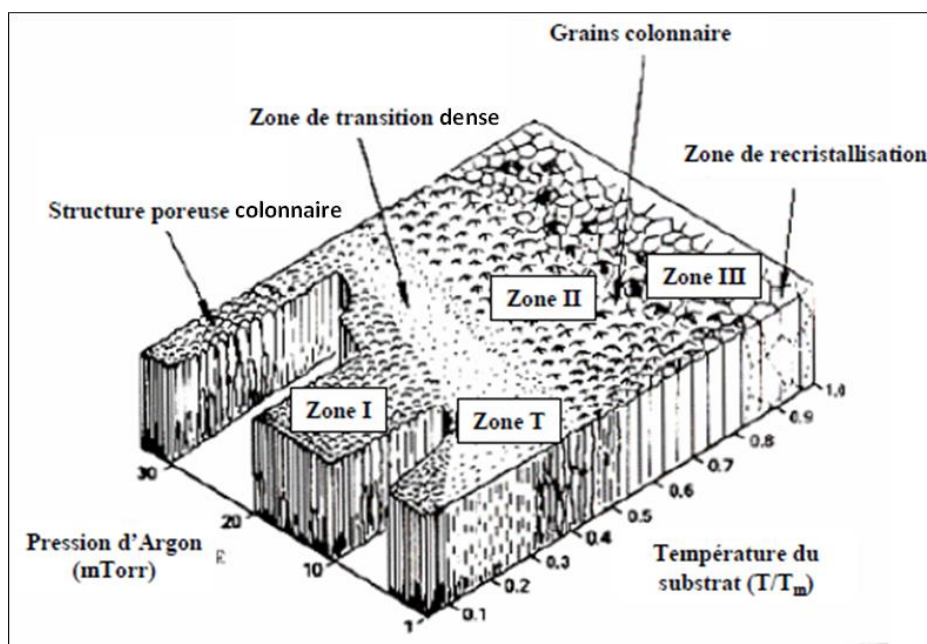


Figure 3.1 Morphologie de la couche mince. Diagramme de Thornton. (T_m est la température de fusion).

Ce diagramme est subdivisé en quatre domaines :

- La zone 1 correspond à une faible mobilité des adatoms lors de la formation de la couche associée à un phénomène d'ombrage qui entraîne une forme colonnaire des grains et une porosité élevée de la structure.
- La zone T (transition) pour laquelle l'énergie croissante des adatoms permet la réduction de l'espace séparant deux colonnes voisines.
- La zone 2 où l'énergie plus élevée des adatoms permet une coalescence des colonnes. La largeur des colonnes est fixe sur l'épaisseur de la couche, et les colonnes, organisées de manière dense sont séparées par des joints de grains bien définis.
- La zone 3 pour laquelle la diffusion de volume est prépondérante et qui engendre des grains qui ne sont plus colonnaires mais équi-axes, caractéristiques des matériaux massifs.

3.1.2 Condition de croissance

Tous les échantillons étudiés dans cette thèse ont été élaborés sur des substrats de silicium d'orientation cristallographique (100) et de surface $9 \times 9 \text{ mm}^2$ par pulvérisation cathodique magnétron radiofréquence en utilisant des cibles de $\text{Fe}_{43}\text{Co}_{43}\text{B}_{14}$. Les cibles utilisées avaient un diamètre de 3 pouces et la pression résiduelle dans la chambre de pulvérisation était

d'environ $3 \cdot 10^{-7}$ mbar. Les dépôts ont été réalisés sous un champ magnétique très faible (celui généré par le magnétron de l'ordre de 5 Gauss). Les échantillons étudiés sont orientés par rapport à la normale d'un angle qui varie entre 0° et 75° . Pour obtenir une incidence oblique, les échantillons ont été placés sur des supports biseautés ayant des angles d'inclinaisons différents de 25° , 45° et 75° . Une couche de SiO_2 de 5 nm est ajoutée au-dessus des couches de FeCoB pour protéger le matériau de l'oxydation et éviter la dégradation des propriétés magnétiques. Les valeurs exactes des épaisseurs ont été mesurées à l'aide d'un profilomètre.

Afin d'obtenir une croissance colonnaire (zone1) en incidence oblique, pour laquelle les effets d'ombrage sont importants, nous avons choisi d'élaborer nos échantillons sans chauffage avec une puissance de dépôt et une pression de pulvérisation relativement faible. Nous avons fixé la puissance de dépôt à 50 W et fait varier les débits d'argon entre 3 et 15 SCCM (Standard Cubic Centimeters per Minute) afin de réaliser une optimisation sur le champ coercitif. Le tableau (3.1) montre que les valeurs du champ d'anisotropie et du champ coercitif sont proches, le champ coercitif le plus faible étant obtenu pour un débit d'argon de 8 SCCM.

Débit d'argon (SCCM)	Pression du dépôt (10^{-3} mbar)	Temps du dépôt (min)	H_c^{EA} (Oe)	H_k (Oe)
3	5	37	11.07	29
5	7	42	12.04	29
8	9	55	7.6	29
15	13	70	11.8	28

Tableau 3.1 Variation du champ coercitif et du champ d'anisotropie en fonction du débit d'argon.

Pour tous nos échantillons nous avons donc fixé la puissance à 50 W et le débit d'argon à 8 SCCM. Dans la partie (3.2), nous avons étudié quatre échantillons élaborés avec des angles d'inclinaison 0° , 25° , 45° et 75° qui ont été déposés pendant une heure pour obtenir des épaisseurs proches de 150 nm. Dans la partie (3.7), nous avons fait varier l'épaisseur des échantillons de quelques nm à 750 nm.

3.2 Propriétés structurales

La figure (3.2) représente les mesures de diffraction des rayons X obtenues pour les quatre échantillons traités. Tous les spectres présentent un pic large et faible correspondant à la raie

(110) autour d'un angle 2θ compris entre 43° et 45° . Ce pic appartient à la phase cubique à faces centrées du FeCo [64]. Le paramètre de maille de ces échantillons reste identique et ne varie pas avec les différents angles obliques du dépôt. L'observation de cette structure inchangée est une indication que nos échantillons sont amorphes ou bien qu'il existe des nanocristaux de FeCoB noyés dans une matrice amorphe. D'après l'équation de Scherrer [65] et en déterminant la largeur à mi-hauteur de ces spectres, on peut estimer que les tailles des grains sont comprises entre 2 et 5 nm.

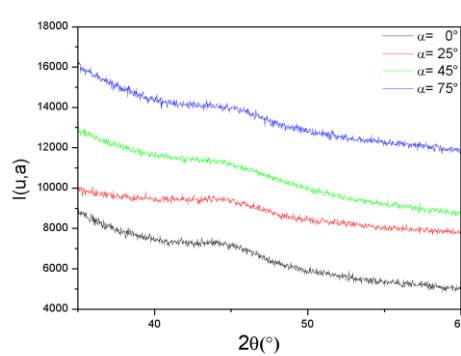


Figure 3.2 Diffractogrammes de rayons X pour les différents angles d'incidence.

3.3 Propriétés morphologiques et topographiques

A grande échelle ($100 \times 100 \mu\text{m}$), nos échantillons présentent tous des espèces de terrasses comme la figure AFM (fig. 3.3) le montre à titre d'exemple pour $\alpha = 45^\circ$.

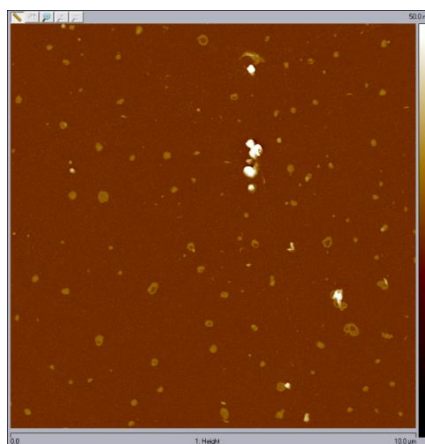


Figure 3.3 Image AFM 2D pour $\alpha = 45^\circ$.

Après sélection des zones d'observation, nous avons effectué une zone de balayage des images AFM de $0.5 \times 0.5 \mu\text{m}$. La figure (3.4) représente les images AFM en 3D typiques prises pour les quatre échantillons.

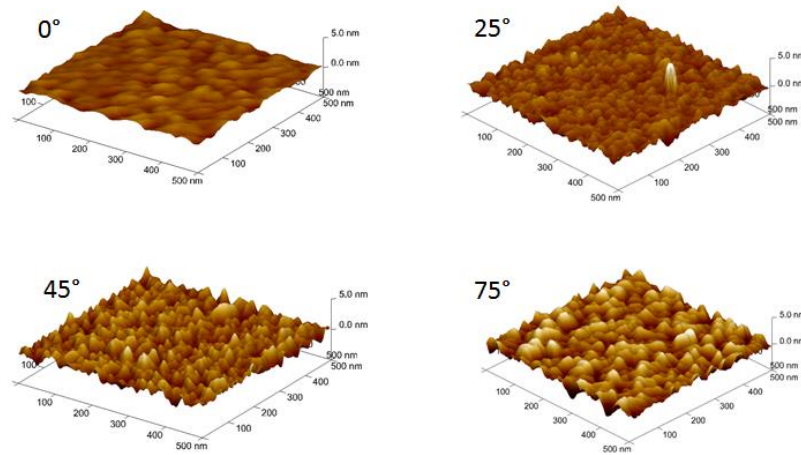


Figure 3.4 Images AFM 3D pour les différents angles d'incidence.

Les images AFM 3D montrent que la surface est composée de petits grains qui sont regroupés pour former des clusters. La topographie de l'échantillon à incidence normale montre une surface lisse et continue alors que la surface est plus rugueuse et grossière pour les angles d'incidence oblique. Pour ces angles, la surface en forme de monticule est causée par l'effet d'ombrage et indique une croissance colonnaire [66] ainsi que l'absence de coalescence entre les colonnes. De plus, la rugosité moyenne de surface R_q , mesurée par AFM et reportée (fig. 3.5) augmente avec l'angle de dépôt de 0.225 nm ($\alpha = 0^\circ$) à 0.742 nm ($\alpha = 75^\circ$), ce qui est directement lié à l'apparition et l'amplitude des monticules observés (fig. 3.4).

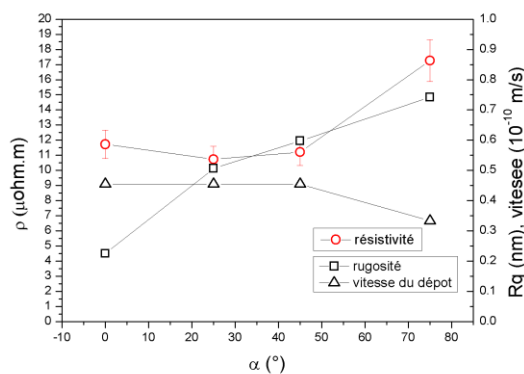


Figure 3.5 Evolution de la rugosité (carré noir), de la résistivité (rond rouge) et de la vitesse de dépôt (triangle noir) en fonction de l'angle d'incidence α .

Sur la figure (3.5) l'évolution, en fonction de l'angle d'incidence, de la rugosité est représentée avec celles de la résistivité et de la vitesse de dépôt.

Deux processus produisent des effets contraires quand on augmente l'angle d'incidence pour un flux incident donné [67]. D'une part la porosité augmente avec les effets d'ombrage, ce qui tend à augmenter le volume déposé selon la loi de conservation des masses. D'autre part, le flux capturé par le substrat diminue, ce qui tend à diminuer l'épaisseur du film. Pour ($\alpha = 25^\circ$) et ($\alpha = 45^\circ$) ces deux effets semblent se compenser alors que pour ($\alpha = 75^\circ$), la diminution nettement plus importante du flux incident capturé ($\cos(75^\circ)$) explique la diminution de la vitesse de dépôt observée. Pour ($\alpha = 75^\circ$), on observe de surcroît une nette augmentation de la résistivité, ce qui indique que l'augmentation de la porosité s'est accompagnée pour cet angle de celle de la densité des défauts, ces derniers induisant des diffusions d'électrons de conduction.

La singularité des dépôts réalisés sous incidence de 75° est aussi constatée sur les gradients d'épaisseurs. En effet, nous avons effectué des mesures à l'aide du profilomètre à différentes positions sur l'axe des échantillons parallèle au plan d'incidence. Le tableau (3.2) montre une variation des épaisseurs pour ces échantillons déposés pendant une heure. La variation d'épaisseur est d'autant plus importante lorsque l'angle d'incidence augmente mais n'est vraiment significative que pour ($\alpha = 75^\circ$).

α ($^\circ$)	τ (nm) max	τ (nm) milieu	τ (nm) min
0	157 (± 7)	151 (± 3)	148 (± 2)
25	157 (± 7)	154 (± 6)	137 (± 8)
45	157 (± 7)	150 (± 10)	140 (± 5)
75	115 (± 2)	96 (± 5)	85 (± 5)

Tableau 3.2 Variation de l'épaisseur pour les différents angles d'incidence, mesurée par profilomètre.

Notons que la variation de l'épaisseur observée peut affecter les valeurs de l'aimantation à saturation qui doit être normalisée par rapport à l'épaisseur. Par la suite, nous avons considéré dans nos calculs une valeur moyenne de l'épaisseur de ces échantillons.

3.4 Propriétés magnétostatiques

3.4.1 Axe de facile aimantation

En incidence normale ($\alpha = 0^\circ$), l'axe de facile aimantation dans le plan se situe dans la direction du champ magnétique résiduel. Pour élaborer les échantillons en incidence oblique nous avons utilisé des supports biseautés comme celui présenté (fig. 3.6).



Figure 3.6 Support biseauté à 45° placé sous une cible.

En incidence oblique, le champ d'anisotropie résulte du champ magnétiquement induit et du champ dû à l'incidence oblique [21] :

$$H_k = H_k^{\text{ind}} \pm H_k^{\text{oblique}} \quad (3.1)$$

Le signe + ou - correspondant au cas où les deux axes d'anisotropies sont respectivement parallèles ou perpendiculaires. Nous avons pivoté le support biseauté, pour ($\alpha = 45^\circ$), et sélectionné la position pour laquelle H_k était maximum et H_c minimum suivant l'axe difficile. Cette position de référence a été conservée pour tous les angles d'incidence. Quel que soit l'angle d'incidence oblique, l'axe facile se situe dans le plan d'incidence (fig. 3.7).

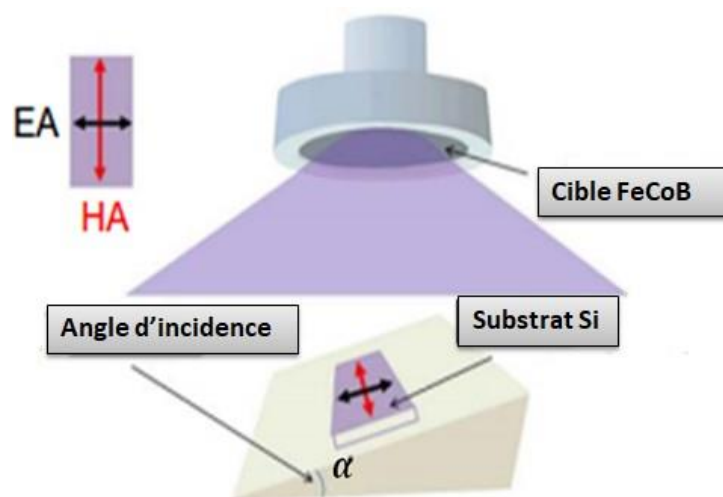


Figure 3.7 Schéma de principe de l'arrangement de la pulvérisation cathodique.

Cet axe correspond à la projection de l'axe des colonnes dans le plan et ce résultat indique qu'il n'y a pas eu de coalescence dans la direction perpendiculaire et que la structure présente des colonnes séparées. La forte teneur en bore de la cible, 14%, et les conditions de dépôt choisies expliquent cette structure.

3.4.2 Cycles d'hystérésis

La figure 3.8 représente les cycles d'hystérésis pour différents angles d'incidences obliques α mesurés selon l'axe facile, parallèlement à l'axe du champ du magnétron et selon l'axe difficile, perpendiculairement à cet axe. Tous les cycles ont été mesurés avec un champ magnétique appliqué dans le plan et sont normalisés par rapport à M_s . L'aimantation à saturation obtenue est d'environ 16 kG pour tous les échantillons. Les mesures effectuées dans le plan permettent la détermination des caractéristiques du champ d'anisotropie magnétique uniaxiale dans le plan. Les cycles d'hystérésis selon l'axe facile ont une forme rectangulaire. D'autre part, les cycles suivant l'axe difficile ont une légère ouverture qui peut refléter une dispersion angulaire de l'anisotropie. De plus, le champ coercitif H_c dépend de la taille des grains et de la rugosité de surface [68]. Une corrélation similaire est obtenue entre l'augmentation de la rugosité et l'augmentation du champ coercitif observée dans la fig. 3.8 surtout lorsque le champ statique appliqué est suivant l'axe difficile. De plus, on peut remarquer que pour ($\alpha = 75^\circ$), le cycle d'hystérésis mesuré selon l'axe difficile présente un changement de pente, ce qui peut révéler une anisotropie perpendiculaire [69] et/ou une dispersion angulaire de l'anisotropie [70].

3.4 Propriétés magnétostatiques

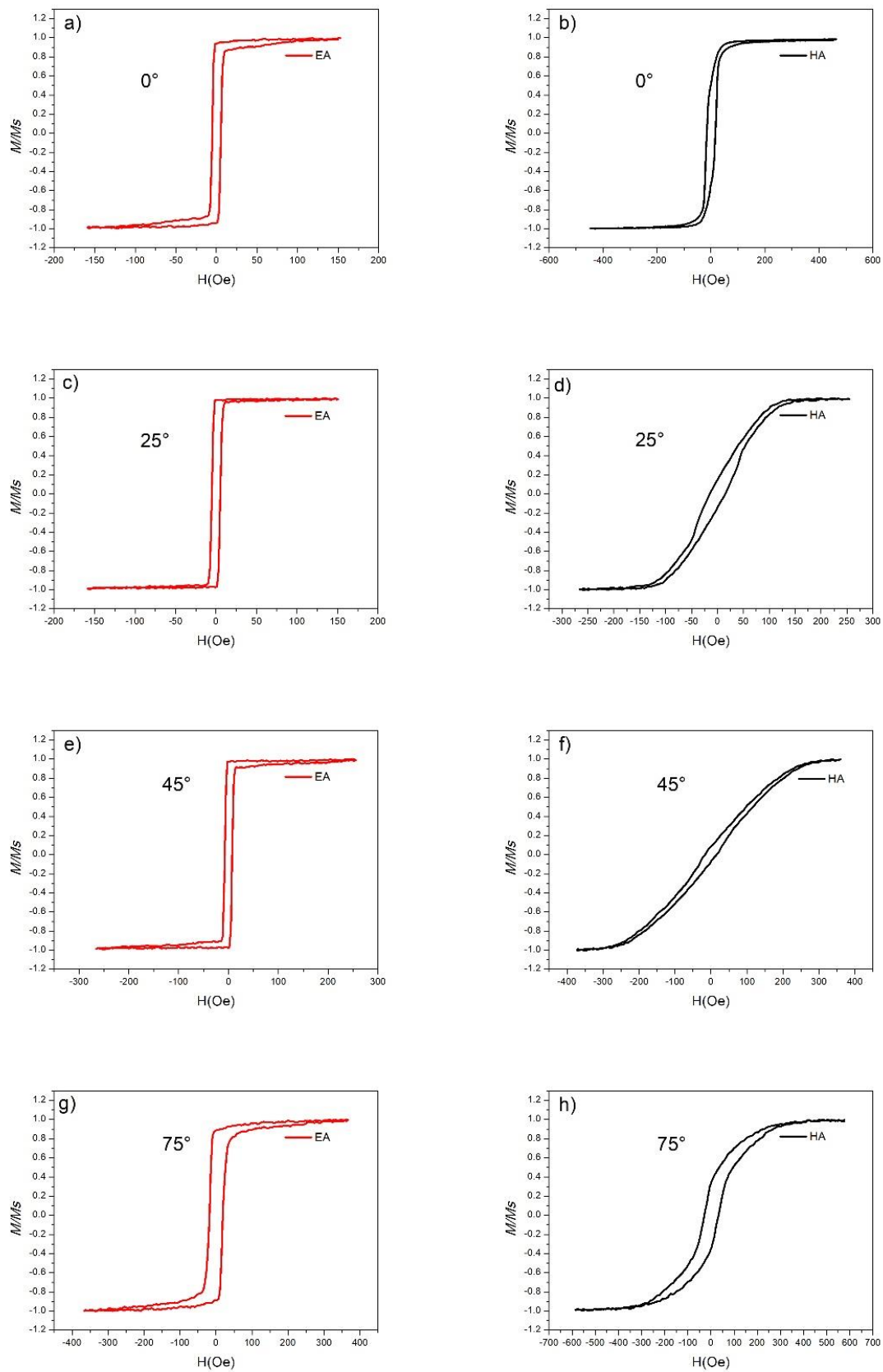


Figure 3.8 Cycles d'hystérésis suivant l'axe facile et l'axe difficile dans le plan pour les différents angles d'incidence.

Les cycles d'hystérésis hors plan mesurés selon les composantes longitudinales (fig. 3.9 a) présentent une saturation de l'aimantation à partir du 16 KG pour tous les échantillons.

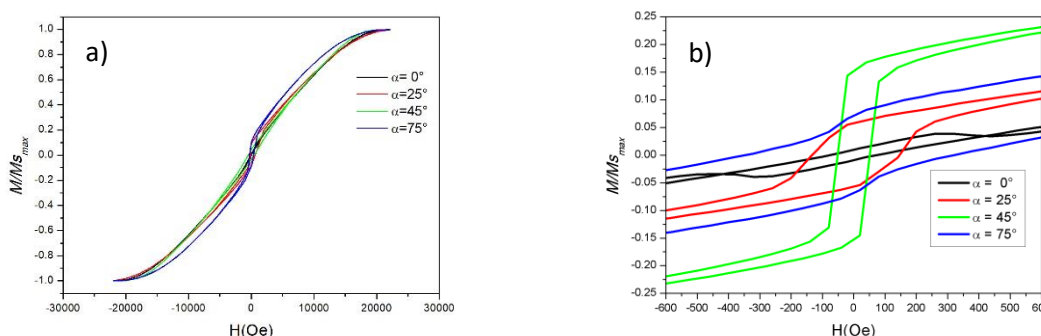


Figure 3.9 a) Cycles d'hystérésis longitudinales hors plan pour les différents angles d'incidence. b) Cycles d'hystérésis longitudinales hors plan avec un Zoom pour les différents angles d'incidence.

Dans les régions où le champ appliqué est proche de zéro (fig. 3.9 b), on observe une ouverture du cycle hors plan. Cette ouverture témoigne de la présence d'une composante de l'anisotropie hors plan. Elle n'est présente, logiquement, que lorsque l'incidence est oblique, une composante de l'anisotropie se situant alors selon l'axe de la colonne.

3.4.3 Champ d'anisotropie

Afin de déterminer le champ d'anisotropie, nous avons considéré et comparé deux méthodes différentes. La première méthode est basée uniquement sur le cycle d'hystérésis suivant l'axe difficile. La valeur de champ d'anisotropie est définie par l'intersection entre la droite du modèle de rotation cohérente estimée à partir de la pente de la courbe d'aimantation et la droite horizontale de la saturation d'aimantation. La deuxième méthode nécessite de calculer la surface des deux cycles mesurés selon l'axe facile et difficile de l'aimantation réduite ($m = M/M_s$) par l'application de la formule suivante [71]:

$$H_k^{\text{stat}} = 2 \int_0^{H_s} [m_{\text{ea}}(H) - m_{\text{ha}}(H)] dH \quad (3.2)$$

Les deux méthodes conduisent à des valeurs du champ d'anisotropie très proches (tableau 3.3) qui ont été moyennées et qui seront discutées par la suite.

α (°)	$H_{k(\text{intersection})}$ (Oe)	$H_{k(\text{surface})}$ (Oe)
0	36	40
25	107	116
45	228	223
75	173	168

Tableau 3.3 Comparaison du champ d'anisotropie suivant les deux méthodes.

Le champ d'anisotropie H_k augmente avec l'angle d'incidence de $\alpha = 0^\circ$ à $\alpha = 45^\circ$. Cette augmentation souhaitée a déjà été observée sur le FeCoB [12]. Néanmoins, le champ d'anisotropie dans cette étude était perpendiculaire au plan d'incidence (regroupement des colonnes). Dans notre cas où les colonnes sont isolées, cette augmentation peut être expliquée par l'augmentation du rapport de forme des grains, qui s'allongent avec l'angle d'incidence [72]. En effet, l'anisotropie de forme est, dans le cas de notre matériau amorphe/nanocristallin la principale contribution au champ d'anisotropie oblique H_k^{Oblique} qui augmente donc avec l'angle d'incidence.

De $\alpha = 45^\circ$ à $\alpha = 75^\circ$, H_k diminue. Cette évolution peut être corrélée avec le gradient d'épaisseur observée pour $\alpha = 75^\circ$: les auteurs de la publication [73] ont montré qu'un gradient d'épaisseur créait une contrainte compressive qui, dans le cas du FeCoB où λ_s est positif, aboutissait à aligner les moments magnétiques perpendiculairement à la direction du gradient. Cette contribution des contraintes à l'anisotropie uniaxiale a donc pour effet de diminuer le champ H_k dans la direction du gradient.

3.4.4 Distributions angulaires

Afin de mieux comprendre le processus de renversement de l'aimantation, nous avons enregistré les cycles d'hystérésis en faisant varier dans le plan de l'échantillon, l'angle φ du champ appliqué, $\varphi = 0^\circ$ étant la direction de l'axe facile. Ainsi, les composantes longitudinales M_l et transversales M_t de l'aimantation ont été mesurées pour chaque φ . La figure (3.10) montre l'évolution azimutale de l'aimantation rémanente normalisée M_r/M_s et de l'aimantation transversale maximale normalisée M_t/M_s .

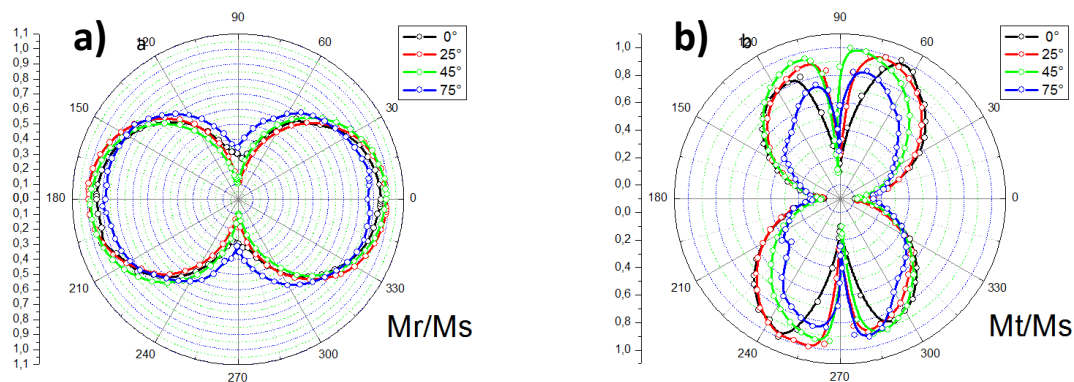


Figure 3.10 a) Evolution azimuthale de l'aimantation rémanente et b) de l'aimantation transversale maximale normalisées par rapport à l'aimantation de saturation M_s .

Le rapport M_r/M_s pour tous les échantillons possède une forme à deux lobes et ce rapport est maximal et proche de l'unité lorsque le champ appliqué est suivant l'axe facile, $\varphi = 0^\circ$, tandis qu'il est minimal suivant l'axe difficile, $\varphi = 90^\circ$. Notons que pour $\alpha = 75^\circ$, le rapport M_r/M_s sur l'axe de facile aimantation, diffère significativement de 1 et vaut 0.89, ce qui peut révéler une légère anisotropie perpendiculaire [69]. Néanmoins, ces résultats sont caractéristiques d'une anisotropie uniaxiale dans le plan. Le rapport M_t/M_s est minimal le long deux axes $\varphi = 0^\circ$ et $\varphi = 90^\circ$. Or, le renversement de l'aimantation selon l'axe difficile $\varphi = 90^\circ$ est normalement bien décrit par le modèle de rotation cohérente au cours de laquelle le macrospine se situe à champ nul dans la direction transversale, ce qui correspond à un rapport M_t/M_s maximum ($M_t/M_s = 1$). On remarque de surcroît que, suivant cet axe $\varphi = 90^\circ$, le rapport M_r/M_s , en particulier pour $\alpha = 0^\circ$ et $\alpha = 75^\circ$, est loin des valeurs nulles attendues dans le cadre l'approximation « macrospine ». Ces singularités observées le long d'axe difficile peuvent résulter en partie d'une dispersion angulaire de l'anisotropie précédemment évoquée pour interpréter les cycles d'hystérésis. Cette dispersion peut être évaluée par la mesure de la dépendance angulaire de la rémanence.

3.4.5 Dispersion angulaire de l'anisotropie

3.4.5.1 Mesures de la dépendance angulaire la rémanence (ARM)

La dépendance angulaire de la rémanence (ARM), mesurée à l'aide du VSM, a été utilisée pour obtenir les valeurs de la dispersion angulaire dans le plan de l'échantillon. La mesure ARM consiste à appliquer un champ intense de 2500 G afin de saturer l'échantillon pour chaque valeur de φ , et à mesurer ensuite la rémanence après avoir pivoté sur l'axe facile ($\varphi =$

0°). La figure (3.11) montre la dépendance angulaire de la rémanence normalisée $M_r/M_{r_{\max}}$ et sa dérivée pour les quatre échantillons $\alpha = 0^\circ, 25^\circ, 45^\circ$ et 75° .

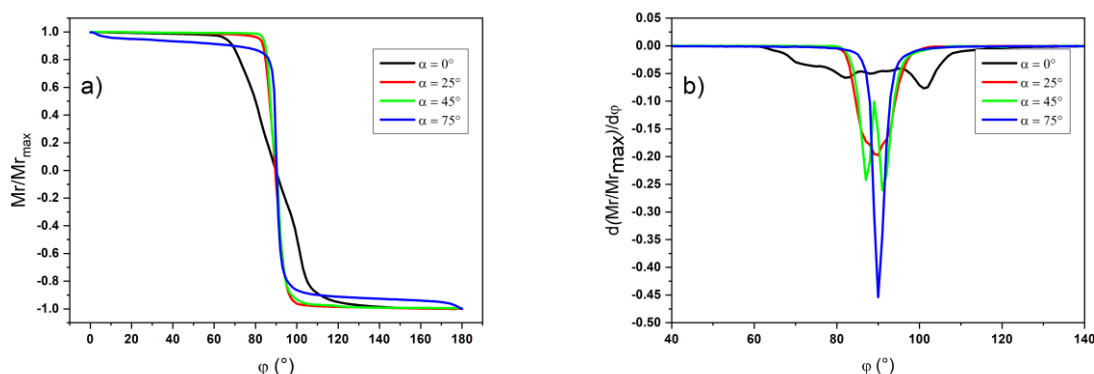


Figure 3.11 a) Dépendance angulaire de la rémanence normalisée et b) Sa dérivée partielle pour les différents angles d'incidence.

Pour un matériau parfaitement uniaxial, lorsque le champ appliqué est le long de l'axe difficile ($\varphi = 90^\circ$) et après coupure de ce champ, le matériau est composé de grains dont l'aimantation est distribuée de manière égale dans les deux directions opposées de l'axe facile, ce qui correspond à une rémanence nulle le long de l'axe facile ($\varphi = 0^\circ$). Une anisotropie uniaxiale bien définie est caractérisée par une variation très importante de $M_r/M_{r_{\max}}$ près de $\varphi = 90^\circ$ passant de 1 à -1. La dérivée $M_r/M_{r_{\max}}$ atteint donc une valeur absolue maximale et on observe un pic pour ces différents échantillons près de $\varphi = 90^\circ$. La dispersion angulaire $\Delta\varphi_{10}$ est l'écart angulaire qui correspond à l'angle qu'il faut ajouter ou soustraire à $\varphi = 90^\circ$ pour que la dérivée de $M_r/M_{r_{\max}}$ diminue de 90% de sa valeur maximale. A titre d'exemple, la valeur absolue maximale de la dérivée pour $\alpha = 75^\circ$, est 0.454 pour $\varphi = 90^\circ$. On trouve deux angles $\varphi \cong 87^\circ$ et $\varphi \cong 93^\circ$ correspondant à 10% de la valeur maximale. Ainsi, la dispersion angulaire $\Delta\varphi_{10}$ vaut $\cong 3^\circ$.

La dispersion angulaire diminue de $\Delta\varphi_{10} = 26^\circ$, pour une incidence normale, à moins de 8° pour les incidences obliques. Ceci s'explique par le fait qu'en incidence oblique, l'axe facile est défini par l'angle d'incidence du dépôt alors qu'en incidence normale, seul le champ magnétique résiduel définit cet axe. Afin de montrer que la dispersion d'anisotropie importante en incidence normale est due au manque d'uniformité du champ magnétique résiduel, nous avons élaboré un autre échantillon en incidence normale, dans les mêmes conditions de dépôt, mais en présence d'un champ magnétique de 300 Oe créé par des aimants.

Nous comparons (fig. 3.12) les distributions angulaires obtenues pour ces deux échantillons élaborés avec et sans aimant.

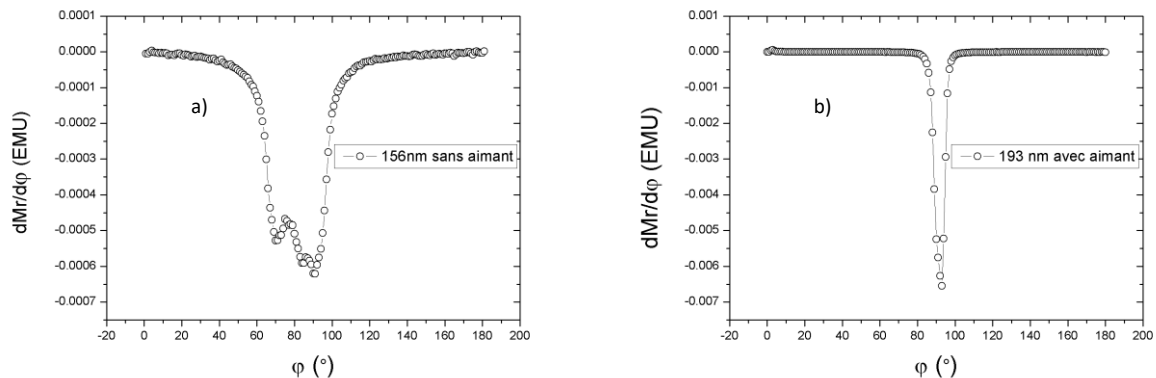


Figure 3.12 Dérivée partielle de la dépendance angulaire rémanence de l'échantillon a) sans et b) avec aimant.

La dispersion angulaire diminue fortement en présence d'aimants qui définissent des lignes de champ bien parallèles.

Notons enfin que, pour l'incidence 75° , nous observons (fig. 3.11 a), avant le basculement rapide autour de $\varphi = 90^\circ$, une légère pente décroissante de l'aimantation entre $\varphi = 0^\circ$ et $\varphi = 85^\circ$. Liu et Zingari [70] ont reporté que la dépendance angulaire de l'aimantation rémanente M_r était contrôlée par une compétition entre l'anisotropie uniaxiale et l'anisotropie « rotatoire » due à des « stripe domains ». Ainsi, le changement de pente pourrait se traduire par une rotation progressive de la direction des « stripe domains » vers l'axe facile lorsque l'angle φ passe de 85° à 0° . La formation éventuelle de ces « stripe domains » lors de l'augmentation de l'angle d'incidence pourrait dans notre cas s'expliquer par l'augmentation des contraintes, également reliée à l'augmentation de la rugosité ($R_q = 0.742$ nm). Cette formation serait de surcroît corrélée à la présence d'une anisotropie perpendiculaire significative déjà évoquée pour cet angle d'incidence.

3.4.5.2 Effets sur la distribution angulaire de M_t/M_s

La valeur importante de la dispersion pour $\alpha = 0^\circ$ est liée à l'ouverture angulaire importante de la distribution angulaire du rapport M_t/M_s observée (fig. 3.10 b). Cette corrélation peut être explicitée en effectuant une comparaison entre la partie expérimentale de la distribution angulaire de M_t/M_s et la distribution angulaire calculée à l'aide de l'équation de Stoner Wohlfarth [36], [74] et en prenant compte de la dispersion angulaire.

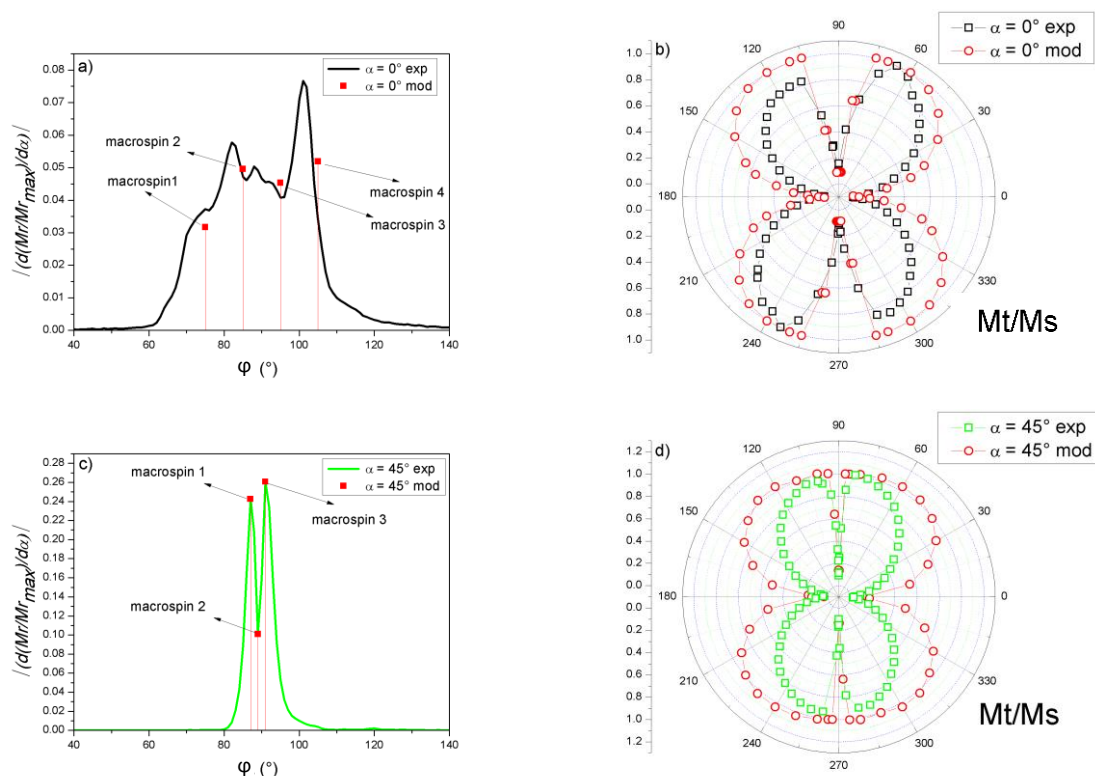


Figure 3.13 Discretisation de la dérivée de dépendance angulaire de la rémanence pour a) $\alpha = 0^\circ$ et c) $\alpha = 45^\circ$. Évolution azimuthale M_t/M_s expérimentale et théorique (S&W) pour b) $\alpha = 0^\circ$ et d) $\alpha = 45^\circ$.

A partir des mesures ARM, nous avons réalisé une discrétisation de la dispersion angulaire d'anisotropie avec 3 ($\alpha = 45^\circ$) ou 4 ($\alpha = 0^\circ$) champs d'anisotropie (fig. 3.13 a et c). L'évolution azimuthale M_t/M_s a été calculée respectivement à partir de celle de 3 ou 4 macrospins indépendamment soumis à chacun des 3 ou 4 champs d'anisotropie : nous avons multiplié les distributions obtenues pour chaque macrospin par le coefficient correspondant issu de la discrétisation de la dérivée de la dépendance angulaire de la rémanence (fig. 3.13 a et c). Ainsi, la moyenne pondérée de la distribution angulaire de ces 3 ou 4 macrospins est évaluée afin d'obtenir la distribution angulaire M_t/M_s illustrée dans la figure (3.13 b) et (3.13 d) pour $\alpha = 0^\circ$ et $\alpha = 45^\circ$ respectivement. La dispersion angulaire affecte l'évolution azimuthale de M_t/M_s aux alentours de 90° (et 270°) alors que pour les autres régions angulaires les comportements de M_t/M_s sont similaires pour les modèles macrospins simples et les 4 macrospins. La prise en compte de la distribution angulaire d'anisotropie mesurée permet donc de reproduire quantitativement la pente vers le minimum et la valeur du minimum observé à 90° . Ce minimum, non prévu par le modèle à macrospin unique, s'explique par le fait que chaque macrospin tourne dans le sens direct ou indirect selon le signe avec lequel l'axe facile correspondant s'écarte de sa valeur nominale.

3.5 Propriétés dynamiques

3.5.1 Etude par la méthode de la cellule monopire

3.5.1.1 Mesures des spectres en fréquence des perméabilités sans champ externe

La figure (3.14) ci-dessous présente une comparaison entre les spectres de perméabilité expérimentaux et théoriques, calculés à l'aide de l'équation LLG, lorsque le champ magnétique radiofréquence est perpendiculaire à l'axe facile et sans application de champ statique externe.

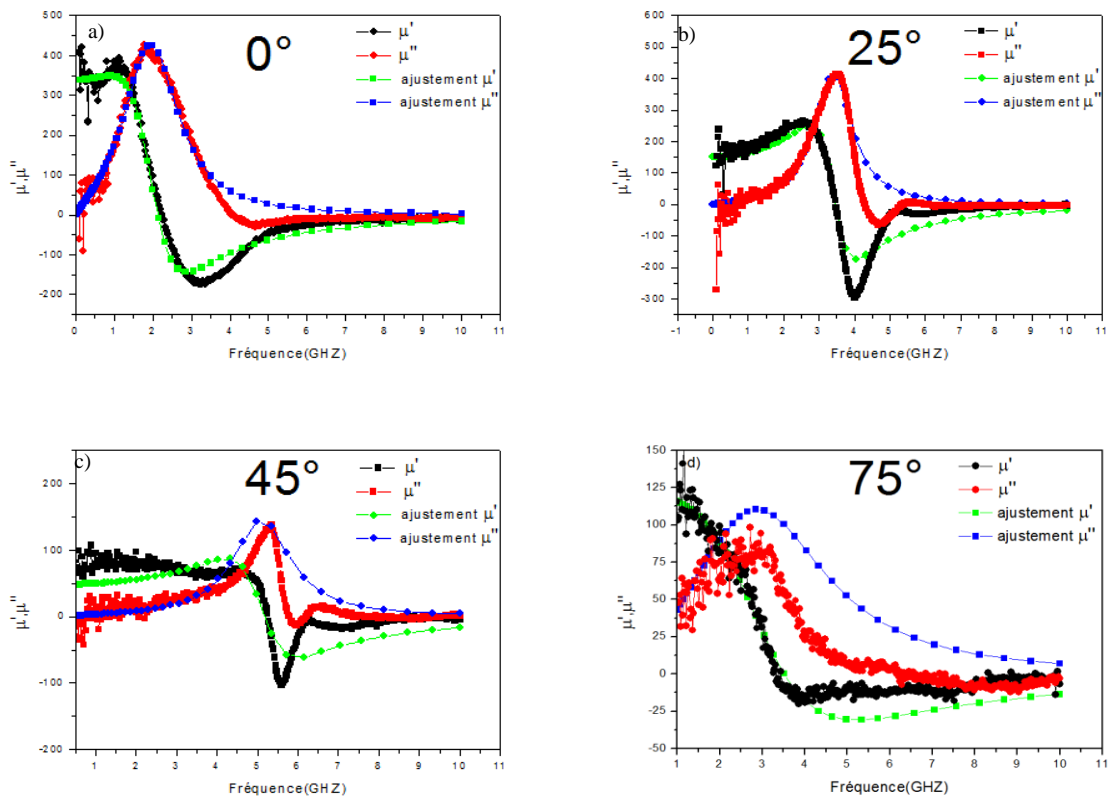


Figure 3.14 Spectres théoriques et expérimentaux de la perméabilité en fonction de la fréquence pour les différents angles d'incidence.

L'ajustement des spectres des perméabilités en utilisant l'équation théorique de LLG nous a permis de déterminer les valeurs des paramètres suivants : le coefficient d'amortissement, le champ d'anisotropie et l'aimantation à saturation. Les valeurs extraites sont présentées dans le tableau (3.4) suivant. Notons que nous avons considéré dans nos simulations qu'un seul mode uniforme ($k = 0$) où le champ d'anisotropie est unique.

α (°)	H_k^{dyn} (Oe)	$4\pi M_{\text{eff}}$ (G)	α_{damp}
0	41.58	14020	0.0447
25	101.01	15178	0.0295
45	268	12709	0.0465
75	114.6	13778	0.108

Tableau 3.4 Valeur théorique des paramètres dynamiques calculés suivant LLG.

Les valeurs du champ d'anisotropie dynamique H_k^{dyn} et de l'aimantation effective $4\pi M_{\text{eff}}$ estimées par le calcul LLG dans le cas d'incidence normale et $\alpha = 25^\circ$ sont proches des valeurs mesurées par VSM. Par contre, nous observons une différence pour les angles $\alpha = 45^\circ$ et $\alpha = 75^\circ$. Pour $\alpha = 45^\circ$, nous observons qu'il est difficile de « fitter » la courbe expérimentale par une loi LLG simple. Il serait nécessaire de prendre en compte plusieurs contributions et par exemple de considérer la courbe expérimentale observée pour cet angle comme la moyenne de deux pics. L'existence de pics supplémentaires peut être liée à la contribution de parois de domaine ou à des ondes de spins [75]. De plus, dans les couches minces ferromagnétiques et d'après la théorie d'Hoffman [76], il existe des fluctuations locales de l'aimantation et donc de l'anisotropie qui peuvent conduire à des spectres non conformes. On observe dans ce cas une diminution de la partie imaginaire de la perméabilité et d'autre part un élargissement au niveau de la largeur à mi-hauteur [77]. Pour les raisons citées ci-dessus, nous discuterons désormais à partir des paramètres issus des spectres bruts plutôt que de ceux issus des simulations LLG.

La partie réelle du spectre de perméabilité en basse fréquence permet d'estimer la perméabilité statique μ_s à environ 370 pour $\alpha = 0^\circ$. La perméabilité statique étant liée à la valeur du champ d'anisotropie ($\mu_s \cong 1 + \frac{4\pi M_s}{H_k}$), la faible valeur observée pour $\alpha = 45^\circ$ traduit une augmentation de la valeur du champ d'anisotropie.

La largeur à mi-hauteur (FWHM) Δf du pic de la perméabilité imaginaire, diminue de la valeur 2.3 GHz pour $\alpha = 0^\circ$ à la valeur 0.9 GHz pour $\alpha = 45^\circ$. Par contre, on observe une augmentation de cette valeur pour 75° (2.5 GHz). Cependant pour cet angle, le signal mesuré est très faible ce qui rend la détermination de μ''_{max} ainsi que Δf plus difficile par rapport aux autres échantillons.

La figure (3.15) présente une comparaison des valeurs de la fréquence de résonance et du champ d'anisotropie obtenues par les mesures statiques et dynamiques. Les fréquences

déduites des mesures statiques, f_{rcalc} , sont calculées à partir de l'équation (1.47) simplifiée, car ici $H = 0$ et $4\pi M_s \gg H_k$ pour une valeur de $\gamma/2\pi$ fixée à 2.8 GHz/KOe [78]:

$$f_{\text{rcalc}} \approx \frac{\gamma}{2\pi} \sqrt{(4\pi M_s)(H_k)} \quad (3.3)$$

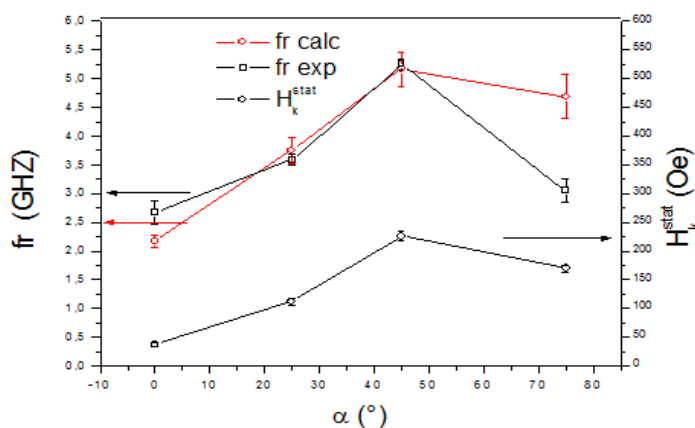


Figure 3.15 Variation de la fréquence de résonance et du champ d'anisotropie en fonction de l'angle d'incidence.

Les valeurs de la fréquence de résonance mesurée et de la fréquence calculée à partir du champ d'anisotropie sont en bon accord. Ces deux fréquences (mesurée et calculée) augmentent jusqu'à l'angle $\alpha = 45^\circ$ puis diminuent pour l'angle $\alpha = 75^\circ$, comme attendu. La fréquence mesurée en dynamique suit bien l'évolution du champ d'anisotropie mesuré en statique mais il existe une différence notable entre la valeur de la fréquence calculée et celle expérimentale pour l'angle $\alpha = 75^\circ$. Cette différence ne peut être expliquée que partiellement par la difficulté d'estimer de façon précise la valeur de la fréquence de résonance à cet angle d'incidence puisque la perméabilité imaginaire présente un spectre de faible amplitude et très amorti.

En résumé, de $\alpha = 0^\circ$ à $\alpha = 45^\circ$, l'augmentation de l'anisotropie et la diminution de sa dispersion angulaire, analysées dans la partie magnétostatique (cf. 3.4.3 et 3.4.5), expliquent les variations respectives des fréquences de résonances f_r et de largeur Δf . Pour $\alpha = 75^\circ$, la forte valeur de Δf n'est pas expliquée par la dispersion d'anisotropie planaire qui est très faible. De plus, la diminution de la valeur de la fréquence de résonance est beaucoup plus faible que celle attendue par les mesures statiques. Par ailleurs, l'analyse des mesures magnétostatiques nous a indiqué la probable présence d'une anisotropie perpendiculaire dans les échantillons élaborés en incidence oblique, notamment significative pour $\alpha = 75^\circ$. Pour cet angle, nous

avons vu qu'il est de surcroît possible que cette anisotropie perpendiculaire soit associée à la présence de « stripe domains » (cf. 3.4.5.1). Notons qu'une diminution simultanée de la fréquence de résonance et de la valeur de μ''_{\max} , observée ici entre les échantillons $\alpha = 45^\circ$ et $\alpha = 75^\circ$, a été associée à l'existence de « stripe domains » dans des films minces magnétiques par [79].

La présence de l'anisotropie perpendiculaire peut être prise en compte en remplaçant dans l'expression (3.3) $4\pi M_s$ par $4\pi M_{\text{eff}} = 4\pi M_s - \frac{2K_\perp}{M_s}$ [80] et celle de l'anisotropie rotatoire associée au « stripe domains » en remplaçant H_k par $H_{\text{eff}} = H_k + H_{\text{rot}}$.

Ainsi l'accord entre les deux valeurs de fréquence peut être obtenu. Les mesures de perméabilité sous champ statique ont pour but d'étudier ces deux contributions.

3.5.1.2 Mesures des spectres en fréquence des perméabilités sous champ statique externe

Dans cette partie, des mesures de perméabilité en présence d'un champ statique externe sont présentées. Le champ statique (H_{ex}) est appliqué perpendiculairement au champ radiofréquence (h_{rf}) et les mesures sont réalisées selon les axes de facile aimantation (EA) et de difficile aimantation (HA). Notons que dans la procédure expérimentale, le champ de saturation pour ces échantillons a été de 1300 Oe. Les figures (3.16) et (3.17) montrent les spectres obtenus dans le cas où le champ H_{ex} est appliqué respectivement suivant l'axe difficile HA et l'axe facile EA.

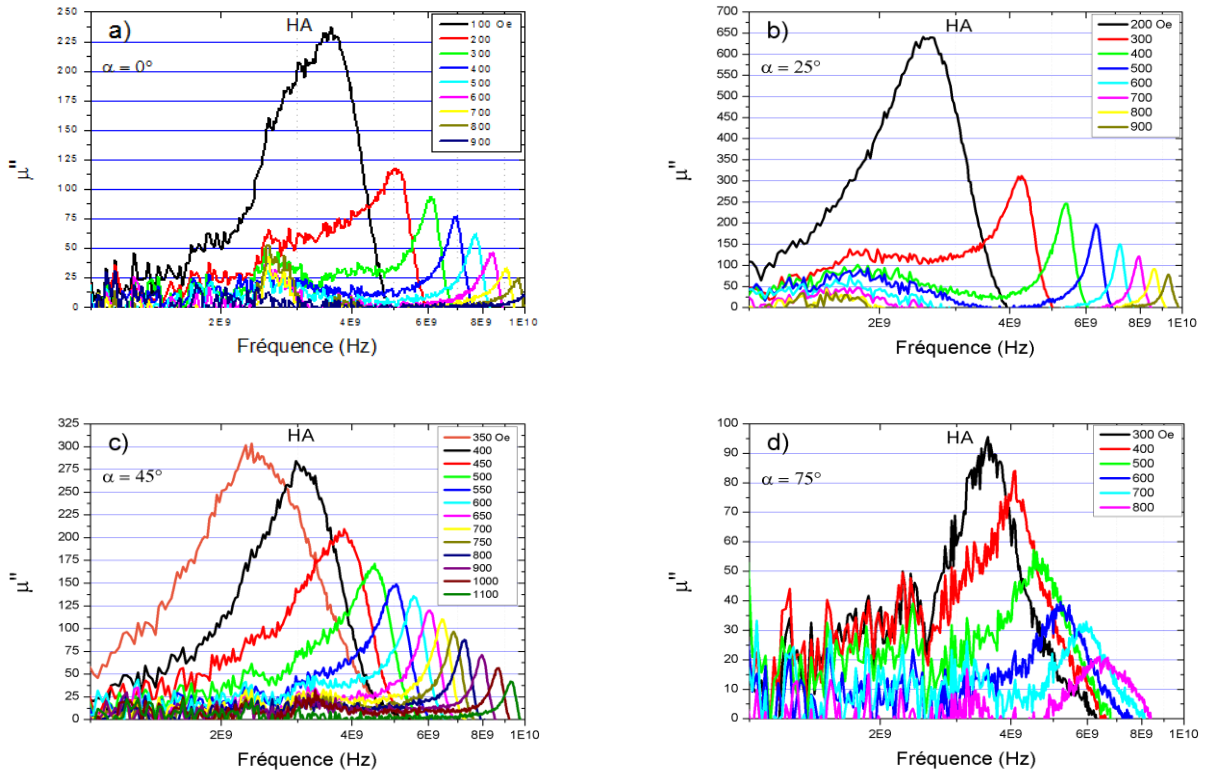


Figure 3.16 Spectres des différents angles d'incidence lorsque le champ est appliqué selon l'axe difficile HA.

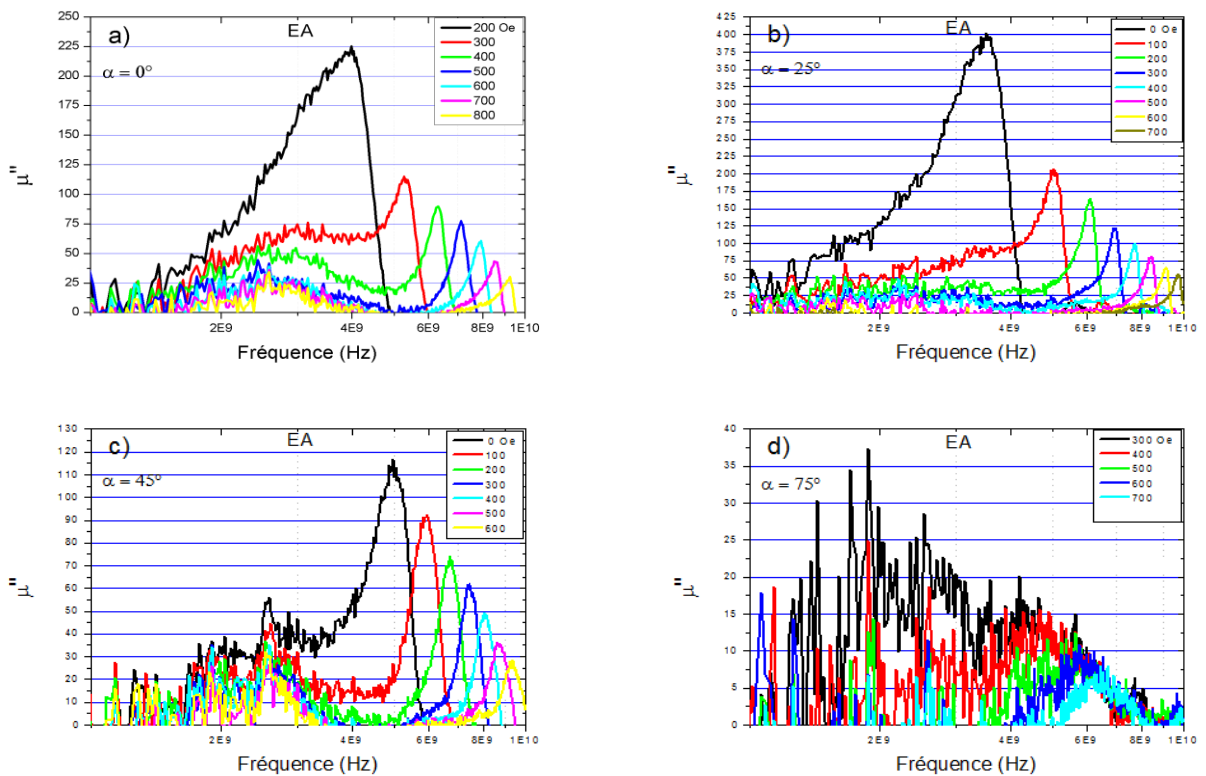


Figure 3.17 Spectres des différents angles d'incidence lorsque le champ est appliqué selon l'axe facile EA.

Pour chaque valeur de champ statique, la fréquence de résonance, repérée par le maximum de la partie imaginaire de la perméabilité, a été relevée. La variation du carré de la fréquence en fonction du champ statique externe appliqué est présentée figure (3.18) pour les deux orientations : axe facile et axe difficile.

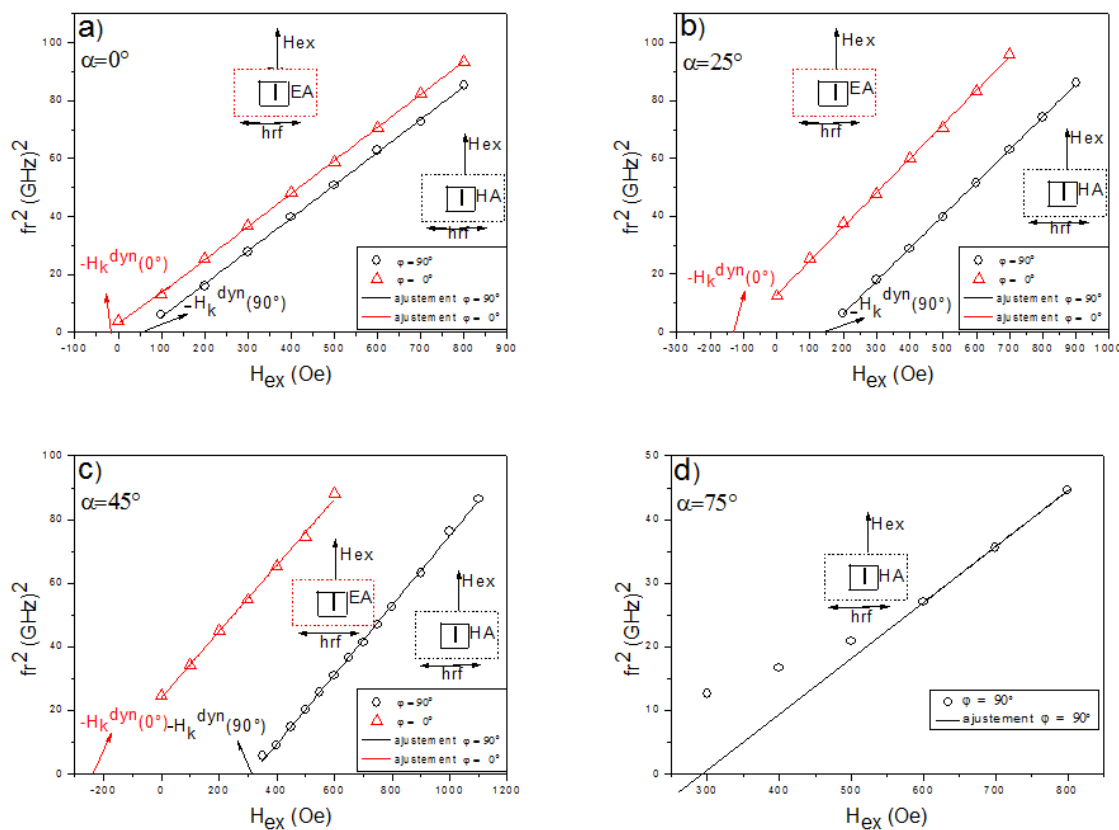


Figure 3.18 Variation du carré de la fréquence de résonance en fonction du champ statique appliqué H_{ex} selon les deux axes facile (triangle rouge) et difficile (rond noir) pour les différents angles d'incidence.

Notons que pour $\alpha = 75^\circ$, il n'a pas été possible d'extraire des valeurs de fréquence de résonance dans le cas où le champ H_{ex} est appliqué suivant l'axe facile EA compte tenu de la faiblesse du signal observé sur des spectres obtenus figure (3.17 d).

Les fréquences de résonance f_r augmentent avec le champ appliqué suivant l'équation :

$$f_r = \frac{\gamma}{2\pi} \sqrt{\left(4\pi M_{\text{eff}} + H_{ex} + H_k^{\text{dyn}}\right)\left(H_{ex} + H_k^{\text{dyn}}\right)} \quad (3.4)$$

Où H_{ex} et H_k^{dyn} représentent respectivement le champ appliqué et le champ d'anisotropie dynamique ; et où $4\pi M_{\text{eff}} = 4\pi M_s - \frac{2K_{\perp}}{M_s}$ remplace $4\pi M_s$ dans l'équation de Kittel (1.47)

afin de tenir compte d'une éventuelle composante hors plan de l'anisotropie. Cette équation (3.4) qui se simplifie, dans le cas où $4\pi M_{\text{eff}} \gg H_{\text{ex}} + H_{\text{k}}^{\text{dyn}}$ par :

$$f_r = \frac{\gamma}{2\pi} \sqrt{(4\pi M_{\text{eff}})(H_{\text{ex}} + H_{\text{k}}^{\text{dyn}})} \quad (3.5)$$

Le champ d'anisotropie dynamique $H_{\text{k}}^{\text{dyn}}$ peut différer ainsi du champ d'anisotropie uniaxiale $H_{\text{k}}^{\text{stat}}$ mesuré en statique :

$$H_{\text{k}}^{\text{dyn}}(\varphi) = H_{\text{k}}^0 + H_{\text{k}}^{\text{stat}} \cos(2\varphi) \quad (3.6)$$

Où φ est l'angle entre l'axe de facile d'aimantation et le champ appliqué (ici $\varphi = 0^\circ$ et 90°). Selon Phuoc et al. [81], le champ effectif supplémentaire H_{k}^0 peut être interprété selon la théorie des ondulations de Hoffman [76]. Selon cette théorie, il existe un champ isotrope efficace supplémentaire obtenu à partir des spectres de la perméabilité. Ce champ dépend fortement d'une constante dite d'ondulation qui peut provenir des anisotropies aléatoires locales de la distribution isotrope. Pour cette raison, ce champ est inclus uniquement dans $H_{\text{k}}^{\text{dyn}}$. Dans les systèmes couplés ferromagnétique/antiferromagnétique, H_{k}^0 est interprété comme un terme d'anisotropie rotatoire [82] dû à des spins non-compensés qui suivent l'aimantation du ferromagnétique. Il en est de même pour les systèmes qui présentent des « stripe domains » [75].

Pour chaque configuration, les mesures du carré de la fréquence en fonction de H_{ex} peuvent donc être ajustées par une droite. L'intersection entre la droite ajustée pour H_{ex} positifs et la droite horizontale $f_r^2 = 0$ nous permet d'extraire les valeurs du champ d'anisotropie dynamique $H_{\text{k}}^{\text{dyn}}(0^\circ)$ et $H_{\text{k}}^{\text{dyn}}(90^\circ)$ (fig. 3.18).

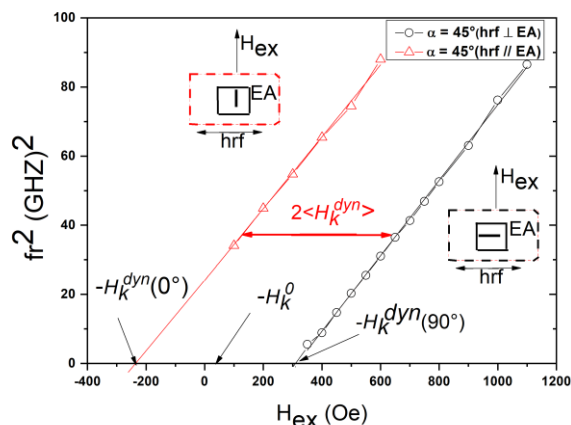


Figure 3.19 Variation du carré de la fréquence en fonction du champ statique appliqué H_{ex} selon les deux axes facile et difficile pour $\alpha = 45^\circ$.

En appliquant l'équation (3.6) et à l'aide des droites ajustées (fig. 3.18), on déduit H_k^0 et l'anisotropie dynamique moyenne $\langle H_k^{\text{dyn}} \rangle$, à titre d'exemple pour $\alpha = 45^\circ$ (fig. 3.19). Le tableau (3.5) présente ces valeurs obtenues pour les différents angles de dépôt.

α ($^\circ$)	H_k^{stat} (Oe)	$H_k^{\text{dyn}}(\theta = 0^\circ)$ (Oe)	$H_k^{\text{dyn}}(= 90^\circ)$ (Oe)	H_k^{dyn} moy (Oe)	H_k^0 (Oe)
0	40	18	-54	36	-18
25	112	110	-144	127	-17
45	226	234	-318	276	-42

Tableau 3.5 Comparaison entre le champ d'anisotropie statique et dynamique (facile et difficile) pour les différents angles d'incidence.

Pour $\alpha = 0^\circ, 25^\circ$ et 45° , les valeurs $\langle H_k^{\text{dyn}} \rangle$ sont très proches de celles de H_k^{stat} et les valeurs de H_k^0 sont assez faibles, ce qui confirme le bon accord en fréquence obtenu sans champ (fig. 3.15). Pour $\alpha = 75^\circ$, seul $H_k^{\text{dyn}}(90^\circ)$ peut être mesuré ce qui ne permet pas d'estimer correctement H_k^0 et $\langle H_k^{\text{dyn}} \rangle$. De plus, nous avons considéré uniquement les points à champs élevés pour l'ajustement. En effet, on observe à bas champs une déviation des mesures par rapport à la loi linéaire qui est due au fait que, pour des faibles valeurs de champs, l'échantillon n'est pas totalement saturé. En effet, pour $\alpha = 75^\circ$, on peut observer (fig. 3.18 d) que quand le champ est appliqué suivant l'axe difficile, l'échantillon n'est saturé qu'à partir de 600 Oe. Ce comportement a déjà été observé et interprété par Soh et al. [83] comme étant dû à l'existence d'une anisotropie rotatoire, associée à la présence de « stripe domain » et dont l'intensité décroît quand le champ appliqué augmente.

A partir des pentes des droites ajustées (fig. 3.18), nous avons extrait les valeurs de $4\pi M_{\text{eff}}$, pour une valeur de $\gamma/2\pi$ fixée à 2.8GHz/KOe [21], [78] que nous avons comparée (fig. 3.20) à celles de $4\pi M_s$ obtenues par VSM.

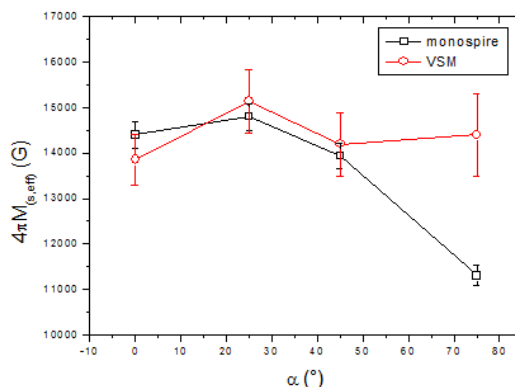


Figure 3.20 Comparaison entre l'aimantation à saturation effective $4\pi M_{\text{eff}}$ et statique $4\pi M_s$.

De nouveau, des valeurs très proches sont obtenues par les méthodes statique et dynamique pour $\alpha = 0^\circ, 25^\circ$ et 45° . La forte différence observée pour $\alpha = 75^\circ$ pourrait indiquer pour cet angle d'incidence la présence d'une très forte contribution perpendiculaire ($4\pi M_{\text{eff}} = 4\pi M_s - \frac{2K_{\perp}}{M_s}$). Néanmoins, le faible nombre de valeurs sur lesquelles est effectué l'ajustement impose la prudence dans l'interprétation.

Nous présentons enfin (fig. 3.21), les largeurs à mi-hauteur mesurées sur la partie imaginaire des spectres de perméabilité et les facteurs d'amortissements calculés à l'aide de l'équation approximative (1.49) $\Delta f \cong \alpha \frac{\gamma}{2\pi} 4\pi M_{\text{eff}}$.

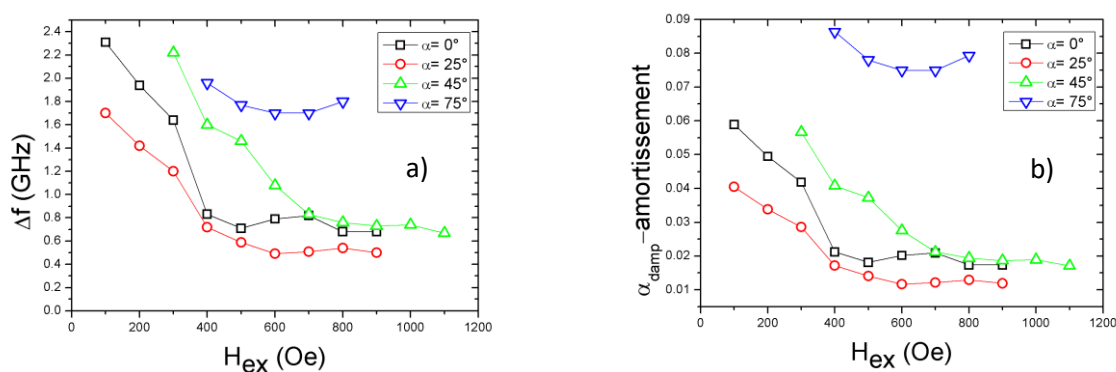


Figure 3.21 Variation a) de la largeur à mi-hauteur Δf et b) du facteur d'amortissement effectif α_{eff} en fonction du champ externe H_{ex} selon l'axe difficile.

La diminution de la largeur à mi-hauteur et du facteur d'amortissement en fonction du champ externe, est fortement liée à l'absence des contributions extrinsèques pour des valeurs importantes du champ externe. Le facteur d'amortissement converge vers une valeur constante (fig. 3.21 b) qui présente une contribution purement intrinsèque [84]. L'amortissement intrinsèque (ou de Gilbert) est $\alpha_{int} \cong 0.01$ pour $\alpha = 0^\circ, 25^\circ$ et 45° . Par contre pour $\alpha = 75^\circ$, l'amortissement est presque constant et beaucoup plus élevé. Ce résultat est une conséquence pour cet échantillon de la diminution importante de l'aimantation $4\pi M_{eff}$.

Les valeurs de $4\pi M_{eff}$ et $\langle H_k^{dyn} \rangle$ pour $\alpha = 75^\circ$ posent question. Afin de lever les doutes sur ces résultats et de déterminer précisément la valeur du champ supplémentaire et celle de l'aimantation effective $4\pi M_{eff}$, nous avons réalisé des mesures en résonance ferromagnétique RFM. Cette technique permet en outre d'étudier le comportement du champ d'anisotropie en fonction des angles, non limités à $\varphi = 0^\circ$ et $\varphi = 90^\circ$, et en fonction de la fréquence.

3.5.2 Etude par la méthode RFM

Dans cette partie concernant les expériences menées en RFM large bande nous allons extraire les différents paramètres intrinsèques des matériaux: les contributions d'anisotropie et d'amortissement, le facteur gyromagnétique et l'aimantation à saturation. Pour cela, nous avons effectué deux types de mesure : le premier, à fréquence constante, consiste à faire varier l'angle azimutal φ entre le champ statique appliqué dans le plan du film et le champ de la cellule. Le deuxième consiste à faire varier la fréquence pour une configuration de champs donnée.

3.5.2.1 Spectres RFM dans le plan.

Quatre séries de mesures dans le plan de la couche pour chaque échantillon ont été réalisées : nous avons fait des mesures en rotation pour deux fréquences (7 et 11 GHz) et deux séries de mesures en balayant la fréquence : nous avons appliqué le champ suivant la direction de facile de l'aimantation (x1) pour la première série et suivant la direction difficile de l'aimantation (x2) pour la deuxième.

3.5.2.1.1 Spectres en rotation

Les figures (3.22) et (3.23) représentent respectivement les spectres en fonction du champ appliqué pour différents angles d'incidence α obtenus pour une fréquence fixe de 7 et de 11 GHz.

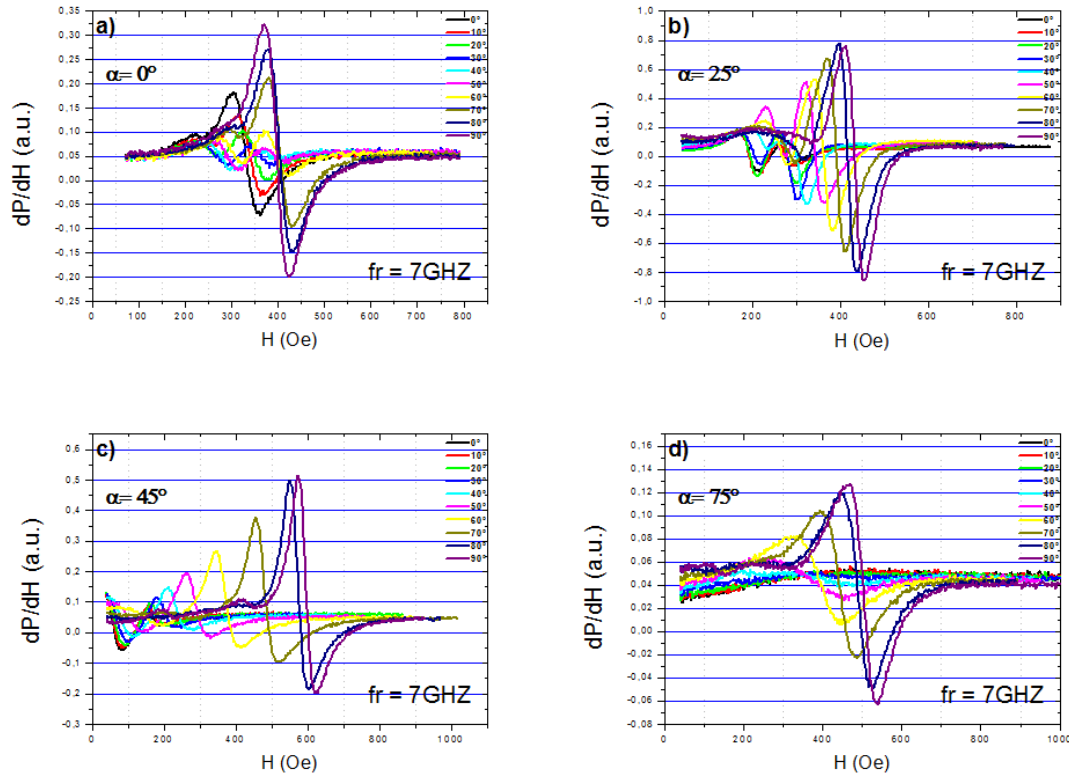


Figure 3.22 Spectres RFM des différents angles d'incidence à 7 GHz lorsque ϕ varie entre 0° et 90° .

Il faut noter que nos échantillons présentent selon la configuration donnée, des spectres présentant deux excitations. Une excitation intense pour un champ élevé et une autre excitation ayant un champ plus faible. Cette dernière excitation est attribuée au mode SSW (standard spin wave) ou mode stationnaire d'onde de spin et la première excitation correspond au mode fondamental ou uniforme. On constate que le mode SSW dans le plan du film conserve le même décalage de l'ordre de 100 Oe par rapport au mode fondamentale pour les deux fréquences 7 et 11 GHz, les légères variations étant dues aux différences d'épaisseur.

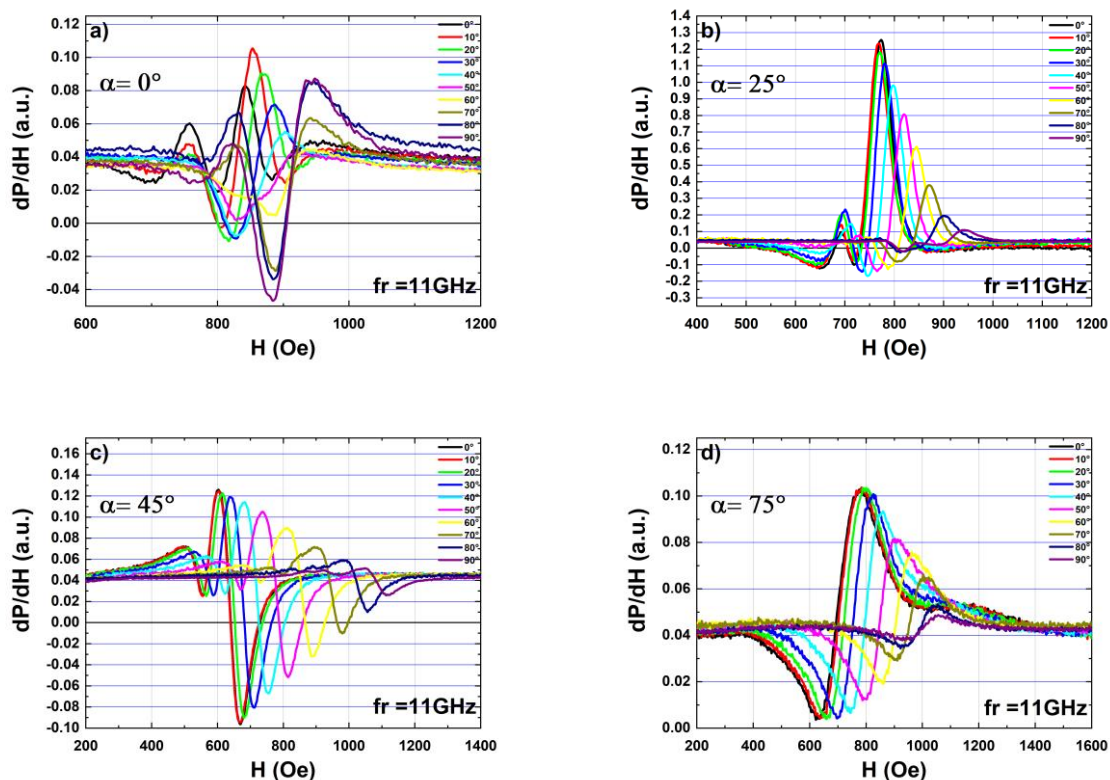


Figure 3.23 Spectres RFM des différents angles d'incidence à 11 GHz lorsque ϕ varie entre 0° et 90° .

On a remarqué pour l'échantillon 75° à 7 GHz l'absence d'un champ de résonance pour des angles ϕ proches de l'axe facile où le champ de résonance est minimal : le signal faible et de largeur importante est noyé dans le bruit fond. On s'aperçoit par ailleurs que le spectre du mode SSW devient dissymétrie autour de l'axe difficile ce qui rend la détermination du champ de résonance plus compliquée. En effet, lorsque l'angle varie, compte tenu du dispositif expérimental, nous passons d'une configuration parallèle où le champ appliqué est parallèle au champ radiofréquence, à une configuration perpendiculaire. Cette différence de configuration entre le champ statique et le champ RF implique que l'excitation n'est pas strictement identique lorsque l'angle varie, ce qui pourrait expliquer la dissymétrie des spectres [85].

3.5.2.1.2 Spectres en fréquence

A titre d'exemple, pour $\alpha = 45^\circ$, nous montrons (fig. 3.24) les spectres à des fréquences variables en fonction du champ lorsque ce dernier est appliqué le long de la direction de difficile de l'aimantation.

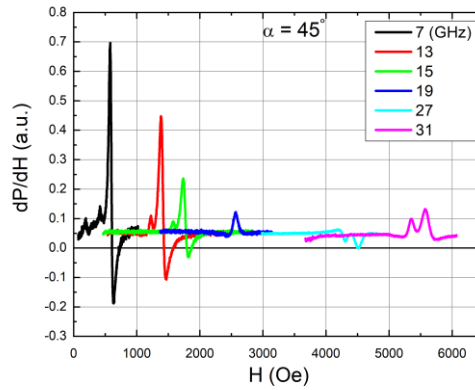


Figure 3.24 Spectres RFM des quatre échantillons étudiés à différentes fréquences lorsque le champ statique est appliqué le long de la direction de difficile de l'aimantation x_2 .

Pour tous les échantillons les spectres changent de forme en fonction de la fréquence aux fréquences élevées comme il est possible de l'observer sur la figure à partir de 19 GHz. Les déphasages observés pourraient être dus au fait que le champ RF est non uniforme sur toute la longueur des échantillons et/ou qu'il est soumis à des réflexions multiples aux bords des échantillons [85]. Ces phénomènes dépendant de la longueur d'onde au regard de la taille de nos échantillons ($2 \times 2 \text{ mm}^2$), ils pourraient expliquer les variations observées en fonction de la fréquence.

3.5.2.2 Aimantation effective

A partir des spectres en fréquence, nous avons tracé les courbes de la pulsation au carrée ($w = 2\pi f$) en fonction du champ de résonance pour le mode fondamental (fig. 3.25).

Les graphes montrent un écart en champ entre les deux axes x_1 et x_2 . Cet écart est lié au champ d'anisotropie uniaxiale qui est faible pour $\alpha = 0^\circ$ et devient plus important pour $\alpha = 45^\circ$. Nous pouvons ajuster les fréquences mesurées avec l'équation polynomiale du second degré obtenue à partir de l'équation (3.7) en considérant que $H_k^{\text{dyn}} \ll 4\pi M_{\text{eff}}$:

$$w^2 = \gamma^2 H^2 + \gamma^2 (4\pi M_{\text{eff}} + H_k^{\text{dyn}}) H + \gamma^2 4\pi M_s H_k^{\text{dyn}} \quad (3.7)$$

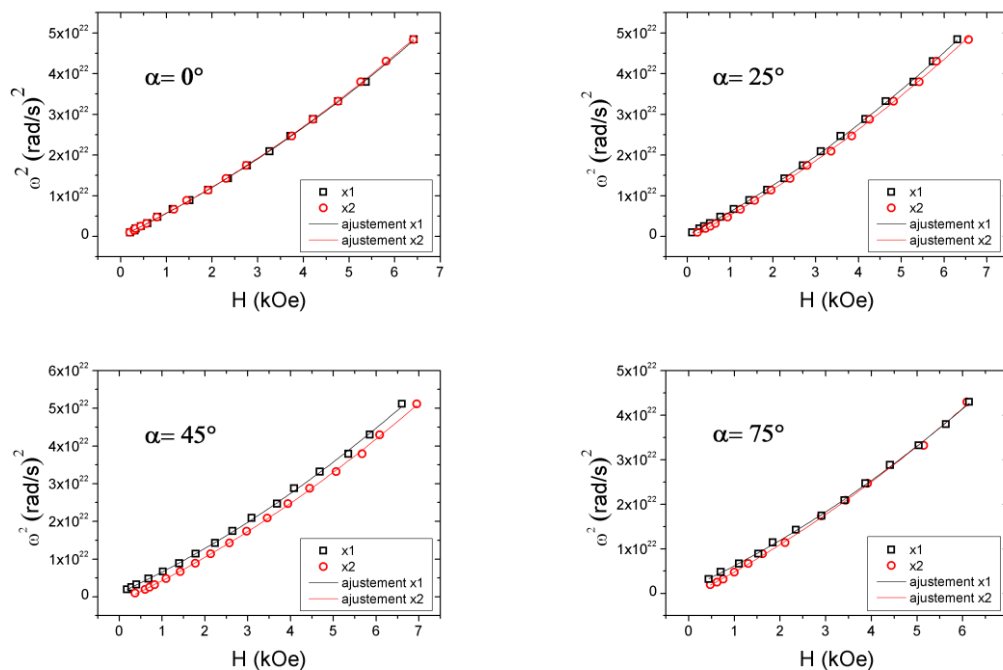


Figure 3.25 Evolution de la pulsation au carré en fonction du champ de résonance du mode fondamental pour les différents angles d'incidence.

Nous pouvons ainsi estimer les valeurs du facteur gyromagnétique γ et de l'aimantation effective $4\pi M_{\text{eff}}$. La figure (3.26 a) compare les valeurs de $4\pi M_{\text{eff}}$ obtenues par RFM aux valeurs de $4\pi M_s$ obtenues par VSM pour les quatre échantillons. Ces mesures montrent que les valeurs de $4\pi M_{\text{eff}}$ obtenues par la méthode RFM, comme celles obtenues par la méthode monospire sont très proches de l'aimantation à saturation $4\pi M_s$, pour α allant de 0° à 45° . Par contre, pour $\alpha = 75^\circ$, l'écart important qui existait entre $4\pi M_{\text{eff}}$ mesurée par monospire et $4\pi M_s$ a quasiment disparu quand $4\pi M_{\text{eff}}$ est mesuré par RFM. La valeur RFM résultant d'un ajustement sur beaucoup plus de points [86] est bien plus fiable et elle résulte notamment de mesures faites à champs très fort pour lesquelles il n'existe pas les problèmes de saturation mentionnés dans le cas des mesures par monospire. De plus, la figure (3.26 b) montre que les valeurs obtenues pour γ sont toutes proches de la littérature [21] et correspondent à un facteur de Landé g compris entre 2 et 2,15.

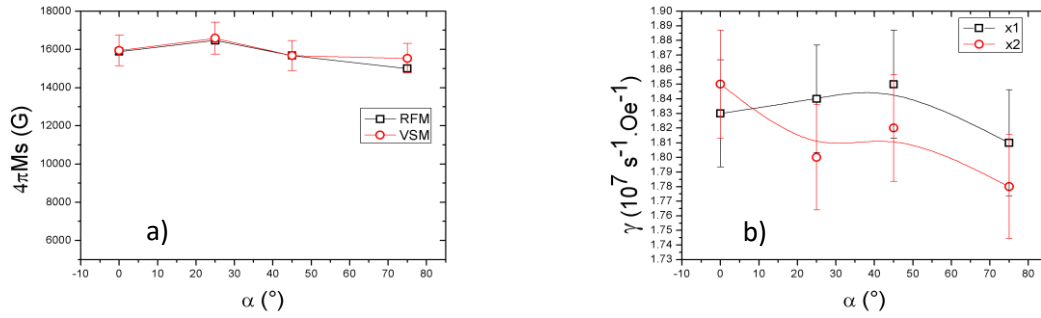


Figure 3.26 Evolution a) de l'aimantation à saturation effectif (carreau noir) et statique (rond rouge) et b) du facteur gyromagnétique en fonction de l'angle d'incidence.

3.5.2.3 Anisotropie rotatoire

Dans cette partie nous exploitons les spectres en rotation présentés (fig. 3.22 et 3.23) afin de caractériser l'anisotropie planaire. La figure (3.27) montre l'évolution du champ de résonance en fonction de l'angle ϕ obtenue pour les fréquences de 7 GHz et 11GHz.

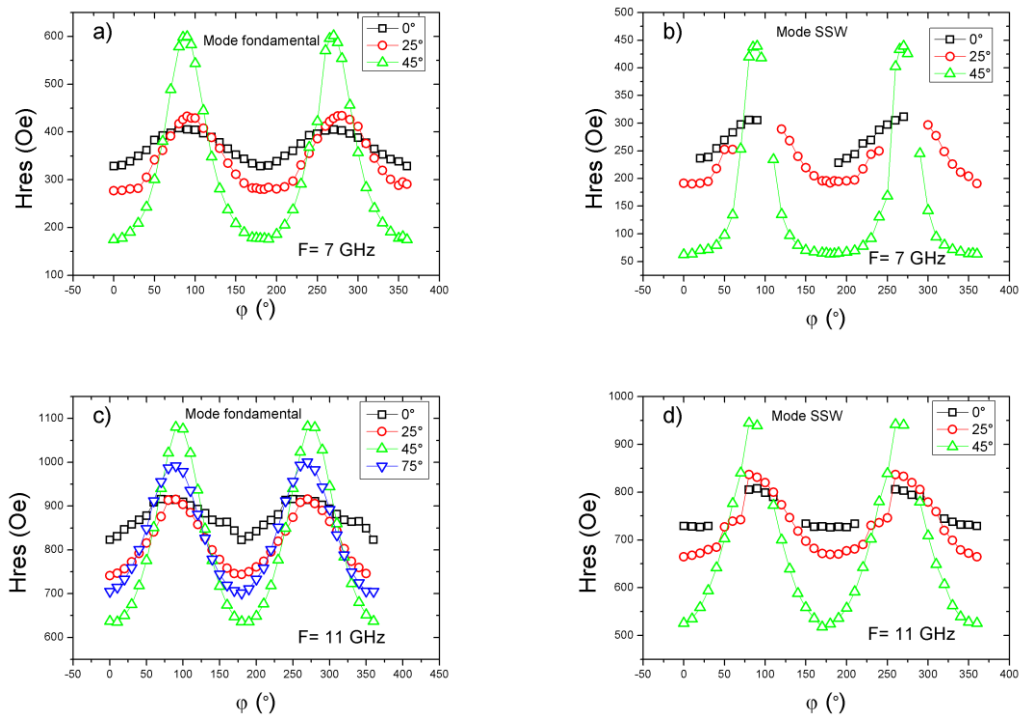


Figure 3.27 Evolution du champ de résonance en fonction de l'angle ϕ pour les différents angles d'incidence à a) 7 GHz et c) 11 GHz pour le mode fondamental et b) 7 GHz et d) 11 GHz pour le mode SSW.

La figure (3.27) montre un comportement typique du film uniaxial. Deux minima de champ de résonance de même valeur correspondent à une direction de facile d'aimantation et deux

maxima de même valeur correspondent à une direction de difficile l'aimantation. Le mode SSW a été détecté pour les trois échantillons $\alpha = 0^\circ, 25^\circ$ et 45° et présente la même symétrie. Cela montre que la résonance de ce mode est également régie par l'anisotropie uniaxiale. Les mesures obtenues pour le mode fondamental pour les quatre échantillons (fig. 3.27) sont comparées à une simulation macrospin.

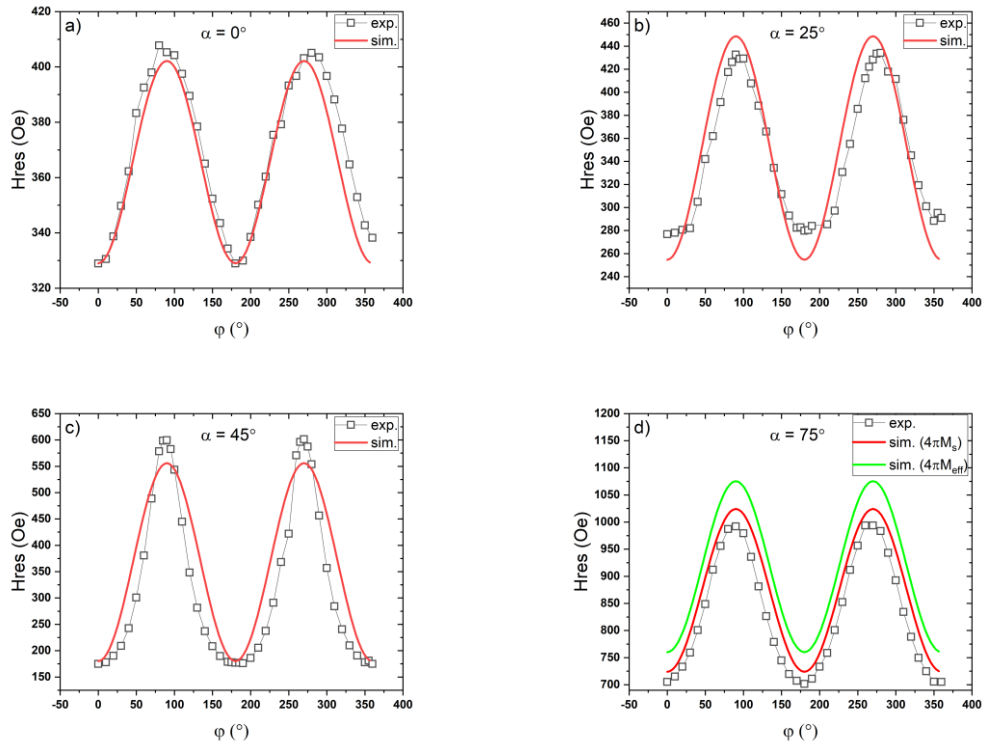


Figure 3.28 Evolution du champ de résonance expérimental et théorique en fonction de l'angle ϕ pour les angles d'incidence α a) 0° , b) 25° et c) 45° à 7 GHz et d) 75° à 11 GHz.

La simulation est effectuée à partir de l'équation (3.9) du champ de résonance et est représenté dans la figure (3.28) pour les quatre échantillons :

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = [H \cos(\varphi - \varphi_h) + H_k \cos^2 \varphi + 4\pi M_s + H_k^0 \cos^2(\varphi - \varphi_h)] \times [H \cos(\varphi - \varphi_h) + H_k \cos 2\varphi + H_k^0 \cos 2(\varphi - \varphi_h)] \quad (3.8)$$

On peut alors en déduire la dépendance angulaire du champ de résonance ferromagnétique H_{res} :

$$H_{\text{res}} = \frac{H_k(1 - 3 \cos^2 \varphi) - 4\pi M_s + \sqrt{[(H_k \sin^2 \varphi + 4\pi M_s)^2 + 4 \left(\frac{W}{\gamma}\right)^2]}{2 \cos(\varphi - \varphi_h)} \quad (3.9)$$

Pour tous les échantillons, nous avons considéré les valeurs trouvées par les mesures statiques et un terme rotatoire H_k^0 nul. Pour tous les échantillons les valeurs de H_k , données par l'amplitude de la sinusoïde, correspondent bien. Pour les angles d'incidence ($\alpha = 0^\circ$, $\alpha = 25^\circ$ et $\alpha = 45^\circ$), il n'existe pas de décalage isotrope entre les courbes simulées et expérimentales. Un tel décalage étant généré par H_k^0 , nous pouvons en conclure que les faibles valeurs de H_k^0 trouvées à partir de 2 points issus des mesures effectuées par monospire n'étaient pas significatives. Pour $\alpha = 75^\circ$, le décalage, de l'ordre de 50 Oe, peut être attribué à H_k^0 ou aux incertitudes portant sur la mesure de $4\pi M_s$ (5%). Notons que si nous prenons en compte, l'éventuelle contribution d'une anisotropie perpendiculaire en remplaçant $4\pi M_s$ par $4\pi M_{\text{eff}}$ (fig. 3.28) dans l'équation (3.9), le décalage augmente légèrement de 30 à 70 Oe. Nous ne sommes donc pas en mesure de conclure de manière certaine sur la présence de ce terme rotatoire, et c'est ce qui a motivé les mesures MFM que nous présenterons par la suite.

3.5.2.4 Relaxation magnétique

La dépendance de la largeur de raie a également été étudiée dans le plan de la couche. Les mesures de ΔH_{pp} en fréquences ont été réalisées dans une large gamme allant de 1 à 40 GHz. L'évolution de ce terme nous permet de déterminer les différentes contributions à la relaxation magnétique et notamment : contributions intrinsèques et extrinsèques. La figure (3.29) montre une dépendance globalement linéaire de la largeur de raie en fonction de la fréquence pour tous les échantillons. Certaines valeurs ne sont pas reportées à cause de la dissymétrie des spectres.

Dans un premier temps, nous allons considérer une dépendance purement linéaire en fréquence qui ne prend en compte que la contribution de Gilbert et la contribution extrinsèque d'inhomogénéité. L'ajustement linéaire de la largeur de raie issue des mesures expérimentales (fig. 3.29) est réalisé à partir de l'expression (3.10) ci-contre :

$$\Delta H_{\text{pp}} = 1.16 \frac{\alpha}{\gamma \cos \beta} 2\pi f + \Delta H_0 \quad (3.10)$$

Il est à noter que les valeurs de $\beta = \varphi - \varphi_h$ pour les deux géométries x1 et x2 sont nulles, ce qui simplifie l'expression, les valeurs de γ sont celles obtenues à partir de la figure (3.26 b).

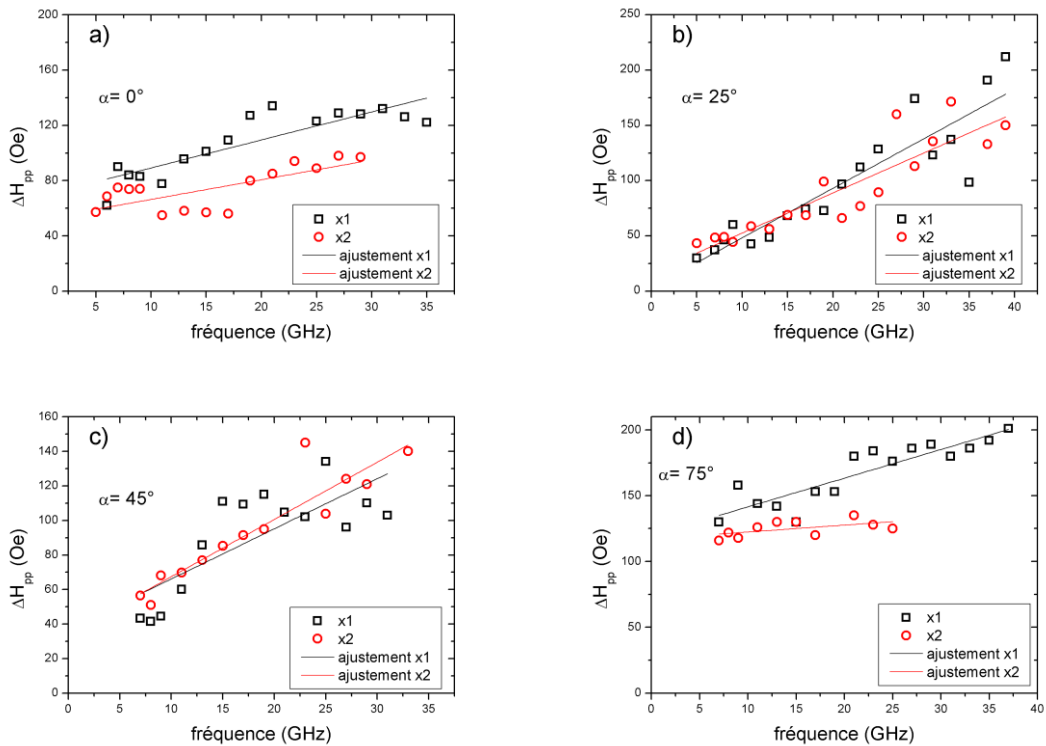


Figure 3.29 Evolution de la largeur à mi-hauteur en fonction de la fréquence excitatrice pour les différents angles d'incidence suivant x1 (carreau noir) et suivant x2 (rond rouge).

La figure (3.30) montre les valeurs de α_G et ΔH_0 obtenues par cet ajustement.

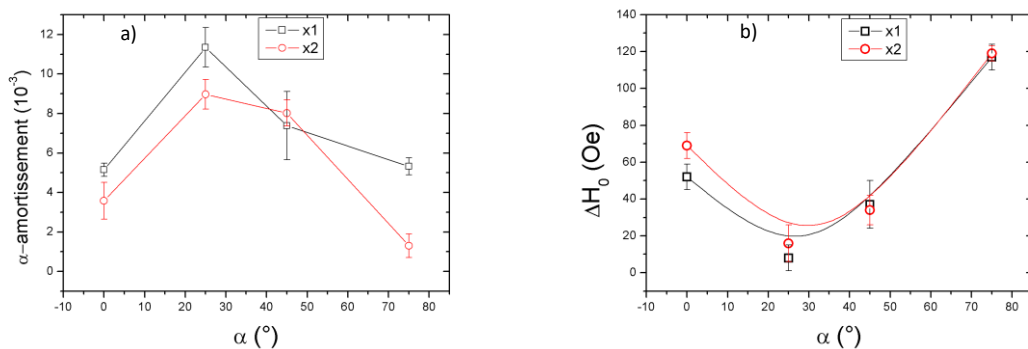


Figure 3.30 Evolution des paramètres de relaxation pour les différents angles d'incidence suivant x1 et x2 a) la contribution intrinsèque de Gilbert α_G et b) la contribution extrinsèque ΔH_0 .

Les valeurs de ΔH_0 élevées peuvent être attribuées à la non-uniformité du champ de résonance RF dans toute la longueur de l'échantillon. La valeur particulièrement élevée obtenue pour $\alpha = 75^\circ$ s'explique par le fort gradient d'épaisseur existant de cet échantillon.

Le facteur d'amortissement α_G présente quant à lui une différence entre les deux directions facile et difficile de l'aimantation. Ce facteur est plus grand suivant l'axe facile à l'exception de l'échantillon $\alpha = 45^\circ$. Cette différence entre les deux axes suggère l'existence d'un facteur d'amortissement anisotrope dans nos échantillons. L'origine de cette anisotropie n'est pas facile à interpréter mais dans la littérature, elle a été attribuée à l'interaction spin orbite [87].

La figure (3.31) montre la largeur de raie ΔH_{pp} qui présente la différence en champ pic à pic de la dérivée du signal mesuré sur les spectres en rotation (fig. 3.23) à 11 GHz pour les quatre échantillons.

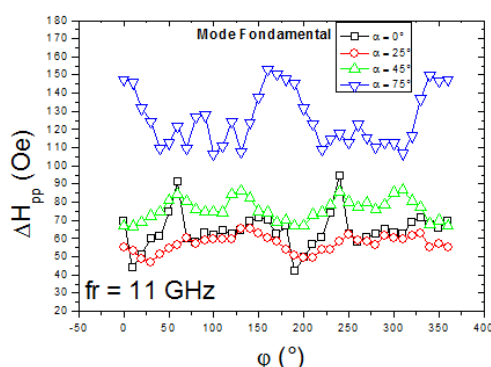


Figure 3.31 Evolution de la largeur à mi-hauteur en fonction de l'angle ϕ pour les différents angles d'incidence à une fréquence de 11 GHz pour le mode fondamental.

La dépendance de largeur de raie pour le mode fondamental en fonction de l'angle azimutal pour les quatre échantillons déposés à différents angles ne reflète pas la dépendance uniaxiale observée au champ de résonance en fonction de l'angle azimutal (cf. 3.5.2.3 fig. 3.27). Par ailleurs, la figure (3.31) montre que la largeur de raie augmente avec l'incidence de dépôt α . Enfin la figure (3.31) illustre le caractère anisotrope de l'échantillon $\alpha = 75^\circ$ observé sur le facteur d'amortissement α_G .

Considérons désormais le terme à deux magnons qui, selon Arias et Mills [44], est important lorsque les défauts de surface et d'interface créent une non-uniformité de l'anisotropie à travers le film. L'équation d'Arias Mills est donnée par :

$$\Delta H_{pp} = 1.16 \frac{\alpha}{\gamma \cos \beta} 2\pi f + 1.16T \sin^{-1} \frac{\sqrt{\omega^2 + (\omega_0/2)^2} - \omega_0/2}{\sqrt{\omega^2 + (\omega_0/2)^2} + \omega_0/2} + \Delta H_0 \quad (3.11)$$

Où T représente dans l'équation (3.11) la force du processus de diffusion à deux magnons et $\omega_0 = \gamma \times 4\pi M_{\text{eff}}$, la valeur de l'aimantation à saturation effective étant déduite (cf. 3.5.2.2 fig.26 a). Les paramètres que l'on ajuste dans cette expression sont : α , T et ΔH_0 . Le meilleur ajustement pour $\alpha = 75^\circ$ est représenté dans la figure (3.32).

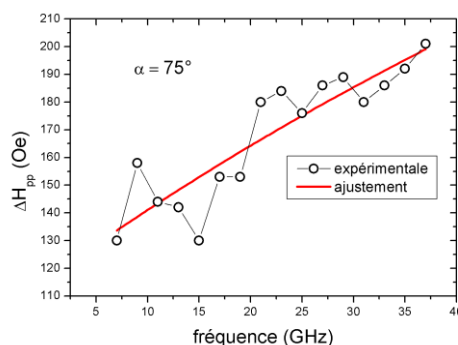


Figure 3.32 Evolution de la largeur à mi-hauteur en fonction de la fréquence excitatrice pour l'échantillon $\alpha = 75^\circ$ et l'ajustement de la courbe expérimentale (droite rouge) en ajoutant le terme à deux magnons ΔH_{2M} .

Il est important de mentionner que les valeurs de α_G ont été prises entre 0.0027 et 0.0039 pour déterminer les deux autres paramètres. Nous avons choisi ces valeurs de α_G proches des valeurs trouvées dans la littérature [88]. Ainsi, les paramètres de l'ajustement sont récapitulés dans le tableau (3.6):

α ($^\circ$)	T (Oe)	α_G (10^{-3})	ΔH_0 (Oe)
0	57 (± 17)	2.81 (± 0.32)	64.1 (± 7.24)
25	151 (± 12)	3.92 (± 0.58)	3.21 (± 2.1)
45	80 (± 30)	3.48 (± 0.54)	29.4 (± 14.1)
75	50 (± 16)	3.27 (± 0.27)	116 (± 8)

Tableau 3.6 Paramètres déduits de l'ajustement de la largeur de raie en fonction de la fréquence en ajoutant le terme à deux magnons pour les différents angles d'incidence.

L'ajustement montre une incertitude importante sur la valeur de T à cause de la dispersion des mesures. Les valeurs de l'inhomogénéité ΔH_0 varie légèrement lors du l'ajout du terme à deux magnons ΔH_{2M} . Il est peut être observé d'après le tableau (3.6) que nos échantillons présentent des contributions à deux magnons (T) qui sont pas négligeables et surtout pour l'échantillon $\alpha = 25^\circ$ qui présente une très faible inhomogénéité ΔH_0 . Notons que dans la

littérature les études sur la contribution à deux magnons concerne les films polycristallins [89] et monocristaux [90]. Néanmoins, une contribution significative de ce terme a déjà été observé dans les cas des couches minces amorphes d'épaisseur comparable à la nôtre [91].

3.6 Observations des domaines magnétiques

3.6.1 Observation par microscopie à force magnétique (images MFM) des échantillons

Afin de mieux comprendre l'existence ou pas des « stripe domains », ou des domaines en bandes nous avons pu effectuer des images MFM, dans ce cadre d'une collaboration avec André Thiaville de l'université Paris Sud.

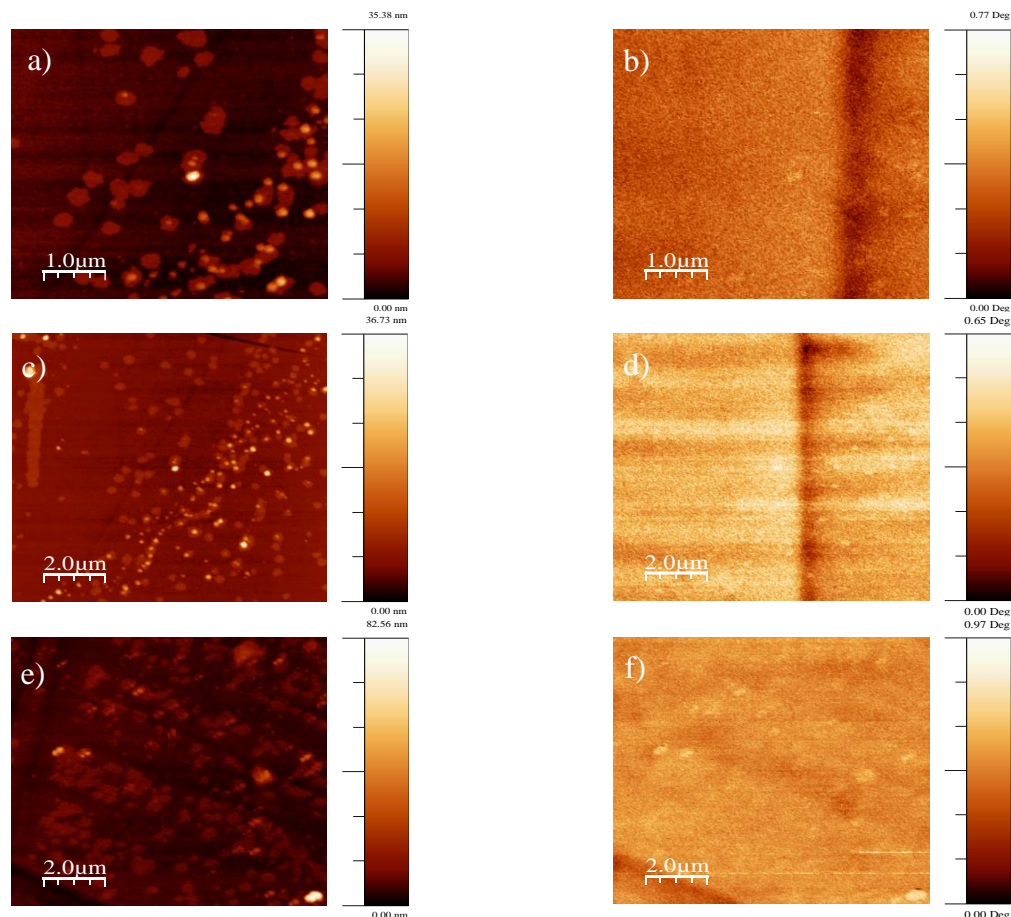


Figure 3.33 Images topographiques (a et c) pour $\alpha = 45^\circ$ et e) pour $\alpha = 75^\circ$. Images MFM (b et d) pour $\alpha = 45^\circ$ et f) pour $\alpha = 75^\circ$.

Sur l'image topographique (fig. 3.33) nous retrouvons les terrasses observées précédemment. Nous observons sur les images MFM de l'échantillon $\alpha = 45^\circ$ à droite (fig. 3.33 b et d) une paroi qui se déplace. On peut estimer que les parois sont séparées de 10 microns. Pour $\alpha = 75^\circ$,

on a eu une bande mais qui est moins marquée par rapport à celle de l'échantillon $\alpha = 45^\circ$. Nous avons pu estimer que les parois sont séparées de 10 microns. A partir des surfaces analysées, les microstructures magnétiques n'ont pas un ordre clair pour nos échantillons et nous n'avons pas observé de « stripe domains ». Pour approfondir notre analyse et avoir une idée sur les domaines en prenant une autre échelle, nous allons avoir utilisé une autre imagerie magnétique : l'image Kerr optique.

3.6.2 Observation par microscopie magnéto-optique (effet Kerr) des échantillons

Les échantillons étant à aimantation plane, une première série d'observations a été menée dans la configuration adaptée, appelée longitudinale, à savoir qu'on applique des champs magnétiques selon une direction dans le plan, et que la lumière arrive obliquement le long de cette direction dans le plan. La rotation de polarisation de la lumière réfléchiée est alors proportionnelle à l'aimantation plane dans cette même direction.

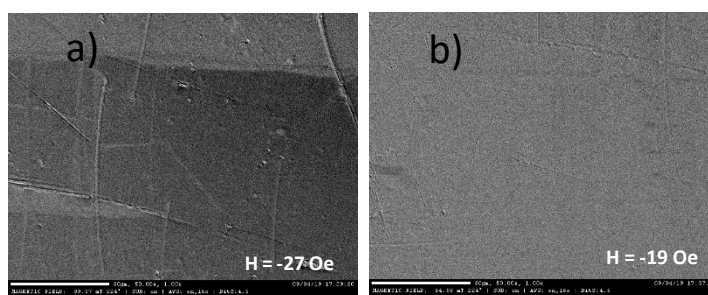


Figure 3.34 Images (Kerr optique) pour l'angle d'incidence $\alpha = 75^\circ$ selon la configuration longitudinale.

Les images montrent des grands domaines (fig. 3.34 a), orientés le long du champ lorsque l'échantillon présente sa direction facile proche de celle du champ appliqué (il a parfois fallu tourner l'échantillon pour arriver à cette configuration). On remarque aussi que le renversement peut s'initier en certains points par la création de fins domaines en forme de pointes (fig. 3.34 b). Ceci correspond à un échantillon à aimantation planaire, avec une anisotropie dans le plan.

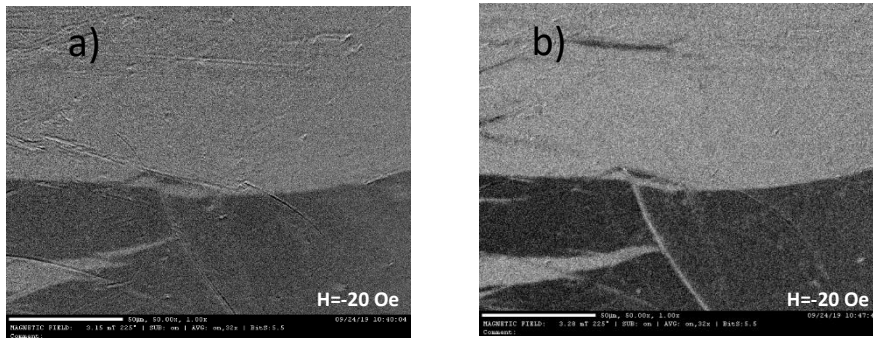


Figure 3.35 Images (Kerr optique) pour l'angle d'incidence $\alpha = 75^\circ$ selon a) la configuration longitudinale et b) la configuration polaire pour un même champ appliqué.

En configuration longitudinale, du fait que l'angle d'incidence n'est pas de 90° , on ne peut toutefois pas exclure une contribution à la rotation de polarisation de l'aimantation normale au plan de la couche. Afin de tester ceci, une seconde série d'observations a été faite en configuration dite polaire, dans laquelle la lumière est incidente normalement à la surface, tout en gardant le champ magnétique appliqué dans le plan de l'échantillon. Comme le montrent les images (fig. 3.35) et pour un même champ appliqué suivant les deux configurations, la première surprise a été d'obtenir des contrastes encore plus importants dans la configuration polaire (fig. 3.35 b).

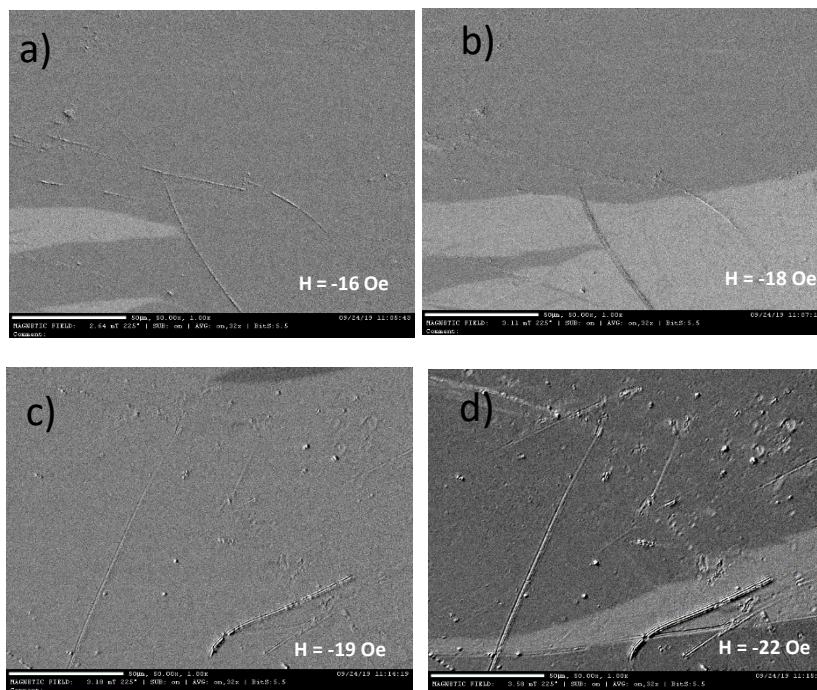


Figure 3.36 Images (Kerr optique) pour l'angle d'incidence $\alpha = 75^\circ$ selon la configuration polaire (a-b) sont suivant l'axe x et (d-e) sont suivant l'axe $-x$.

En tournant dans le plan l'échantillon de 180° pour la configuration polaire, on observe que les contrastes observés s'inversent (fig. 3.36). Ceci indique qu'il existe dans l'échantillon une direction (appelons la x) pour laquelle une aimantation selon $+x$ aura aussi une composante selon $+z$ (fig. 3.36 a-b), alors qu'une aimantation selon $-x$ aura aussi une composante selon $-z$ (fig. 3.36 c-d). Ceci correspond à un axe facile d'aimantation qui est oblique par rapport au plan de l'échantillon.

Les échantillons élaborés en incidence oblique ont donc tous des domaines dans lesquels l'aimantation est inclinée. La figure (3.37) montre des images réalisées en configuration polaire pour chaque échantillon.

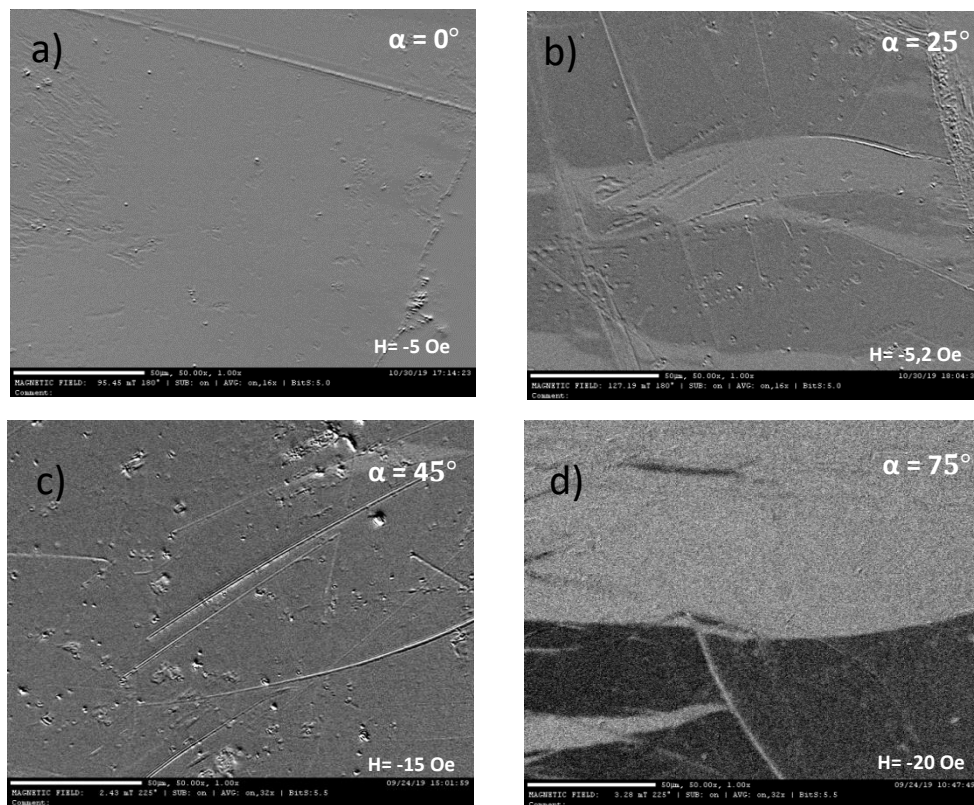


Figure 3.37 Images (Kerr optique) réalisées en configuration polaire pour les différents angles d'incidence.

On observe que le contraste est nul pour $\alpha = 0^\circ$ et qu'il augmente avec l'angle d'incidence α , ce qui pourrait indiquer qu'il en est de même de la composante perpendiculaire de l'anisotropie.

3.7 Etude en fonction des épaisseurs

Dans cette étude nous avons effectué des séries de mesures en fonction des épaisseurs pour les différents angles d'incidence :

- $\alpha = 0^\circ$ et déposés avec et sans aimant,
- $\alpha = 0^\circ, 25^\circ, 45^\circ$ et 75° et déposés sans aimant.

Le but de cette étude est de sonder et comparer les propriétés magnétiques statiques du FeCoB dans une gamme d'épaisseur allant de 16 à 813 nm en imposant les mêmes conditions de dépôt.

3.7.1 Propriété structurale

Pour chacune de ces séries, nous avons vérifié que le caractère amorphe/nanocristallin des dépôts décrit paragraphe 3 restait inchangé quelle que soit l'épaisseur du dépôt. A titre d'exemples, (fig. 3.38) les diffractogrammes obtenus pour des échantillons de différentes épaisseurs pour $\alpha = 0^\circ$ et $\alpha = 45^\circ$.

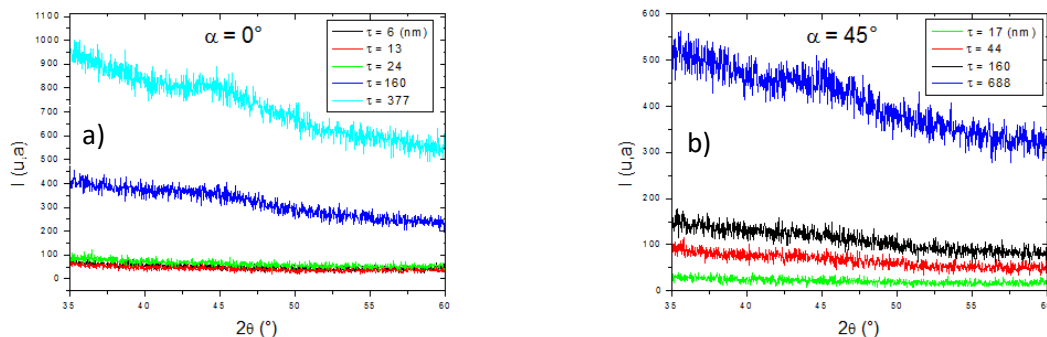


Figure 3.38 Diffractogrammes obtenus pour des échantillons de différentes épaisseurs pour a) $\alpha = 0^\circ$ et b) $\alpha = 45^\circ$.

3.7.2 Aimantation à saturation

La figure (3.39 a) montre les aimantations obtenues pour différentes épaisseurs pour les cinq séries d'échantillons. Nous avons tracé (fig. 3.39 b) l'évolution du produit $\tau \times 4\pi M_s$ en fonction de τ pour estimer la couche non magnétique responsable de la diminution de la valeur de l'aimantation observée à faible épaisseur (fig. 3.39 a).

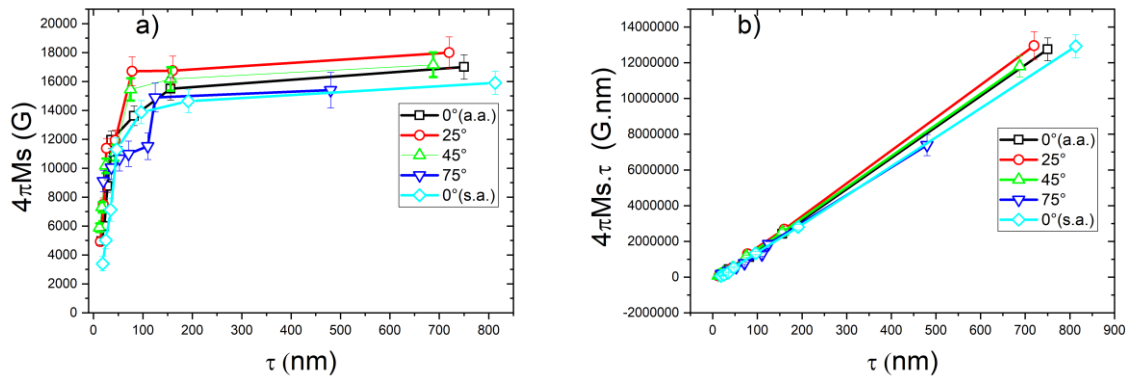


Figure 3.39 a) Variation de l'aimantation à saturation en fonction de l'épaisseur τ pour les cinq séries d'échantillons. b) Evolution du produit $\tau \times 4\pi M_s$ en fonction de l'épaisseur τ .

Les pentes des droites permettent d'obtenir les valeurs de $4\pi M_s$ qui varie de 14500 G à 17500G. L'épaisseur de la couche non magnétique, lue sur l'axe horizontal, varie de 5 à 15nm. Notons que pour $\alpha = 75^\circ$ il est possible qu'il existe une deuxième phase magnétique, de plus faible aimantation, responsable de la pente plus faible observée, $4\pi M_s = 11800$ G, pour des épaisseurs inférieures à 110 nm.

3.7.3 Champs coercitifs

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés aux champs coercitifs des échantillons déposés en incidence normale avec et sans aimant afin de mieux cerner le rôle de la dispersion angulaire d'anisotropie qui est bien plus forte sans aimant. Pour ces deux séries d'échantillons, les variations en fonction de l'épaisseur des champs coercitifs mesurés le long des axes de facile (difficile) aimantation sont montrées (fig. 3.40).

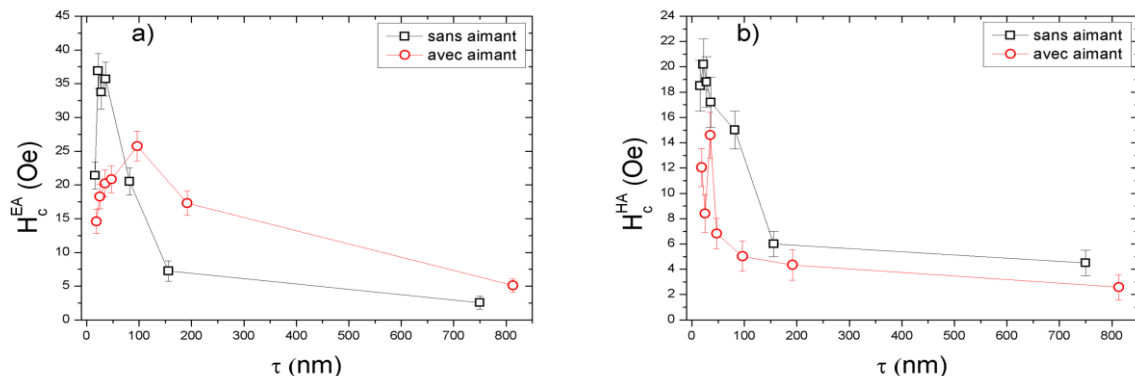


Figure 3.40 Variation en fonction de l'épaisseur des champs coercitifs avec et sans aimant mesurés le long de l'axe de a) facile et b) difficile aimantation.

Les deux faits marquants de ces évolutions sont la présence d'un maximum pour H_c^{EA} et les valeurs plus importantes de H_c^{HA} mesurées sans aimant. Afin d'analyser ces deux points, nous montrons figure (3.41), les distributions angulaires du champ coercitif mesurées pour des dépôts de 25 nm et 160 nm effectués sans aimant. Ces distributions expérimentales sont comparées à des simulations avec 1 macrospin et 4 macrospins indépendants décrites paragraphe (3.4.5.2) effectuées pour $\tau = 25$ nm.

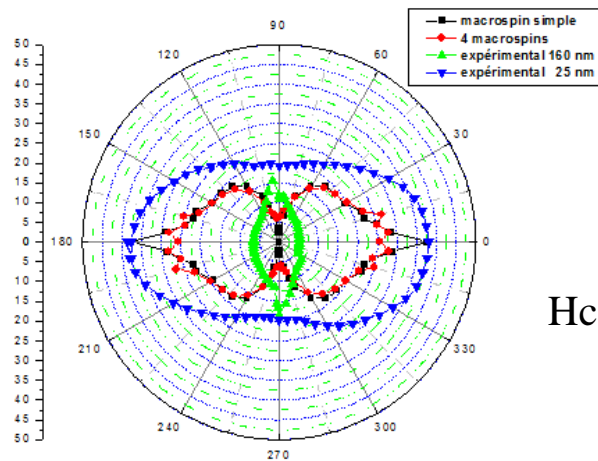


Figure 3.41 Comparaison entre les distributions angulaires expérimentales du champ coercitif pour ($\tau = 25$ nm et $\tau = 160$ nm) effectuées sans aimant et les distributions angulaires à 1 macrospin et 4 macrospins indépendants.

Le fait de tenir compte de la dispersion angulaire de l'anisotropie permet d'améliorer très sensiblement l'accord avec l'expérience ($\tau = 25$ nm) près de l'axe difficile où le renversement de l'aimantation s'effectue de manière cohérente. En effet, la dispersion angulaire d'anisotropie a pour effet d'augmenter le champ coercitif autour de l'axe difficile : ceci explique les valeurs plus élevées de H_c^{HA} mesurées de la série « sans aimant » (fig. 3.40 b). Globalement, la forme de la distribution est améliorée par la prise en compte de la dispersion d'anisotropie pour cette épaisseur. Nous avons ajouté (fig. 3.41) la distribution angulaire du champ coercitif mesurée pour $\tau = 160$ nm, les valeurs des champs d'anisotropie pour les deux épaisseurs étant très proches. La forme de la distribution a radicalement évolué et n'est plus décrite correctement par le modèle de rotation cohérente à quatre macrospins. Nous pouvons interpréter l'évolution de H_c^{EA} en considérant que, à faible épaisseur, les échantillons sont constitués de grain magnétiques couplés et possèdent des propriétés magnétiques douces. Ces propriétés se détériorent quand l'épaisseur augmente jusqu'à H_c^{EA} max ($\tau = 25$ nm) où les grains sont découplés, ce qui explique l'accord correct avec le modèle quatre macrospins indépendants. Enfin, à forte épaisseur, les grains sont de nouveau couplés et le matériau

possède de nouveau son caractère magnétique doux. Notons qu'une évolution similaire est observée pour tous les angles d'incidences comme le montre la figure (3.42).

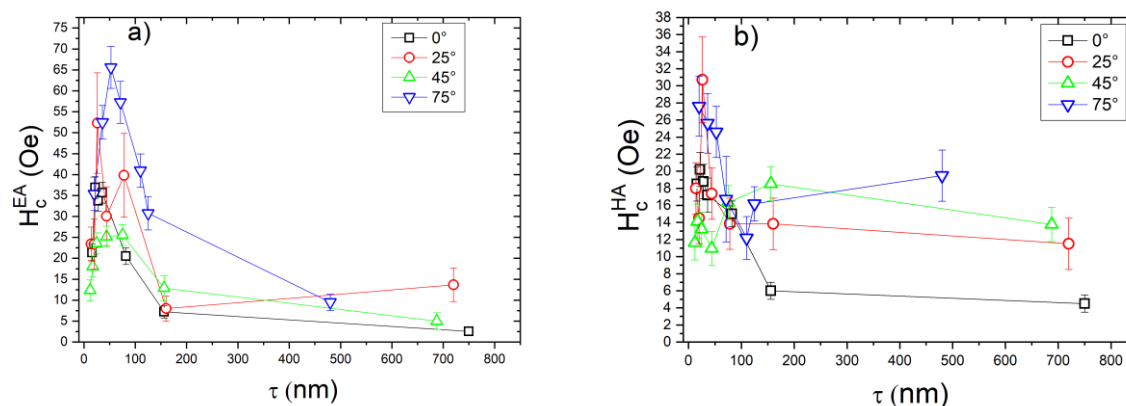


Figure 3.42 Variation en fonction de l'épaisseur des champs coercitifs pour les différents angles d'incidence mesurés le long de l'axe de a) facile et b) difficile aimantation.

Une telle évolution peut être imputée à l'apparition de centres de contraintes lors de la croissance du film [92] et/ou à la diffusion différentielle en fonction de la température du substrat des atomes de Bore entre les grains qui pourraient entraîner un découplage ferromagnétique des grains magnétiques. Notons enfin que les valeurs globalement plus élevées du champ coercitif observées pour $\alpha = 75^\circ$ peuvent être corrélées à la rugosité plus importante mentionnée au paragraphe (3.3 fig. 3.5).

3.7.4 Anisotropie uniaxiale

Rappelons que cette anisotropie ($H_k = H_k^{\text{stat}}$) est constituée d'un terme induit H_k^{ind} et d'un terme dû à l'incidence oblique du dépôt H_k^{oblique} [21]. La figure (3.43) montre l'évolution en fonction de l'épaisseur du champ d'anisotropie $H_k^{\text{ind}} = H_k^{\text{stat}}$ obtenue en incidence normale avec et sans aimant.

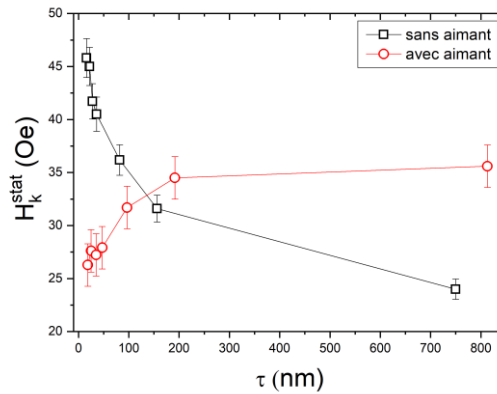


Figure 3.43 Evolution en fonction de l'épaisseur du champ d'anisotropie statique obtenu en incidence normale avec et sans aimant.

Les deux courbes ont une évolution opposée quand l'épaisseur augmente qui peut donc être attribuée à la contribution de surface K_s de la constante d'anisotropie $K = H_k^{\text{ind}} M_s / 2$ sachant que :

$$K = K_v + K_s / \tau \quad (3.12)$$

Le changement de signe de K_s a déjà été observé dans des alliages de FeCo [93]. Il peut s'expliquer ici par le fait que la pression de dépôt, $P = 9.10^{-3}$ mbar, est voisine de celle pour laquelle un changement de signe de la contrainte σ peut se produire dans le FeCoB [21]. En effet, le dépôt sous champ nécessite l'ajout d'une pièce d'adaptation au niveau du substrat qui peut modifier légèrement les conditions de dépôt.

L'effet dû au terme H_k^{oblique} peut être observé sur la figure (3.44) où sont comparées les évolutions en fonction de l'épaisseur de l'anisotropie H_k pour les séries d'échantillons élaborés sous incidences oblique et normale.

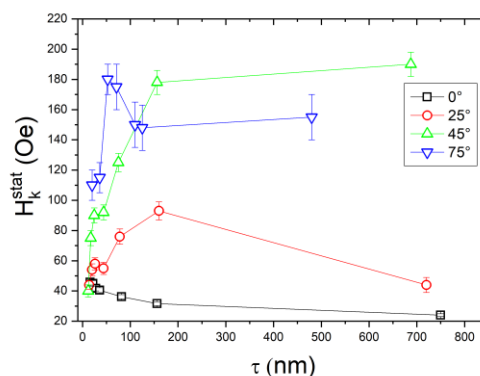


Figure 3.44 Evolution en fonction de l'épaisseur du champ d'anisotropie statique pour les différents angles d'incidence.

A faible épaisseur, $\tau < 20$ nm, l'anisotropie induite domine. L'axe facile peut être légèrement décalé de la projection du plan d'incidence si l'axe magnétiquement induit n'est pas complètement aligné avec cette projection. Pour $\alpha = 45^\circ$, par exemple, un décalage de l'ordre de 20° est observé pour les épaisseurs les plus faibles alors qu'il est proche de zéro pour les épaisseurs plus fortes. L'anisotropie oblique H_k^{oblique} , quel que soit l'angle d'incidence, tend à augmenter avec l'épaisseur. Néanmoins, pour $\alpha = 75^\circ$ entre 53 nm et 125 nm ou pour $\alpha = 25^\circ$ à partir de $\tau = 160$, le champ d'anisotropie diminue. Cette diminution s'accompagne d'un changement de forme du cycle d'hystérésis enregistré suivant l'axe difficile (fig. 3.45 a-b).

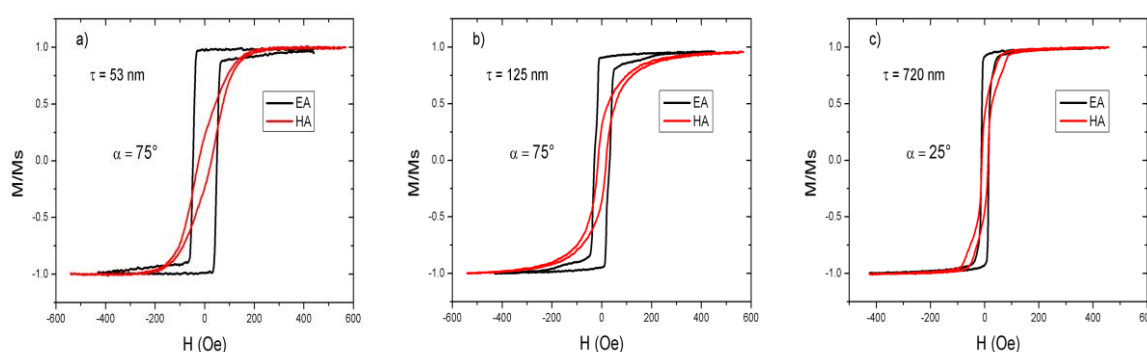


Figure 3.45 Cycle d'hystérésis selon les deux axes facile (noire) et difficile (rouge) des deux épaisseurs a) 53 nm, b) 125 nm pour $\alpha = 75^\circ$ et c) 720 nm pour $\alpha = 25^\circ$.

Le changement de la pente du cycle déjà observé dans la partie (3.4.2) peut être dû au développement d'une anisotropie perpendiculaire au plan de la couche. En effet, Phuoc et al. [94] ont reporté que le changement du cycle d'hystérésis, observé quand l'épaisseur augmente, était lié à la présence d'une forte anisotropie dans le plan avec une faible anisotropie magnétique perpendiculaire au plan qui favorise la formation de « stripe domains ».

Pour $\alpha = 45^\circ$, H_k continue à augmenter même à forte épaisseur. Comme pour les autres angles d'incidence, cette augmentation peut être attribuée à un allongement des grains avec l'épaisseur qui conduit à une augmentation de l'anisotropie de forme. Cette caractéristique, présence d'une forte anisotropie planaire dans des échantillons épais, est particulièrement intéressante pour les applications hyperfréquences. Notons que dans la plupart des études réalisées en incidence oblique, les colonnes ont coalescé. Le facteur de forme des chaînes ainsi formé diminue lorsque l'épaisseur atteint la taille de la largeur moyenne des chaînes [95].

3.7.5 Perméabilités

Les spectres des perméabilités des différentes épaisseurs sont représentés pour les angles d'incidence $\alpha = 0^\circ$ et $\alpha = 45^\circ$ dans la figure (3.46).

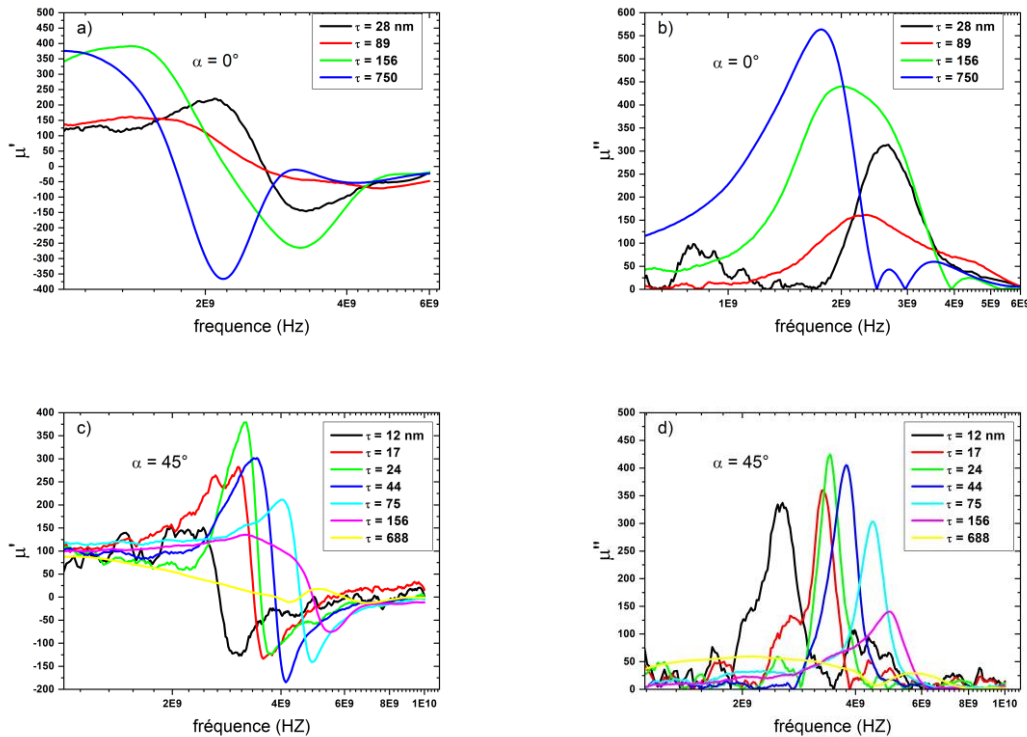


Figure 3.46 Spectres des perméabilités réelles (a et c) et imaginaires (b et d) des différentes épaisseurs pour les angles d'incidence $\alpha = 0^\circ$ et $\alpha = 45^\circ$.

Notons que le fait qu'il existe une couche magnétiquement morte, de 15 nm pour $\alpha = 0^\circ$ et de 11 nm pour $\alpha = 45^\circ$, conduit à une sous-estimation de la perméabilité plus importante pour les faibles épaisseurs. Cet effet combiné au fait que, pour $\alpha = 0^\circ$, la valeur de H_k augmente quand l'épaisseur diminue, explique les faibles valeurs de perméabilité statique ($\mu_s \cong 1 + \frac{4\pi Ms}{H_k}$) observées dans ce cas pour les faibles épaisseurs. La fréquence de résonance pour $\alpha = 0^\circ$ diminue en fonction des épaisseurs de 2,7 GHz à 1,86 GHz entre 28 nm et 740 nm alors qu'elle augmente avec l'épaisseur pour atteindre une valeur de 5,75 GHz pour $\alpha = 45^\circ$. Ce comportement est conforme aux mesures de champ d'anisotropie et indique que l'angle d'incidence $\alpha = 45^\circ$ est donc un bon candidat pour certaines applications hyperfréquences.

**Chapitre 4. Intégration de couches minces
magnétiques dans des absorbants
électromagnétiques**

4. Intégration de couches minces magnétiques dans des absorbants électromagnétiques.

Dans ce chapitre, nous avons cherché à explorer les potentialités de couches minces magnétiques pour des applications d'absorption électromagnétique. Il comprend un état de l'art permettant de situer le contexte applicatif des absorbants électromagnétiques et il présente différentes solutions utilisées dans la littérature pour les concevoir (notamment des structures utilisant des couches minces magnétiques). Ensuite, des simulations d'un écran de Salisbury intégrant une couche mince de FeCoB sont présentées et comparées à des structures classiques intégrant une couche mince résistive. Puis, trois absorbants basés sur des structures périodiques sont étudiés dans le but de mettre en évidence un couplage entre l'absorption naturelle de la structure périodique et celle de la couche mince de FeCoB.

4.1 Introduction

L'absorption des ondes électromagnétiques (EM) est un domaine dont les applications potentielles se sont multipliées ces dernières années. Autrefois restreint à la furtivité des systèmes de défense, les surfaces absorbantes trouvent aujourd'hui de nombreux débouchés en particulier pour les systèmes de communications radiofréquences et hyperfréquences. Le développement sans précédent des technologies sans fil a entraîné l'apparition d'un nouveau domaine de recherche : la compatibilité électromagnétique qui représente une application civile pour laquelle les matériaux absorbants jouent un rôle grandissant. En effet, le rayonnement des puces électroniques RF est susceptible d'entraîner des problèmes de fonctionnement des cartes électroniques dans lesquelles elles cohabitent. De plus, les fabricants de systèmes de communications sans fil RF et hyperfréquences doivent respecter des normes strictes concernant le rayonnement externe de leurs systèmes. L'utilisation de matériaux absorbants, la plupart du temps reportés sur un capot métallique et moulés à la forme désirée, a permis d'accroître la robustesse des systèmes et de limiter leur rayonnement mais pose encore à l'heure actuelle des problèmes d'intégration (notamment pour les absorbants sous forme de mousse). Le développement des technologies sans fil a d'autre part fait apparaître des problèmes de santé publique liés à la propagation des ondes électromagnétiques dans l'environnement. Depuis plusieurs années, le lien entre les téléphones portables et un accroissement du nombre de cancers chez leurs utilisateurs est controversé. En attendant les conclusions d'études

épidémiologiques menées à travers le monde, le Centre International de Recherche sur le Cancer (CIRC), qui fait partie de l'OMS (Organisation Mondiale de la Santé), a classé en mai 2011 les champs électromagnétiques radiofréquences, y compris ceux émis par les téléphones portables, comme « peut-être cancérigènes pour l'homme ». Par ailleurs, le syndrome d'hypersensibilité électromagnétique est désormais officiellement reconnu par l'OMS. Ces personnes présentent une hypersensibilité aux ondes électromagnétiques qui se manifeste le plus souvent par des symptômes dermatologiques ou neurasthéniques. Bien que le lien entre ce syndrome et les ondes électromagnétiques n'ait pas encore été prouvé scientifiquement, des solutions d'aménagement de l'intérieur commencent à apparaître.

Dans ce contexte applicatif avec de nombreux enjeux de société, les recherches se sont intensifiées avec le souci de réaliser des matériaux absorbants performants, facilement intégrables à un coût raisonnable.

Les absorbants EM sont des matériaux permettant de convertir l'onde EM en chaleur par effet Joule. Pour concevoir des matériaux absorbants, une des solutions les plus classiques consiste à charger une matrice diélectrique (généralement élastomère) par des particules à pertes. L'utilisation de carbone (noir de carbone, nanotubes, graphène) permet de réaliser des composites à pertes diélectriques. L'ajout de particules ferromagnétiques ou de ferrites permet d'obtenir des composites à pertes magnétiques. L'une ou l'autre de ces solutions dépend de la bande de fréquences visée. L'absorption est principalement régie par deux phénomènes : la réflexion à l'interface du matériau et l'absorption au sein du matériau. L'absorbant diélectrique idéal est ainsi, schématiquement, un matériau à pertes élevées avec une permittivité faible. Dans le cas des composites magnétiques, la perméabilité peut permettre d'abaisser la désadaptation d'impédance à l'interface entre l'air et le matériau. Ainsi, un matériau possédant une perméabilité et une permittivité de valeurs identiques présenterait une impédance égale à celle de l'air ($Z_0 = 377 \Omega$) et donc une réflexion à l'interface air-matériau nulle. Néanmoins, ces propriétés idéales n'étant pas accessibles à partir de matériaux naturels (ou uniquement sur une faible bande de fréquences), différents concepts ont été mis en place pour optimiser l'absorption.

Les structures résonantes telles que l'écran de Dällenbach ou l'écran de Salisbury (fig. 4.1) ont été les premiers concepts développés pour optimiser l'absorption d'onde EM en espace libre. L'écran de Salisbury est constitué d'un plan métallique, d'un espaceur (diélectrique à faibles pertes) et d'une couche de matériaux à pertes (couche résistive) [96]. Dans cette

structure, l'espaceur à une épaisseur égale au quart de la longueur d'onde et la résistivité et l'épaisseur du matériau à pertes sont ajustées de façon à optimiser l'adaptation d'impédance entre l'air et la surface absorbante (fig. 4.1). Dans le cas d'un écran de Dällenbach, un simple matériau à pertes est placé sur un plan métallique. Lorsque l'épaisseur de l'absorbant est égale au quart de la longueur d'onde (ou un multiple), des interférences destructrices entre les ondes réfléchies à la première interface (air-matériau) et à la seconde (matériau-métal) permettent de faire apparaître une bande d'absorption. Ces surfaces absorbantes simples permettent d'obtenir des coefficients de réflexion faibles mais sont généralement limitées en termes de bande passante relative (BPR < 100% pour une réflexion inférieure à -10 dB). Par ailleurs, du fait de leur caractère résonant, l'épaisseur de ces surfaces est relativement élevée, notamment à basses fréquences. Pour optimiser la bande passante d'absorption de ce type d'écran, un écran de Salisbury multicouche, également appelé écran de Jaumann, a été proposé. Cet écran, combinant des couches successives de diélectrique à faibles pertes et de matériaux à pertes, permet d'accroître significativement la bande passante d'absorption au détriment de l'épaisseur.

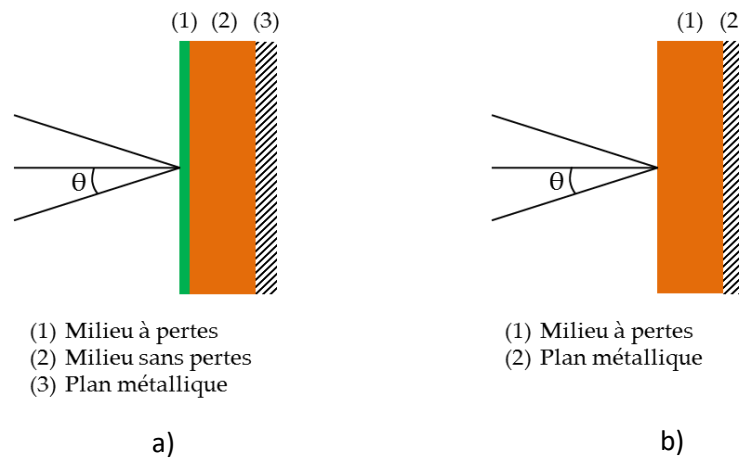


Figure 4.1 a) Ecran de Salisbury et b) écran de Dällenbach.

La relation reliant l'impédance de l'air à l'épaisseur de l'écran de Salisbury optimal est donné par :

$$Z_0 = \frac{1}{\sigma\tau} \quad (4.1)$$

Avec Z_0 l'impédance de l'air, σ la conductivité du milieu à pertes et τ son épaisseur

Les absorbants à gradient d'indice permettent également d'optimiser les propriétés d'absorption. Ce gradient peut être obtenu de deux façons. La première consiste à utiliser une superposition de couches d'indices différents. Les absorbants plans large-bande de la compagnie américaine Laird (anciennement Emerson & Cuming) sont par exemple basés sur l'utilisation de mousses polymères chargées par du carbone à différents taux de charge de façon à obtenir un matériau dont l'indice varie de façon discrète. La référence AN-77 présente ainsi une réflectivité inférieure à -17 dB sur bande passante très large allant de 600 MHz à 18 GHz mais pour une épaisseur importante de 114 mm [97].

Dans le cas d'un matériau homogène, une adaptation géométrique progressive de l'impédance de l'air à celle du milieu à pertes réalise également un matériau à gradient d'indice (fig. 4.2). Cette solution est classiquement utilisée dans les chambres anéchoïques qui intègrent des absorbants sous forme pyramidale car ces géométries appliquées à des mousses à pertes permettent d'obtenir des réflectivités très faibles (de l'ordre de -40 à -50 dB) sur des bandes de fréquences larges.

Pour diminuer l'épaisseur des absorbants, le concept de métamatériaux (ou métasurfaces) absorbants a été exploré dans les laboratoires. Les structures proposées, extrêmement abondantes dans la littérature, sont généralement basées sur l'utilisation de motifs métalliques périodiques associés à un diélectrique [98]. L'absorption n'étant plus directement liée à l'épaisseur du matériau, les métasurfaces absorbantes permettent de diminuer de façon conséquente l'épaisseur des absorbants. Néanmoins, ces surfaces étant basées sur une résonance dans le motif métallique, elles conduisent à des bandes passantes faibles (de l'ordre de 5%). Pour accroître la bande passante d'absorption des métasurfaces, l'association de motifs multi-échelles, dans le plan ou dans l'épaisseur, peut être envisagée. A titre d'exemple, des travaux réalisés à l'IEMN ont montré qu'il était possible d'obtenir une bande passante de 30% à 90 GHz à l'aide d'un réseau de patches multi-échelle [99]

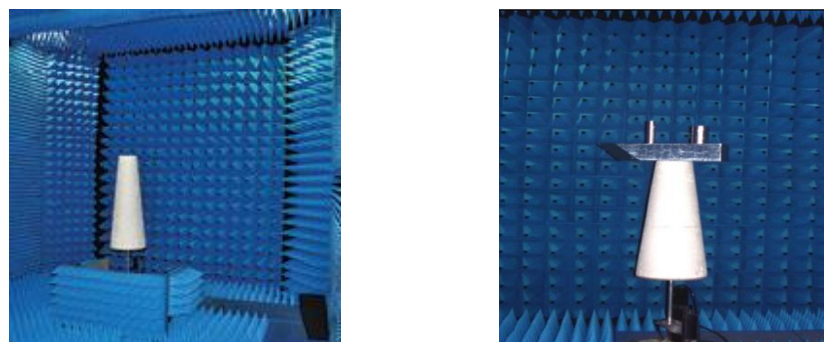


Figure 4.2 Chambre anéchoïque de l'ENSTA Bretagne avec absorbants pyramidaux.

Dans la littérature, peu d'études se sont intéressées à l'utilisation de couches minces magnétiques pour la réalisation d'absorbants EM. En effet, leur nature métallique rend difficile l'interaction d'une onde EM avec ces matériaux sous forme de films minces. C'est pourquoi, ils sont généralement utilisés de façon dispersés dans des matrices diélectriques.

Chen et al. [100] montrent par exemple qu'un empilement périodique de couches diélectriques et magnétiques peut permettre d'obtenir des propriétés d'absorption pour des épaisseurs très faibles. Néanmoins, les absorbants optimisés sont constitués d'empilements de plusieurs centaines de couches nanométriques, solution technologiquement problématique. Par ailleurs, il est mis en avant dans cette étude des limites liées à la conductivité des couches ferromagnétiques. Dans un autre article, Zhang et al. [101] étudient les propriétés d'absorption d'empilements de nanofilms Fe/SiO₂ réalisés par une technique d'évaporation par faisceaux d'électrons puis reportés sur une mousse polymère. Les empilements sont réalisés sous la forme de patches carrés périodiques agissant comme une surface sélective en fréquence (FSS) (fig. 4.3). La réponse mesurée de cette structure met en évidence une absorption importante (> 10 dB) dans la bande 5-16 GHz. Néanmoins, si la réponse en absorption est prometteuse, elle semble être principalement liée au contrôle de la conductivité (et donc de l'impédance) de l'empilement et le couplage avec les propriétés magnétiques des couches minces n'est pas ici mis en avant. Shi et al. [102] étudient également des structures périodiques multi-couches constituées d'une alternance de diélectrique de permittivité $\epsilon_r = 4,4$ et de films minces magnétiques de perméabilité ($\mu_r = 4000$) et de conductivité $\sigma = 1,03 \cdot 10^7$ S/m. Chaque couche magnétique est structurée sous la forme d'un disque percé en son centre. Les résultats numériques montrent une absorption large-bande couvrant la bande de fréquences 10-21 GHz. Les auteurs semblent montrer que des couches minces métalliques non-magnétiques de même conductivité ne permettent pas de retrouver ce comportement, et donc, que les propriétés magnétiques jouent un rôle fondamental dans l'absorption de cette structure. Néanmoins, ce résultat purement numérique ne pourrait être validé expérimentalement car ce type de propriétés ($\mu_r = 4000$) ne peut être obtenu dans des couches minces ferromagnétiques à des fréquences aussi élevées.

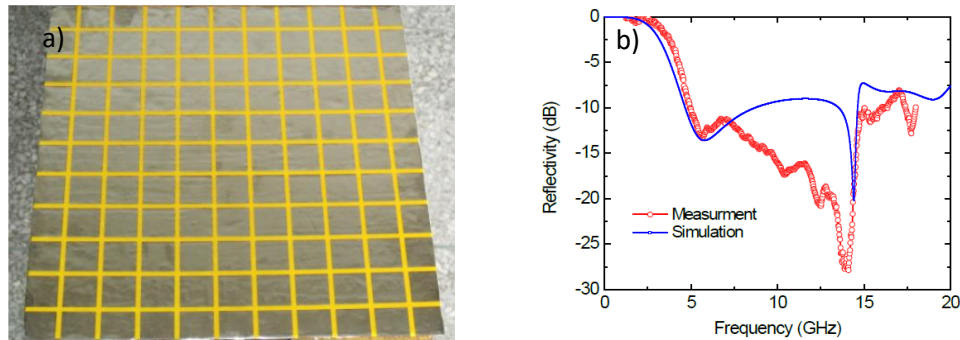


Figure 4.3 a) Absorbant constitué d'empilements nanométriques Fe/SiO₂ sous forme de patches carrés déposés sur une mousse polymère et b) Comparaison de l'absorption simulée et mesurée.

Ren et al. [103] ont également étudié la possibilité de coupler des couches minces de FeCoB à des motifs métalliques périodiques de façon à optimiser les propriétés d'absorption. Le motif périodique à l'étude est une fractale de Minkowski (fig. 4.4). Dans cet article, les auteurs étudient l'influence d'une couche ferromagnétique (pleine ou diluée) sur les propriétés d'absorption de la surface périodique. Il est apparu que l'insertion dans le diélectrique d'une couche de FeCoB permet d'augmenter l'amplitude du pic d'absorption mais également la bande passante de ce pic (fig. 4.4). Les auteurs l'expliquent par une contribution conjointe de la conductivité des couches favorisant l'adaptation d'impédance et des fortes pertes magnétiques de celles-ci. Néanmoins, ce dernier point semble discutable car les spectres présentés montrent une fréquence de résonance (f_r ou FMR dans la suite de ce chapitre) proche de 2,6 GHz, soit une valeur très éloignée de la fréquence d'absorption maximale de la surface. Il semble ainsi que ces travaux n'exploitent en réalité que les propriétés de conduction des couches de FeCoB et non leurs propriétés magnétiques.

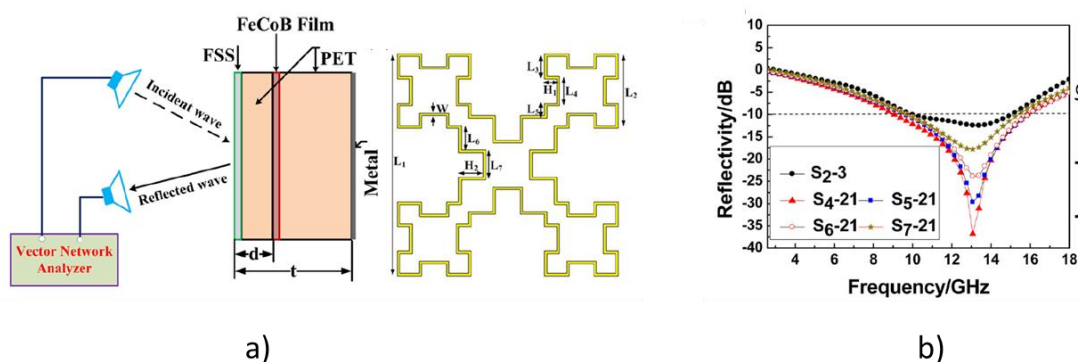


Figure 4.4 a) Structure multicouche constituée d'un empilement motifs métalliques périodiques / PET / FeCoB / PET et b) Réponse de la structure en l'absence de couche ferromagnétique (noir) et pour différentes concentrations en FeCoB [103].

Dans ce chapitre, nous chercherons à explorer l'intérêt d'intégrer des couches minces ferromagnétiques dans des surfaces absorbantes en étudiant différentes structures avec pour objectif de coupler l'absorption naturelle de l'absorbant à celle de la couche ferromagnétique liée à l'accroissement important des pertes à proximité de la FMR. Certaines des configurations étudiées ne correspondront pas à la réalité physique des couches minces à l'étude dans cette thèse mais ces simulations auront pour but de mieux appréhender le fonctionnement de ces surfaces absorbantes afin de déterminer la configuration géométrique idéale permettant de produire le couplage recherché.

Dans un premier temps, un écran de Salisbury a été étudié. Une comparaison entre une couche résistive classiquement utilisée et une couche magnétique a été réalisée sans pouvoir mettre en évidence une interaction avec les propriétés magnétiques de la couche. Différentes structures périodiques ont ensuite été étudiées : patches, split-ring resonators (SRR) et spirales entrelacées en associant des métaux classiques et des couches minces ferromagnétiques.

4.2 Ecran de Salisbury

L'écran de Salisbury est une des structures historiques utilisées pour concevoir des surfaces absorbantes. Comme décrit à la (fig. 4.1), il est constitué d'un espaceur diélectrique d'épaisseur $\lambda_g/4$ sur lequel est déposé une couche mince résistive dont l'épaisseur est optimisée par l'équation (4.1) pour obtenir une impédance de surface égale à celle de l'air, soit 377Ω .

Durant cette thèse, les couches minces de FeCoB ont été déposées sur des substrats de silicium ou de verre. Ces derniers ont été caractérisés à l'aide d'une méthode résonante en cavité disponible au Lab-STICC. Pour cela, des barreaux de dimensions 5 mm x 1 mm x 25 mm ont été usinés. L'insertion du barreau dans la cavité résonante entraîne des modifications de la fréquence de résonance de la cavité et de son facteur de qualité pouvant être exploités pour calculer ses propriétés EM par une approche dite des faibles perturbations [104]. Les substrats de verre utilisés pour le dépôt des couches de FeCoB ont une permittivité $\epsilon_r = 7.24$ et des pertes diélectriques $\tan\delta = 1,28 \cdot 10^{-2}$ à 7 GHz. Ces propriétés ont été par la suite utilisées comme référence pour le dimensionnement de toutes les surfaces absorbantes étudiées dans la suite de ce chapitre.

A partir de ces propriétés, il est alors aisé de dimensionner un écran de Salisbury. L'équation (4.2) permet de déterminer l'épaisseur d de l'espaceur diélectrique pour une absorption maximale à la fréquence f .

$$d = \frac{c}{4f\sqrt{\epsilon_r}} \quad (4.2)$$

Avec $c = 3.10^8 \text{ m.s}^{-1}$ la célérité de la lumière.

Dans notre cas, nous avons choisi une fréquence de fonctionnement $f = 2.5 \text{ GHz}$, soit une fréquence légèrement supérieure à la FMR d'une couche de FeCoB d'épaisseur 377 nm sélectionnée comme couche de référence pour cette étude. Si une interaction entre la surface absorbante et les propriétés magnétiques est mise en évidence, elle devrait pouvoir permettre d'observer un pic d'absorption supplémentaire lié à la FMR.

Les propriétés du verre conduisent via l'équation (4.2) à une épaisseur de l'espaceur diélectrique $d = 11.1 \text{ mm}$ pour une absorption à $f = 2.5 \text{ GHz}$.

L'équation (4.1) a ensuite été utilisée pour déterminer l'épaisseur optimale d'une couche résistive de Nitrure de Tantale Ta_2N de conductivité $\sigma = 7400 \text{ S.m}^{-1}$. Dans ce cas, une épaisseur $\tau = 0.358 \text{ }\mu\text{m}$ conduit à une adaptation d'impédance optimale.

Comme dans la suite de ce chapitre, la surface absorbante a été simulée à l'aide du logiciel de simulation électromagnétique Ansys HFSS sur le cluster de calcul Winchyps du Lab-STICC. Ce logiciel, basé sur la méthode des éléments finis, permet de déterminer les paramètres de répartition (paramètres S) d'une géométrie 3D par résolution des équations de Maxwell dans le volume discrétisé sous forme de tétraèdres (ou mailles) dans un processus itératif. Les critères d'arrêt de la simulation, ou critères de convergence, sont fixés par l'utilisateur. Les simulations ont été réalisées en considérant des conditions de périodicité de façon à calculer le comportement d'une surface absorbante infinie dans le plan (ou se répétant de façon infinie en 2 dimensions pour les surfaces périodiques considérées par la suite). La structure est excitée par un port de Floquet injectant dans la simulation deux ondes incidentes indépendantes polarisées linéairement TE (Transverse Electrique) et TM (Transverse Magnétique) (fig. 4.5) L'angle θ entre la normale au plan du substrat et l'onde incidente peut être modifié pour évaluer la robustesse angulaire de la surface. Un conducteur métallique parfait a été placé sous la surface absorbante de façon à n'observer que la réflexion de la surface.

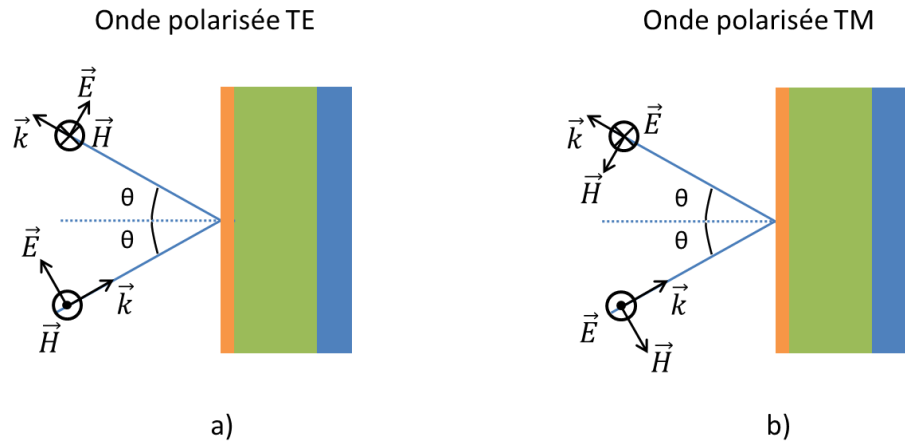


Figure 4.5 Ecran de Salisbury en interaction avec une onde incidente a) polarisée TE et b) polarisée TM.

La figure (4.6) présente la réponse simulée de cet écran de Salisbury de référence. Cette surface absorbante présente, à incidence normale ($\theta = 0^\circ$), une absorption maximale supérieure à 35 dB à une fréquence de 2,5 GHz comme le prédit la théorie. Un second pic d'absorption est également observable autour de 7,5 GHz ; il correspond à une épaisseur du substrat de verre égale à $3\lambda_g/4$ à cette fréquence. A incidence normale, l'absorption est identique pour les deux polarisations considérées. A incidence oblique ($\theta \neq 0^\circ$), les réponses de la surface pour les deux polarisations sont différentes mais se dégradent globalement avec un léger décalage vers les hautes fréquences associées à une forte dégradation du niveau d'absorption. A partir de 40° d'incidence, le maximum d'absorption reste inférieur à 20 dB. Pour des angles élevés ($\theta = 80^\circ$), l'absorption maximale est inférieure à 5 dB. Ce comportement est typique de l'écran de Salisbury.

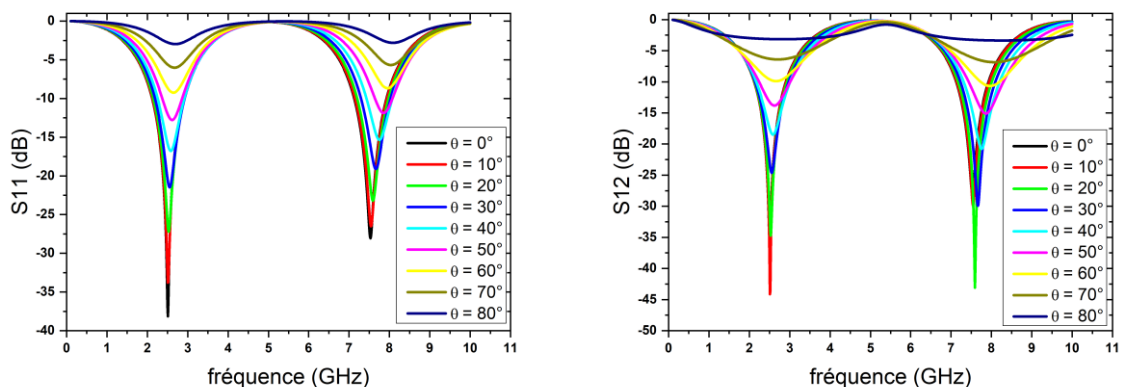


Figure 4.6 Réponse simulée de l'écran de Salisbury de référence constitué d'un substrat de verre d'épaisseur $d = 11,1$ mm et d'une couche de Ta_2N d'épaisseur $\tau = 0,358 \mu\text{m}$.

Dans un second temps, la couche de Nitrure de Tantale a été remplacée dans la simulation par une couche mince magnétique présentant des propriétés typiques des films de FeCoB étudiés dans ce manuscrit. Les propriétés typiques d'une couche mince de 377 nm ont été utilisées : $\sigma = 54000 \text{ S.m}^{-1}$ et $\mu_r = 412$ (perméabilité plateau avant la FMR considérée isotrope dans un premier temps). Cette valeur de conductivité conduit à une épaisseur optimale de la couche $\tau = 49 \text{ nm}$, soit une valeur beaucoup plus faible qu'une couche classique de Ta₂N. Un problème numérique, lié à un calcul fortement multi-échelle (rapport de 226530 entre l'épaisseur du substrat et celui de la couche ferromagnétique) et à un nombre de chiffres significatifs pouvant être pris en compte par le simulateur, a été identifié. L'épaisseur de la couche mince a dû être augmentée à une valeur de 101nm pour résoudre ce problème et la conductivité a été adaptée pour obtenir des conditions d'adaptation similaires à l'écran de référence ($\sigma = 26262 \text{ S.m}^{-1}$).

La figure (4.7) présente la réponse de cet écran de Salisbury. La réponse pour les deux polarisations et pour tous les angles d'incidence est identique à celle d'un écran de Salisbury classique. Si ces simulations montrent la possibilité d'utiliser une couche de FeCoB pour réaliser un écran de Salisbury, elles mettent aussi en évidence l'absence d'interaction entre la perméabilité de la couche ferromagnétique et l'onde incidente même à incidence oblique. Pour la vérifier, des simulations ont également été réalisées pour une perméabilité unitaire ($\mu_r = 1$) ou anisotrope ($\mu_{rx} = 412, \mu_{ry} = 1, \mu_{rz} = 1$). plus conformes aux propriétés naturelles de ces couches, avec des résultats similaires.

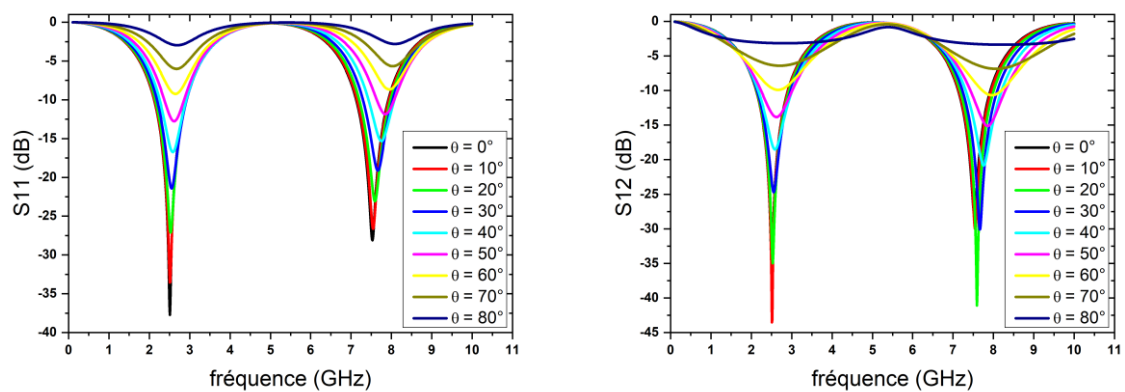


Figure 4.7 Réponse simulée d'un écran de Salisbury constitué d'un substrat de verre d'épaisseur $d = 11,1 \text{ mm}$ et d'une couche de FeCoB d'épaisseur $\tau = 101 \text{ nm}$ ($\mu_r = 412$ et $\sigma = 26262 \text{ S.m}^{-1}$).

En conclusion, une couche mince de FeCoB peut être utilisée pour concevoir un écran de Salisbury. Cependant, seules les conductivités et épaisseurs de la couche jouent un rôle dans le phénomène d'absorption EM, la réponse de la surface étant indépendante de la perméabilité de la couche mince.

Cette conclusion partielle concerne une surface dont le mécanisme d'absorption est lié à une résonance longitudinale (dans la direction de propagation de l'onde incidente) dans le substrat sur lequel repose la couche mince magnétique.

Dans la suite de ce chapitre, nous nous sommes intéressés à des surfaces absorbantes dont le mécanisme d'absorption repose sur un principe fondamentalement différent, à savoir une résonance transverse dans un réseau de motifs périodiques métalliques.

4.3 Structures périodiques

4.3.1 Préambule

Pour pallier aux problèmes d'épaisseurs importantes des absorbants naturels, les structures périodiques ont été largement explorées dans le domaine de l'absorption EM. Généralement, ces surfaces absorbantes sont constituées de motifs métal-diélectriques en 2 dimensions. Si les dimensions des motifs sont de l'ordre de la longueur d'onde, le terme de surfaces sélectives en fréquence (FSS : Frequency Selective Surface) est utilisé. Lorsque la structuration (périodicité) est très inférieure à la longueur d'onde, on parle alors de métasurfaces. Contrairement aux métamatériaux (en 3 dimensions), les effets de propagation dans ces structures peuvent être négligés en raison de leur faible épaisseur et elles sont ainsi principalement caractérisées par leur impédance de surface. Cette impédance, liée à la forme, à la taille et à la périodicité des motifs métalliques, permet de contrôler l'amplitude, la phase et la polarisation des ondes EM traversant la métasurface.

De nombreux motifs ont été proposés dans la littérature pour concevoir des FSS [105]. L'un des designs les plus simples consiste en un arrangement périodique de dipôles (fig. 4.8). L'impédance équivalente de cette FSS, modélisée par l'association d'une capacité et d'une inductance en série, est ici liée à la longueur des dipôles (inductance L) et au couplage entre dipôles adjacents (capacité C). A la résonance, l'onde incidente sera totalement réfléchi. Le principe de Babinet permet d'envisager la réalisation d'une FSS complémentaire (plan

métallique avec un réseau d'ouvertures rectangulaires) dont la réponse à la résonance sera opposée à celle du réseau de dipôles (onde incidente totalement transmise).

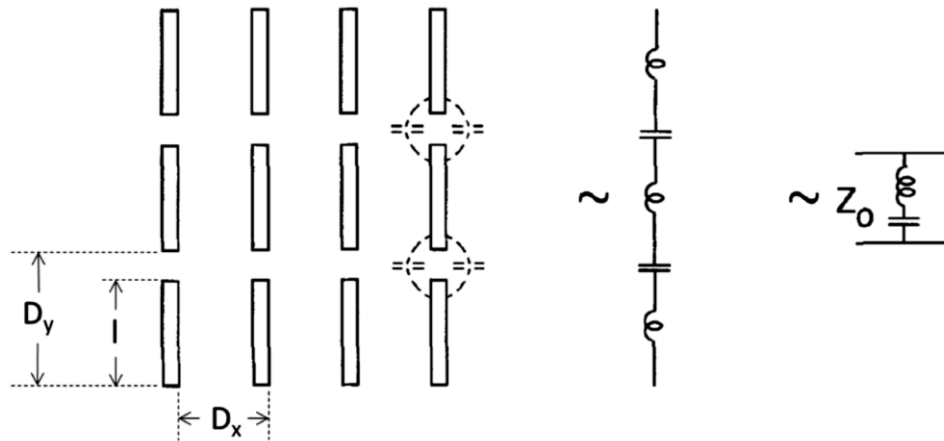


Figure 4.8 Réseau périodique de dipôles en 2 dimensions et son schéma équivalent.

L'utilisation de motifs fractals (courbes de Hilbert) a par exemple permis la réalisation de surfaces à haute impédance (High Impedance Surface : HIS) compactes. Dans ce type de structures, la fréquence de résonance est directement liée à l'ordre du motif fractal. En 2006, Barbagallo et al. [106] ont proposé une procédure de miniaturisation pour réduire la périodicité des surfaces sélectives en fréquence de façon à obtenir des résonances à des dimensions largement inférieures à la longueur d'onde comportement définissant le terme de métasurface. Si l'on revient au réseau périodique de dipôles, la fréquence de résonance ω_r et la bande passante BW de la FSS sont données par les relations suivantes :

$$\omega_r = \frac{1}{\sqrt{LC}} \quad (4.3)$$

$$BW = 0,5 \sqrt{\frac{C}{L}} \quad (4.4)$$

Augmenter la capacité permet donc d'abaisser la fréquence de résonance et d'augmenter la bande passante. Cette augmentation de capacité peut être obtenue en diminuant le gap séparant les dipôles (fig. 4.8) mais cette approche présente rapidement des limitations technologiques. L'approche proposée par Barbagallo et al. a alors consisté à utiliser des brins métalliques interdigités de façon à augmenter la capacité équivalente de la surface en limitant les

contraintes technologiques de réalisation. Ces surfaces, constituées d'un réseau périodique de spirales à quatre brins entrelacés, ont été étudiées au Lab-STICC dans le cadre de la thèse de Gwendal Cochet réalisée en co-tutelle avec la Queen's University à Belfast [107] pour des applications dans le domaine des antennes. Entrelacer les bras des spirales permet à la fois d'augmenter la capacité équivalente de la surface mais aussi de produire une inductance mutuelle négative qui entraîne une diminution de l'inductance totale. Ainsi, par ce principe, une augmentation de la bande passante associée à une diminution conséquente de la fréquence de résonance peut être obtenue en étendant les bras de la spirale dans les cellules adjacentes.

Dans la suite de ce chapitre, plusieurs surfaces périodiques ont été étudiées : des patches carrés périodiques, des split-ring resonators et des spirales entrelacées.

4.3.2 Patches carrés

Les premières surfaces périodiques étudiées sont constituées d'un substrat de verre d'épaisseur 5 mm. Sur la face supérieure de ce substrat, un patch carré de dimensions (35 mm x 35 mm) est considéré. La périodicité de cette surface périodique est de 50 mm (fig. 4.9).

Dans un premier temps, une simulation de référence a été réalisée. Pour cette simulation, le patch est constitué d'une couche de cuivre d'épaisseur 10 μm et de conductivité $5,8 \cdot 10^7 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$. Le coefficient de réflexion de cette surface est présenté sur la (fig. 4.9). Une résonance d'amplitude -2,38 dB apparaît à la fréquence de 1,44 GHz. A cette fréquence, la longueur d'onde dans le substrat de verre est $\lambda_g = 80,8 \text{ mm}$. Ceci montre bien que cette résonance n'est pas de même nature que la surface considérée précédemment. L'absorption est dans ce cas faible en raison de la forte conductivité du cuivre et des pertes faibles du substrat. Néanmoins, cette simulation servira de référence pour la suite.

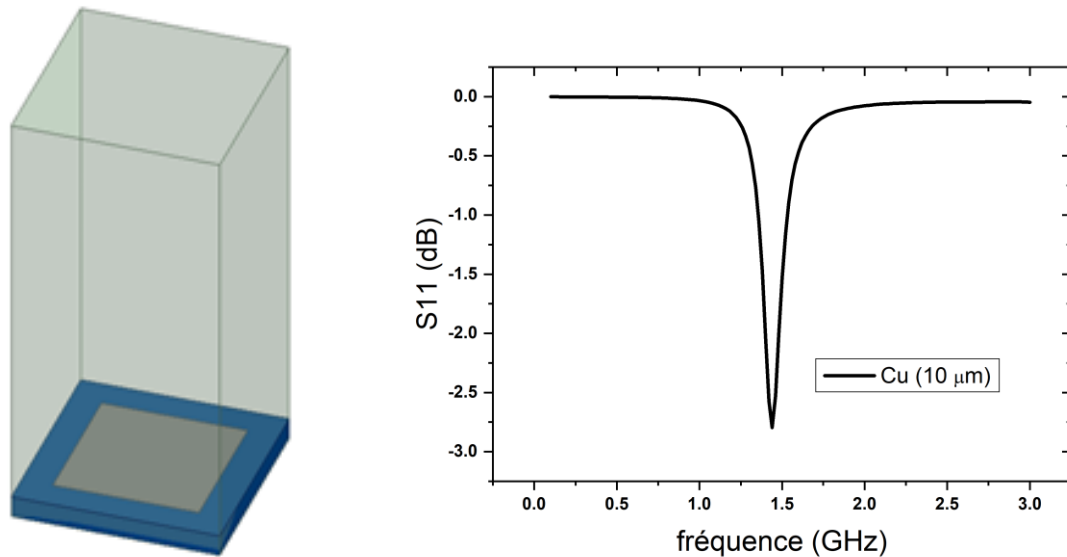


Figure 4.9 Surface périodique constituée de patches carrés sur un substrat de verre et réponse de la surface dans la bande 0,1-3 GHz pour un patch en cuivre d'épaisseur 10 μm.

La figure (4.10) montre la densité de courant dans le patch à la fréquence d'absorption maximale. Le courant très intense sur les bords du patch, signe de la résonance transverse dans celui-ci, pourrait être favorable à une interaction avec les propriétés magnétiques de la couche ferromagnétique.

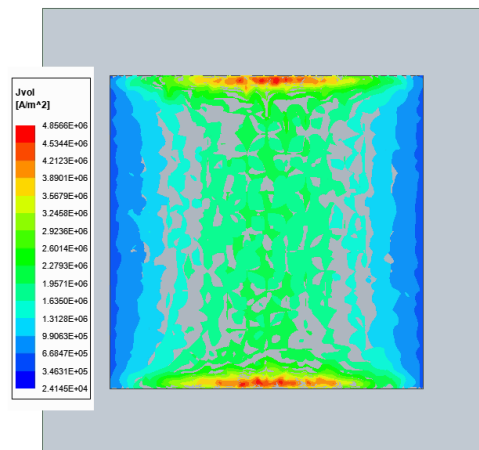


Figure 4.10 Densité de courant dans le patch de cuivre à la fréquence d'absorption maximale ($f = 1,44$ GHz).

Dans le but de différencier les effets liés à la conductivité et ceux dus aux propriétés magnétiques des couches, deux simulations ont été réalisées : i) métal non magnétique de conductivité similaire à celle des couches de FeCoB ($\sigma = 41000 \text{ S.m}^{-1}$) et ii) métal de conductivité similaire au cuivre mais avec une perméabilité isotrope constante ($\mu_r = 130$). Les

résultats de simulation sont présentés sur la (fig. 4.11). Considérer une perméabilité élevée pour une couche fortement conductrice conduit à des résultats similaires à ceux obtenus avec le cuivre. On peut remarquer tout de même une légère augmentation du niveau du pic d'absorption probablement lié à la modification de l'effet de peau dont la valeur est liée à la perméabilité d'après la relation (1.50).

Pour une conductivité plus faible, l'absorption augmente de façon importante sans variation de fréquence. L'augmentation du pic d'absorption est ici liée à l'augmentation de la résistance du film et à des conditions d'adaptation d'impédance plus favorable.

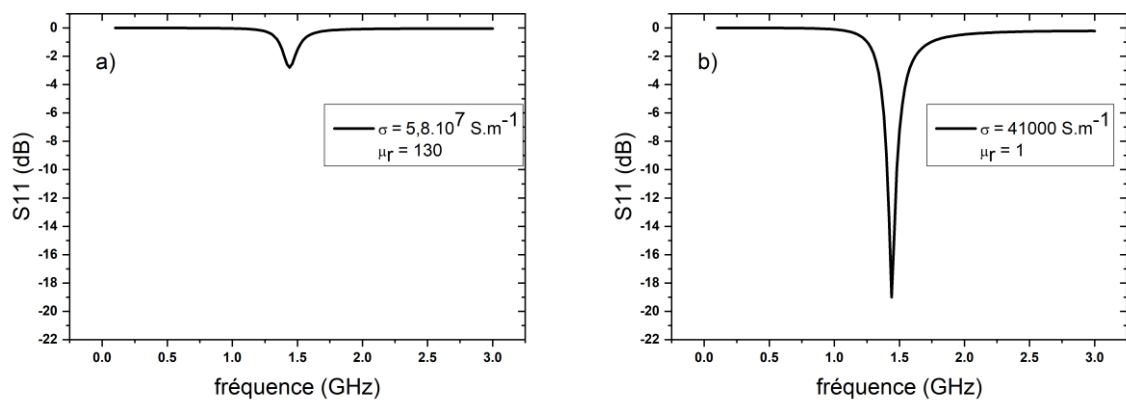


Figure 4.11 Simulation d'une surface périodique constituée de patches carrés a) avec $\sigma = 5,8 \cdot 10^7 \text{ S.m}^{-1}$ et $\mu_r = 130$ et b) avec $\sigma = 41000 \text{ S.m}^{-1}$ et $\mu_r = 1$.

Pour cette plus faible valeur de conductivité, une simulation a été réalisée en modifiant la perméabilité du matériau constituant le patch. La figure (4.12) compare ainsi deux structures identiques constituées d'un patch réalisé avec un matériau présentant une conductivité $\sigma = 41000 \text{ S.m}^{-1}$ pour deux valeurs de perméabilité différentes. Dans cette configuration, la modification de la perméabilité induit un décalage du pic d'absorption de 200 MHz et prouve ainsi le couplage entre la surface absorbante périodique et les propriétés magnétiques de la couche. Cependant, l'épaisseur considérée pour cette couche n'est pour l'heure pas réaliste ($\tau = 10 \mu\text{m}$) et doit être abaissée pour s'approcher des épaisseurs réalisables par pulvérisation cathodique.

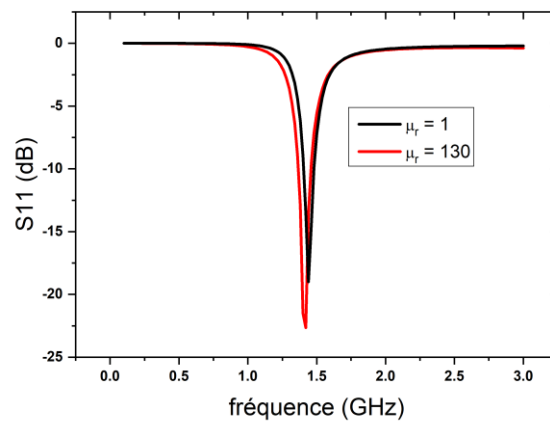


Figure 4.12 Comparaison des coefficients de réflexion simulés d'une surface périodique constituée de patches carrés avec $\sigma = 41000 \text{ S.m}^{-1}$ et $\mu_r = 130$ (en rouge) et $\mu_r = 1$ (en noir).

La figure (4.13) présente ainsi des simulations réalisées pour des épaisseurs comprises entre $0,32 \mu\text{m}$ et $10 \mu\text{m}$. La diminution de l'épaisseur de la couche entraîne une disparition du pic d'absorption. Bien qu'un couplage entre les propriétés magnétiques de la couche ferromagnétique et la surface périodique ait été démontré, il est donc inenvisageable d'utiliser des couches minces nanométriques pour concevoir des surfaces périodiques constituées de patches. D'autres configurations de surfaces absorbantes ont ainsi été étudiées par la suite.

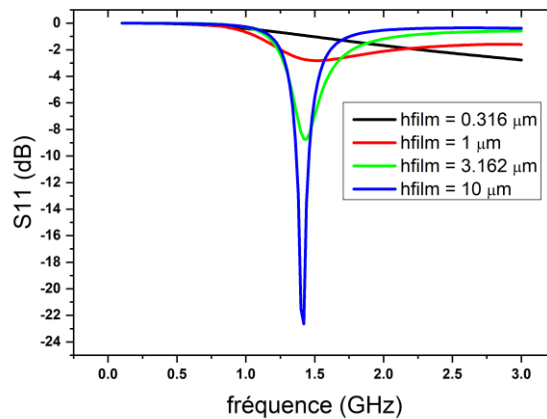


Figure 4.13 Comparaison des coefficients de réflexion simulés d'une surface périodique constituée de patches carrés avec $\sigma = 41000 \text{ S.m}^{-1}$ et $\mu_r = 130$ pour différentes épaisseurs de la couche constituant le patch.

4.3.3 Split-Ring Resonators (SRR)

Le Split-Ring Resonator (SRR) est un motif classique dans la communauté étudiant les métasurfaces. Il est constitué d'un motif métallique en anneau fendu déposé sur un substrat diélectrique (fig. 4.14). La fente de largeur (g_1) permet d'ajuster la capacité du résonateur tandis que la longueur du ruban et la largeur de celui-ci (w) permet d'ajuster l'inductance du résonateur. Dans notre cas, nous avons considéré un substrat de verre d'épaisseur 5 mm, une largeur de fente $g_1 = 5$ mm et une largeur de ligne $w = 8$ mm. Le motif est inscrit dans un carré de 35 mm de côté. La périodicité, ou taille totale de la cellule unitaire, est de 50 mm.

Ce motif est asymétrique dans le plan et interagit différemment avec l'onde incidente en fonction de sa polarisation. Pour faciliter la compréhension, nous noterons dans la suite TE l'onde incidente dont le champ électrique est perpendiculaire à la fente et TM l'onde dont le champ électrique est parallèle à la fente (fig. 4.14). En réalité, à incidence normale, ces deux ondes correspondant à une onde TEM mais ces dénominations ont été choisies car elles correspondent aux simulations à incidence oblique.

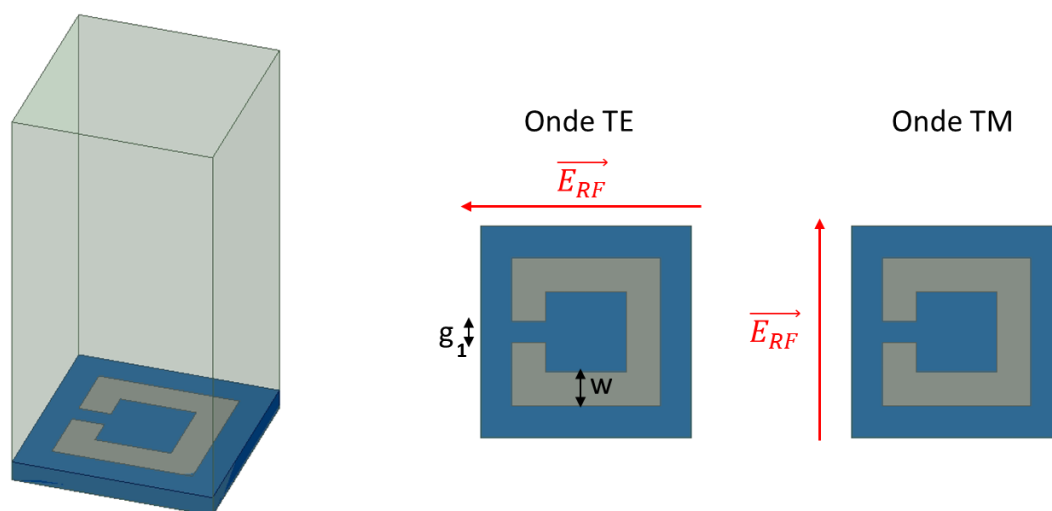


Figure 4.14 Motif SRR à l'étude et configurations de la polarisation de l'onde incidente.

Dans un premier temps, une simulation a été réalisée avec un motif SRR en cuivre d'épaisseur 250 nm (fig. 4.15). Il est à noter que, dans le cas du cuivre, l'épaisseur joue un rôle très faible sur la réponse de la surface absorbante. Cette surface présente une réponse différente en fonction de la polarisation de l'onde. Pour une onde TE, la surface présente un coefficient de réflexion avec un seul pic d'absorption dans la bande 0,1-3 GHz situé à 1,26 GHz. Pour une

onde TM, la surface présente plusieurs pics d'absorption périodiques ($f_1 = 0,7$ GHz, $f_2 = 1,84$ GHz).

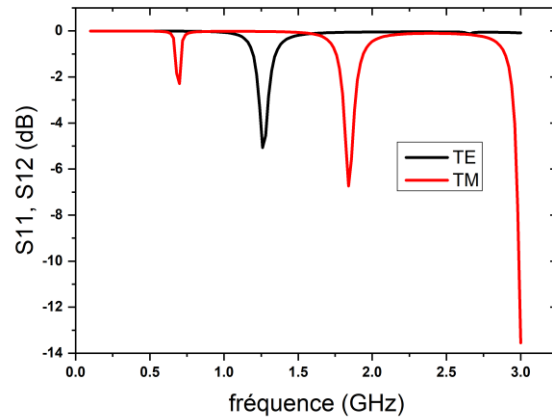


Figure 4.15 Coefficient de réflexion d'un motif SRR en cuivre pour deux polarisations linéaires de l'onde incidente.

Comme dans le cas des patches carrés, des simulations ont été réalisées de façon à séparer les effets liés à la conductivité et à la perméabilité. La figure (4.16) présente les résultats de deux simulations avec : i) métal de conductivité similaire au cuivre mais avec une perméabilité isotrope constante $\mu_r = 130$ et ii) métal non magnétique de conductivité similaire à celle des couches de FeCoB ($\sigma = 41000$ S.m⁻¹). La prise en compte d'une perméabilité différente de 1 pour une couche de forte conductivité conduit à des résultats très similaires à une simulation réalisée avec une couche de cuivre de 250 nm. Comme dans le cas des patches carrés, une faible conductivité entraîne la disparition des pics d'absorption dans le cas d'une couche de faible épaisseur.

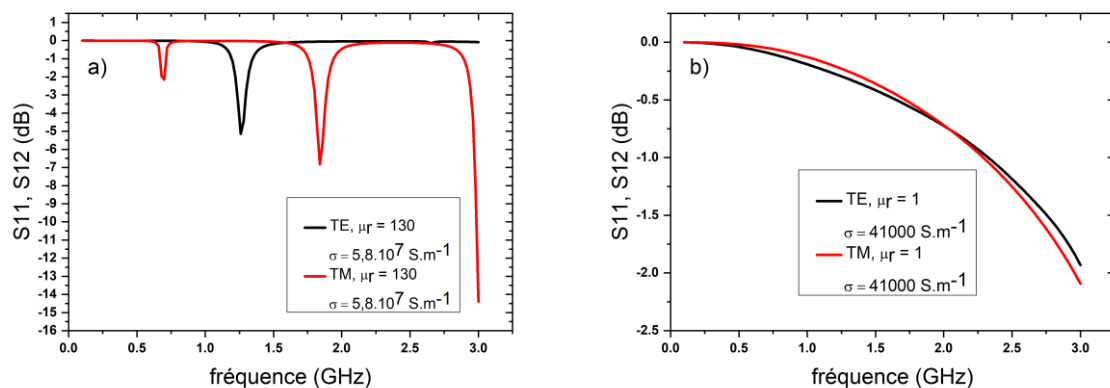


Figure 4.16 Simulation d'une surface périodique constituée de motifs SRR d'épaisseur 250 nm a) avec $\sigma = 5,8.10^7$ S.m⁻¹ et $\mu_r = 130$ et b) avec $\sigma = 41000$ S.m⁻¹ et $\mu_r = 1$.

La figure (4.17) présente le coefficient de réflexion de la surface dans le cas d'une onde polarisée TE pour différentes épaisseurs de la couche ($\sigma = 41000 \text{ S.m}^{-1}$ et $\mu_r = 1$). De façon similaire au patch carré, la résonance apparaît dès lors que la couche présente une épaisseur supra-micronique. Cette dépendance en épaisseur apparaît clairement liée aux effets de peau dans le résonateur SRR.

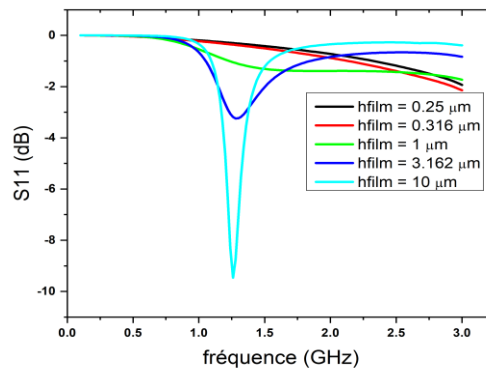


Figure 4.17 Comparaison des coefficients de réflexion simulés (onde TE) d'une surface périodique constituée de motifs SRR avec $\sigma = 41000 \text{ S.m}^{-1}$ et $\mu_r = 1$ pour différentes épaisseurs de la couche constituant le motif SRR.

Dans le cas d'une couche épaisse ($10 \mu\text{m}$) de faible conductivité ($\sigma = 41000 \text{ S.m}^{-1}$), la surface est sensible à une modification de la perméabilité. Ainsi, la figure (4.18) présente les coefficients de réflexion de deux ondes polarisées linéairement pour une perméabilité unitaire et une perméabilité égale à 130. Pour les deux polarisations, un décalage des pics d'absorption d'environ 200 MHz est observé, démontrant l'interaction des ondes incidentes avec la perméabilité de la couche. Néanmoins, comme dans le cas des patches périodiques, cette configuration n'est pas réaliste car elle nécessiterait l'utilisation de couches ferromagnétiques supra-microniques incompatibles avec les procédés de réalisation étudiés.

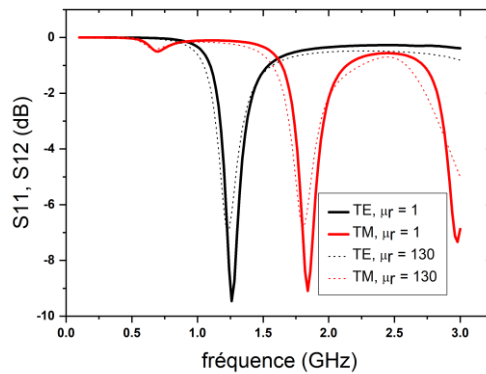


Figure 4.18 Comparaison des coefficients de réflexion simulés d'une surface périodique constituée de motifs SRR d'épaisseur $10 \mu\text{m}$ avec $\sigma = 41000 \text{ S.m}^{-1}$ et $\mu_r = 1$ (trait plein) et $\mu_r = 130$ (pointillés) pour les deux polarisations.

4.3.4 Spirales entrelacées

Suite à l'étude de ces deux premières structures, une troisième structure périodique a été étudiée. Celle-ci, évoquée dans la partie (4.3.1), est constituée de spirales dont les bras sont entrelacés. Cette structure est caractérisée par le nombre de tours des spirales (5 dans notre cas), la largeur des rubans w et le gap les séparant g_1 (fig. 4.19 a). Ce motif présente l'intérêt d'une très faible périodicité rapportée à sa fréquence de fonctionnement [107].

Dans un premier temps, une spirale constituée de rubans en cuivre ($w = 150 \mu\text{m}$, $g_1 = 150 \mu\text{m}$) d'épaisseur 300 nm sur substrat de verre d'épaisseur 4 mm a été étudiée à titre de référence. La périodicité de ce motif est de $5,7 \text{ mm}$. Du fait d'une symétrie du motif dans le plan, ce type de structure présente une indépendance à la polarisation en incidence normale. La réponse de cette structure est présentée sur la (fig. 4.19 b) Dans la bande $0,1\text{-}6 \text{ GHz}$, le coefficient de réflexion présente 3 pics d'absorption distincts situés à $0,8 \text{ GHz}$, $3,45 \text{ GHz}$ et $5,8 \text{ GHz}$, correspondant à des chemins électriques de longueurs différentes dans la spirale.

Comme dans les cas précédents, des études sur l'influence de la conductivité et des propriétés magnétiques du matériau constituant la spirale ont été réalisées. Les conclusions sont identiques à celles tirées des études des motifs précédents, à savoir, l'impossibilité d'obtenir une structure sensible aux propriétés magnétiques pour des épaisseurs faibles en considérant les propriétés de conduction des couches minces de FeCoB.

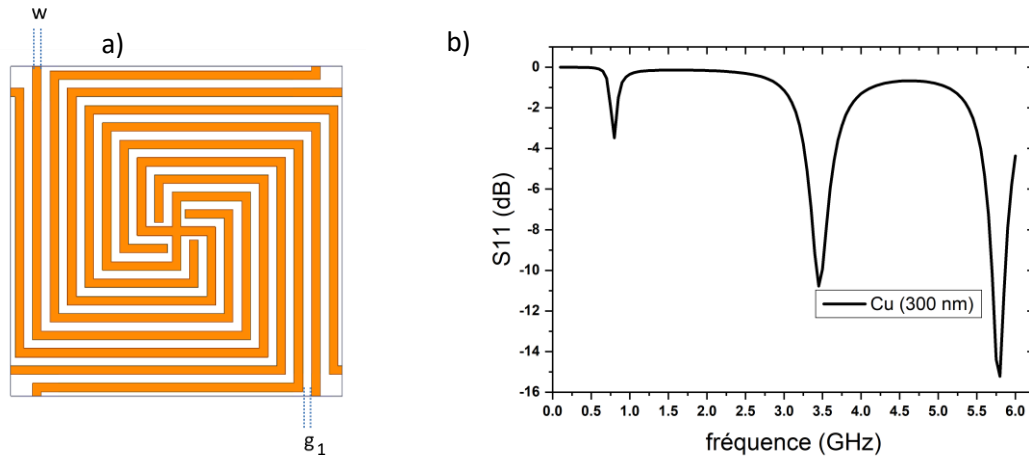


Figure 4.19 a) Motif de spirales entrelacées étudié. b) Coefficient de réflexion d'une spirale entrelacée périodique en cuivre d'épaisseur 300 nm ($w = 150 \mu\text{m}$, $g_1 = 150 \mu\text{m}$).

Une approche différente a alors été imaginée. Elle consiste à associer une couche de cuivre et une couche mince ferromagnétique pour constituer la spirale de façon à tirer profit de la forte conductivité du cuivre et des propriétés magnétiques du FeCoB (fig. 4.20). La structure étudiée considère une couche ferromagnétique d'épaisseur 377 nm sur laquelle est déposée une couche de cuivre d'épaisseur 300 nm.

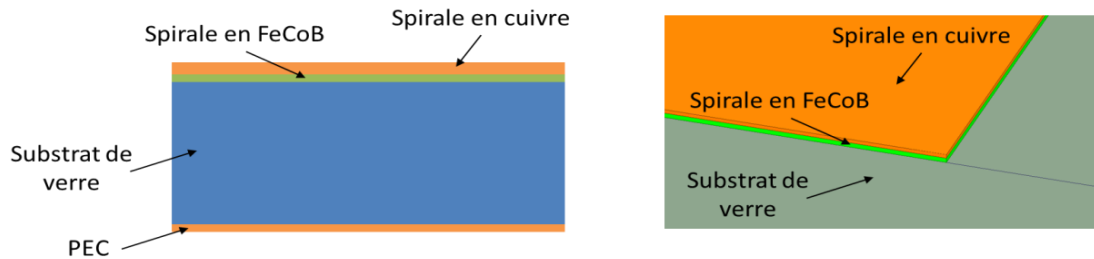


Figure 4.20 Spirales constituées d'un empilement Cu/FeCoB sur substrat de verre.

Dans un premier temps, une couche de FeCoB présentant une conductivité ($\sigma = 54000 \text{ S.m}^{-1}$) et une perméabilité scalaire ($\mu_r = 500$) a été considérée. Ces propriétés correspondent à celles d'une couche mince FeCoB d'épaisseur $\tau = 377 \text{ nm}$ avant la FMR. La figure (4.21) compare les coefficients de réflexion calculés pour des spirales entrelacées périodiques en Cu et en Cu/FeCoB avec des dimensions identiques. Dans le cas à l'étude, l'utilisation d'une couche de FeCoB de perméabilité constante égale à 500 permet de décaler les fréquences de résonance de second et troisième pics d'absorption vers les basses fréquences. Si le décalage observé est relativement faible, il démontre bien le couplage entre les propriétés magnétiques

de la couche mine ferromagnétique et l'absorption naturelle de la métasurface. Ce couplage trouve pour origine une interaction entre les champs locaux rayonnés par la spirale à proximité de la résonance avec le film ferromagnétique.

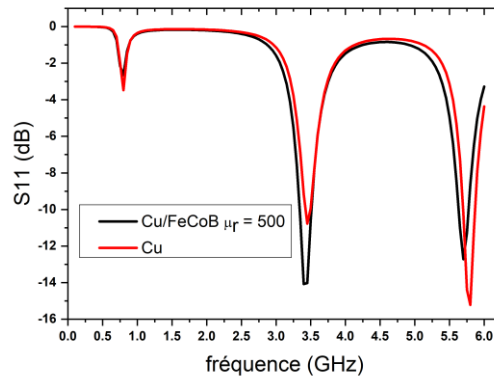


Figure 4.21 Coefficient de réflexion d'une spirale entrelacée périodique en Cu (300 nm) / FeCoB (377 nm) cuivre ($w = 150 \mu\text{m}$, $g_1 = 150 \mu\text{m}$). La couche de FeCoB présente une conductivité $\sigma = 54000 \text{ S.m}^{-1}$ et une perméabilité scalaire $\mu_r = 500$.

Dans un second temps, les spectres mesurés (partie expérimentale) d'une couche mince FeCoB d'épaisseur $\tau = 377 \text{ nm}$ ont été utilisées pour modéliser le matériau. La dispersion en fréquence de la perméabilité et des pertes magnétiques est alors prise en compte dans la simulation. A cette étape, le matériau est considéré comme isotrope (perméabilité complexe et dispersive égale dans les 3 directions de l'espace). La réponse de la spirale dans ce cas est présentée sur la (fig. 4.22) Le coefficient de réflexion présente un pic d'absorption supplémentaire à proximité du second pic d'absorption naturelle de la spirale. Ceci permet d'accroître la bande passante d'absorption à -5 dB à une valeur de 750 MHz contre 350 MHz pour une spirale réalisée uniquement en cuivre. D'autres couples (w, g_1) ont été étudiés. Ces simulations ont mis en évidence que l'apparition de ce nouveau pic est étroitement liée à la position fréquentielle du second pic d'absorption naturelle de la spirale.

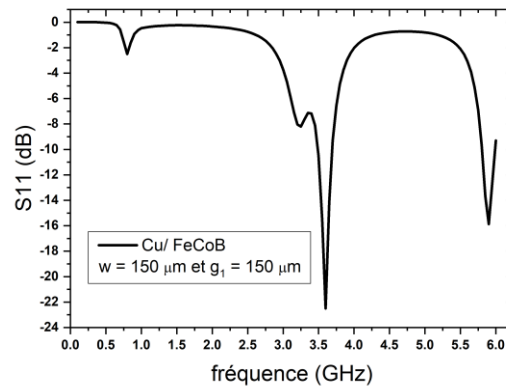


Figure 4.22 Coefficient de réflexion d'une spirale entrelacée périodique en Cu (300 nm) / FeCoB (377 nm) cuivre ($w = 150 \mu\text{m}$, $g_1 = 150 \mu\text{m}$) pour une couche FeCoB présentant une perméabilité complexe dispersive et isotrope.

L'origine de ce pic d'absorption supplémentaire est encore à l'étude. Les pertes importantes à proximité de la FMR auraient pu induire l'apparition de ce pic d'absorption dans le cas d'une interaction entre le champ rayonné par la spirale et la couche magnétique. Cependant, dans le cas considéré, la FMR se situe à 2,05 GHz, soit une fréquence sensiblement éloignée de celle du pic supplémentaire. Le décalage des pertes par rapport à la FMR aurait pu s'expliquer par une interaction de type Couton-Mouton ou Faraday, difficile à prédire pour ces configurations électromagnétiques complexes. Cependant, le matériau est ici modélisé par une perméabilité complexe isotrope et non un tenseur avec des éléments extra-diagonaux (termes pouvant influencer la perméabilité effective vue par l'onde en fonction de l'orientation du champ magnétique par rapport à la direction de l'aimantation et de la direction de propagation dans le matériau magnétique). La zone fréquentielle dans laquelle se situe ce pic d'absorption supplémentaire correspond en fait aux fréquences dans lesquelles la perméabilité du matériau est fortement négative. D'autres configurations (FMR différentes, position fréquentielle de la FMR par rapport au pic d'absorption de la spirale...) devront être étudiées pour expliquer l'apparition de ce phénomène.

4.4 Conclusion

Ce chapitre avait pour objectif d'étudier la possibilité d'intégrer des couches minces FeCoB dans des surfaces absorbantes dans le but d'optimiser les performances d'absorption au travers d'un couplage entre les propriétés magnétiques de la couche et l'absorption naturelle de la surface.

Dans un premier temps, nous avons montré qu'il était possible d'utiliser une couche mince ferromagnétique pour concevoir un absorbant de type écran de Salisbury. Néanmoins, la réponse de cet écran reste similaire à celle obtenue à partir d'un film résistif classique et un couplage entre les propriétés magnétiques et la surface absorbante n'a pu être mis en évidence dans ce cas.

Dans un second temps, des surfaces absorbantes basées sur l'utilisation de motifs métalliques périodiques ont été étudiées. Une interaction possible a été démontrée sur des motifs de type patches ou SRR. Néanmoins, ce couplage n'apparaît que dans le cas de couches FeCoB supra-microniques incompatibles avec le procédé de réalisation et dont les propriétés magnétiques dévieraient sensiblement de celles des couches sub-microniques étudiées dans cette thèse. L'utilisation d'empilements Cu/FeCoB a permis de mettre en évidence un couplage des propriétés magnétiques de la couche avec l'absorption de la surface absorbante se manifestant par l'apparition d'un pic d'absorption supplémentaire. Si son origine reste encore à approfondir et si ce couplage reste délicat à obtenir car dépendant de nombreux paramètres, cette configuration pourrait permettre d'élargir de façon conséquente la bande passante d'absorption de la métasurface. Par ailleurs, ce type de structures est totalement compatible avec les procédés de réalisation classiques de composants hyperfréquences (métallisation couche mince et photolithographie).

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Les échantillons de $\text{Fe}_{43}\text{Co}_{43}\text{B}_{14}$ ont été élaborés sur des substrats de silicium d'orientation cristallographique (100) en optimisant les conditions dépôt à une puissance de dépôt de 50W et un débit d'argon de 8 SCCM. Les mesures DRX des quatre échantillons étudiés en fonction de l'angle d'incidence α ont montré un caractère amorphe ou nanocristallisé.

La surface de ces échantillons, mesurée par AFM présente, pour les angles obliques, des formes de monticules dont l'amplitude augmente avec la rugosité. Notons que le champ coercitif, estimé par les cycles d'hystérésis, évolue d'une façon similaire à la rugosité de surface. Les mesures du cycle d'hystérésis par VSM ont montré par ailleurs que l'axe de facile aimantation se situe dans le plan d'incidence. Ces résultats indiquent l'absence de coalescence, dans la direction perpendiculaire, et que la structure en colonne isolée des grains. Ceci résulte du pourcentage de 14% en bore et des conditions de dépôt choisies. Les principales caractéristiques magnétostatiques sont satisfaisantes du point de vue applicatif. L'aimantation à saturation, presque la même pour les quatre échantillons, varie entre 15 et 16 KG. Une augmentation du champ d'anisotropie est observée jusqu'à l'angle $\alpha = 45^\circ$, où il atteint la valeur de 220 Oe, suivi d'une diminution à $\alpha = 75^\circ$. Cette diminution est liée à des contributions de contraintes de type compressives.

Les distributions angulaires des rapports M_t/M_s et M_r/M_s ont également été mesurées. La distribution angulaire M_r/M_s montre un caractère uniaxial pour tous les échantillons. Suivant l'axe difficile, le rapport M_t/M_s est presque nul et maximal aux alentours de 90° , tandis que le rapport M_r/M_s n'est pas nul. Ces résultats nous ont conduits à réaliser des mesures de dispersion angulaire qui montrent une diminution de la dispersion en fonction de l'angle d'incidence. Ainsi l'axe de facile aimantation est bien défini pour des angles d'incidence obliques. Dans ce cadre, nous avons réalisé une simulation de la dispersion angulaire à l'aide du modèle de S&W à partir d'une discrétisation à 3 ou 4 macrospins. Le résultat montre que le rapport M_t/M_s déduit de la dispersion angulaire et le rapport M_t/M_s expérimental sont proches aux alentours de 90° .

A l'aide des mesures dynamiques par la méthode en monospire, nous avons observé un bon accord entre l'augmentation de la fréquence de résonance et la variation de la largeur à mi-hauteur Δf d'une part, et l'augmentation de l'anisotropie et de la diminution de sa dispersion

angulaire d'autre part. Une contradiction existe néanmoins pour l'angle $\alpha = 75^\circ$, entre les valeurs dynamiques et statiques. L'hypothèse reliée à cette contradiction est l'existence d'une anisotropie perpendiculaire et/ou d'une anisotropie rotatoire associée à la présence de « stripe domains ». Cette hypothèse est soutenue le changement de la pente observée suivant les cycles d'hystérésis.

L'anisotropie perpendiculaire a pu être estimée par la comparaison entre les valeurs de l'aimantation à saturation $4\pi M_s$ obtenue par VSM et celles de $4\pi M_{\text{eff}}$ mesurée en dynamique. Les mesures en méthode monospire sous champ externe et les mesures FMR, nous ont permis de déterminer que les valeurs de l'aimantation effective $4\pi M_{\text{eff}}$ sont similaires aux valeurs de l'aimantation à saturation, à l'exception de l'angle $\alpha = 75^\circ$. Pour $\alpha = 75^\circ$, sa valeur ne peut être pas interprétée par la méthode en monospire à cause de limitations expérimentales liées à la saturation de l'échantillon. Pour y remédier, nous avons réalisé des mesures par RFM en fonction de la fréquence qui permettent d'appliquer des champs plus importants. Ces mesures ont confirmé la similitude constatée en monospire pour $\alpha = 0^\circ, 25^\circ, 45^\circ$, alors que pour $\alpha = 75^\circ$, $4\pi M_s - 4\pi M_{\text{eff}}$ atteint la valeur de 800 Gauss.

En ce qui concerne l'anisotropie rotatoire, les mesures FMR du champ de résonance en fonction de l'angle azimutal ϕ ont été comparées aux courbes théoriques simulées à partir des paramètres statiques. Cette comparaison montre qu'il existe un champ rotatoire significatif, de l'ordre de 70 Oe, uniquement pour $\alpha = 75^\circ$. Notons que l'hypothèse de l'existence du champ rotatoire pour $\alpha = 75^\circ$ est corroborée par les mesures de dépendance angulaire de la rémanence normalisée $M_r/M_{r_{\text{max}}}$ qui montrent une rotation progressive du champ d'anisotropie. Néanmoins, les mesures réalisées par MFM n'ont pas montré l'existence des « stripe-domains » associés à cette anisotropie rotatoire.

Par ailleurs, des mesures de la relaxation de l'aimantation ont été également effectuées, ces mesures ont montré un facteur d'amortissement faible $\alpha_G = 7 \times 10^{-3}$ pour nos échantillons. De plus, la valeur de l'inhomogénéité est élevée pour $\alpha = 75^\circ$, l'inhomogénéité est un facteur important qui se trouve souvent dans les films contenant une anisotropie de surface perpendiculaire. Enfin, les images Kerr ont confirmé l'existence d'une anisotropie oblique.

Dans la partie (3.7) de cette thèse consacrée à l'effet de l'épaisseur, les propriétés statiques mesurées par VSM et dynamiques mesurées par monospire d'échantillons aux différents angles d'incidence α ont été effectuées. Ces mesures ont montré que l'aimantation à saturation

augmente avec l'épaisseur pour tous les angles. Pour la série $\alpha = 75^\circ$, nous trouvons une aimantation plus faible pour des épaisseurs $\tau < 110$ nm due à l'existence probable de deux phases magnétiques. Tous les échantillons présentent une détérioration de leurs propriétés magnétiques douces au cours de leur élaboration (valeur maximale du champ coercitif) avant de se relaxer à forte épaisseur. Le champ d'anisotropie et la fréquence de résonance augmentent avec l'épaisseur pour les échantillons élaborés sous incidence oblique notamment pour $\alpha = 45^\circ$.

En conclusion, les mesures en angle d'incidence et en épaisseur placent les matériaux (FeCoB) déposés à 45° comme un bon candidat pour les applications hyperfréquences avec des fréquences de résonance élevées ($f \cong 6$ GHz), une perméabilité proche de 100 et un champ d'anisotropie de l'ordre de 200 Oe à forte épaisseur. Les propriétés magnétiques et électriques des échantillons de FeCoB ont été utilisées pour étudier l'intérêt de coupler ces couches minces à des surfaces absorbantes constituées de différents motifs, notamment périodiques. Dans un premier temps, nous avons constaté que la perméabilité n'interagit pas avec une surface du type écran de Salisbury. Aucune interaction n'est observée entre les couches et les motifs périodiques étudiés (Patch, SRR, et spirales entrelacées), pour des épaisseurs de l'ordre de quelques centaines de nanomètres. Néanmoins, l'association d'une couche mince de FeCoB avec une couche à forte conductivité (cuivre) présente un intérêt pour augmenter l'absorption d'une surface constituée d'une structure entrelacée à 5 spirales. L'apparition d'un pic supplémentaire à l'épaisseur expérimentalement accessible de $\tau = 377$ nm permet d'accroître la bande passante d'absorption. Des études supplémentaires seront nécessaires pour connaître l'origine de ce pic (géométrie et structure de la spirale...) et optimiser cette interaction afin d'augmenter le niveau d'absorption et d'atteindre des valeurs rendant ces surfaces absorbantes hybrides exploitables dans un contexte applicatif réel.

Bibliographie

- [1] W. D. Doyle, X. He and P. Tang, "Frequency dependence of the transverse biased permeability in thin permalloy films," *J. Appl. Phys.*, vol. 73, p. 5995, 1993.
- [2] J. Russat, G. Suran, H. Ouahmane, M. Rivoire and J. Sztern, "A study of complex permeability in rare earth-substituted cobalt/nonmagnetic transition metal amorphous thin films," *J. Appl. Phys.*, vol. 73, p. 5392, 1993.
- [3] C. Kittel, "Interpretation of anomalous Larmor frequencies in ferromagnetic resonance experiment," *Phys. Rev.*, vol. 71, p. 270, 1947.
- [4] X. Liu, Y. Zuo, X. Zhou, W. Li, L. Feng and D. Yao, "Controlling the microwave characteristic of FeCoB-ZnO granular thin films deposited by obliquely sputtering," *J. Appl. Phys.*, vol. 117, p. 1033902, 2015.
- [5] K. Seemann, H. Leiste and V. Bekker, "New theoretical approach to the RF-dynamics of soft magnetic FeTaN films for CMOS components," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 278, pp. 200-207, 2004.
- [6] G. Chai, N.N. Phuoc and C. K. Ong, "Exchange coupling driven omnidirectional rotatable anisotropy in ferrite doped CoFe thin film," *Sci. Rep.*, vol. 2, p. 832, 2012.
- [7] P. Thang, G. Rijnders and D.H.A Blank, "Stress-induced magnetic anisotropy of CoFe₂O₄ thin films using pulsed laser deposition," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 310, pp. 2621-2623, 2007.
- [8] S. X. Wang, N. X. Sun, M. Yamaguchi and S. Yabukami, "Sandwich films: Properties of a new soft magnetic material," *Nature*, vol. 407, pp. 150-151, 2000.
- [9] C. L. Platt, M. K. Minor and T. J. Klemmer, "Magnetic and structural properties of FeCoB thin films," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 37, pp. 2302-2304, 2001.
- [10] V. Laur, P. Queffelec, F. Rasoanoavy, G. Lebedev, B. Viala and M. P. Thi, "Microwave Magnetoelectric Couplings in FeCoB/piezoelectric Bilayers," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 49, pp. 1060-1063, 2013.
- [11] J. Li, Q. Zhan, S. Zhang, J. Wei, J. Wang, M. Pan, Y. Xie et al., "Magnetic anisotropy and high-frequency property of flexible FeCoTa films obliquely deposited on a wrinkled topography," *Sci. Rep.*, vol. 7, p. 2837, 2017.

- [12] C. Li, G. Chai, C. Yang, W. Wang and D. Xue, "Tunable zero-field ferromagnetic resonance frequency from S to X band in oblique deposited CoFeB thin films," *Sci. Rep.*, vol. 5, p. 17023, 2015.
- [13] C. C. Hsieh, H. W. Chang, C. W. Chang, W. C. Chang and C. C. Yang, "A study of the magnetic properties and high-frequency characteristics of Fe–Co/FeCoB-based bilayer films," *Phys. Scr.*, vol. 139, p. 014031, 2010.
- [14] J. Liao, Z. Feng, J. Qiu and Y. Tong, "High-frequency permeability of sputtered Fe–Co–B-based soft magnetic thin films," *phys. stat. sol.*, vol. 205, pp. 2943-2947, 2008.
- [15] K. Okamoto, K. Itoh and T. Hashimoto, "Estimation of magnetocrystalline anisotropy of cobalt films deposited at oblique incidence," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 87, p. 379, 1990.
- [16] E. Yu, J. S. Shim, I. Kim, J. Kim, S. H. Han, H. J. Kim, K. H. Kim and M. Yamaguchi, "Development of FeCo-Based Thin Films for Gigahertz Applications," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 41, p. 2005, 3259-3261.
- [17] V. Iacovacci, G. Lucarini, L. Ricotti and A. Menci, *Magnetic Field-Based Technologies for Lab-on-a-Chip*, 2016.
- [18] W. Heisenberg, "Multi-body problem and resonance in quantum mechanics II," *Zeitschr. f. Physik*, vol. 38, p. 441, 1926.
- [19] C. Bilzer, "Susceptibilité micro-ondes de couches minces ferromagnétiques : métrologie et analyse de la dynamique d'aimantation," Université Paris-Sud 11, PhD thesis, Paris, 2007.
- [20] http://www.uqac.ca/chimie_ens/Chimie_theorique/cadres/Cadre_chap_17.htm.
- [21] T. J. Klemmer, K. A. Ellis, L. H. Chen, B. Van Dover and S. Jin, "Ultra-high frequency permeability of sputtered Fe–Co–B thin films," *J. Appl. Phys.*, vol. 87, no. 2, pp. 830-833, 2000.
- [22] A. Aharoni, "Demagnetizing factors for rectangular ferromagnetic prisms," vol. 83, pp. 3432-3434, 1998.
- [23] J. A. Osborn, "Demagnetizing Factors of the General Ellipsoid," *Phys. Rev.*, vol. 67, no. 11-12, pp. 351-357, 1945.

- [24] T. Hauguel, "Croissance et propriétés magnétiques des bicouches nanométriques Multiferroïque/Ferromagnétique de type BiFeO₃/Ni₈₁Fe₁₉ couplées par échange," Université de Bretagne Occidentale (UBO), PhD Thesis, Brest, 2012.
- [25] M. K. Minor, T. M. Crawford, T. J. Klemmer, Yi. Peng and D. E. Laughlin, "Stress dependence of soft, high moment and nanocrystalline FeCoB films," *J. Appl. Phys.*, vol. 91, p. 8453, 2002.
- [26] T. G. Knorr and R. W. Hoffman, "Dependence of Geometric Magnetic Anisotropy in Thin Iron Films," *Phys. Rev.*, vol. 113, p. 1039, 1959.
- [27] X. Fan, D. Xue, M. Lin, Z. Zhang, D. Guo, C. Jiang, and J. Wei, "In situ fabrication of Co₉₀Nb₁₀ soft magnetic thin films with adjustable resonance frequency from 1.3 to 4.9 GHz," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 92, p. 222505, 2008.
- [28] J. M. Nieuwenhuizen and H. B. Haanstra, "Microfractography of thin films," *Philips Tech. Rev.*, vol. 27, p. 87, 1966.
- [29] K. Hara, "Anomalous magnetic anisotropy of thin films evaporated at oblique incidence," *J. Sci. Hiroshima Univ.*, Vols. Ser. A-II 34, pp. 139-163, 1970.
- [30] T. Iwata, R. J. Prosen and B. E. Gran, "Perpendicular Anisotropy in Polycrystalline NiFe Thin Films," *J. Appl. Phys.*, vol. 37, p. 1285, 1966.
- [31] K. Ounadjela, "Étude de l'anisotropie induite uniaxiale dans les couches minces amorphes ferromagnétiques douces de Co_{1-x}Ti_x : Couplage d'échange avec une couche ferromagnétique dure de CoPtTi," Université Paris 7, PhD Thesis, Paris, 1986.
- [32] P. Weiss, "L'hypothèse du champ moléculaire et la propriété ferromagnétique," *J. Phys. Theor. Appl.*, vol. 6, pp. 661-690, 1907.
- [33] A. LOPEZ, "Étude de la dynamique de paroi de domaine magnétique dans des matériaux à fort couplage spin orbite," Université De Grenoble, PhD Thesis, Grenoble, 2006.
- [34] M. Yamanouchi, A. Jander, P. Dhagat, S. Ikeda, F. Matsukura and H. Ohno, "Domain Structure in CoFeB Thin Films With Perpendicular Magnetic Anisotropy," *EEE Magn. Lett.*, vol. 2, p. 300304, 2011.
- [35] M. Coïsson, G. Barrera, F. Celegato and P. Tiberto, "Rotatable magnetic anisotropy in Fe₇₈Si₉B₁₃ thin films displaying stripe domains," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 476, pp. 402-411, 2019.

- [36] E. C. Stoner and E. P. Wohlfarth, "A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys," *Philos. Trans. R. Soc. A*, vol. 240, no. 826, pp. 599-642, 1948.
- [37] L. Landau and E. Lifshits, "ON THE THEORY OF THE DISPERSION OF MAGNETIC PERMEABILITY IN FERROMAGNETIC BODIES," *Phys. Zeitsch. der Sow.*, vol. 8, pp. 153-169, 1935.
- [38] <http://www.iue.tuwien.ac.at/phd/makarov/dissertationch5.html>.
- [39] T. L. Gilbert, "A lagrangian formulation of the gyromagnetic equation of the magneticfield," *Phys. Rev.*, vol. 100, p. 1243, 1955.
- [40] A. Bonneau, "Multicouches magnétiques à fréquences de résonance ajustables pour applications hyperfréquences," Université François Rabelais De Tours, PhD Thesis, Tours, 2013.
- [41] M. Collet, "Dynamique d'ondes de spin dans des microstructures à base de films de YIG ultra-minces: vers des dispositifs magnoniques radiofréquences," Université Paris-Saclay, PhD thesis, Paris, 2017.
- [42] B. Heinrich and J. A. C. Bland, "Ultrathin Magnetic Structure III," Springer, 143-206.
- [43] W. Platow, A. N. Anisimov, G. L. Dunifer, M. Farle and K. Baberschke, "Correlations between ferromagnetic-resonance linewidths and sample quality in the study of metallic ultrathin films," *Phys. Rev. B*, vol. 58, p. 5611, 1998.
- [44] R. Arias and D. L. Mills, , "Extrinsic contributions to the ferromagnetic resonance response of ultrathin films," *Phys. Rev. B*, vol. 60, no. 10, p. 7395, 1999.
- [45] K. Lori, "Magnetic monolayers on semiconducting substrates: an in situ FMR study of Fe-based heterostructures," Universität Duisburg-Essen, PhD Thesis, Duisburg and Essen, 2007.
- [46] A. Billard and F. Perry, "Pulvérisation cathodique magnétron," *Techniques de l'ingénieur, Réf. M-1654*, 2005.
- [47] C. Manastersk, , "La pulvérisation cathodique industrielle," *Presses polytechniques et universitaires romandes*, 2005.
- [48] K. Bobzin, E. Lugscheider, M. Maes and C. Piñero, "Relation of Hardness and Oxygen Flow of Al₂O₃ Coatings Deposited by Reactive Bipolar Pulsed Magnetron Sputtering," *Thin Solid Films* , vol. 494, pp. 255-262, 2006.

- [49] M. A. Moram and M. E. Vicker, "X-ray diffraction of III-nitrides," *Rep. Prog. Phys.*, vol. 72, p. 036502, 2009.
- [50] M. Ermrich and D. Opper, "XRD for the analyst," 2011.
- [51] P. Scherrer, *Göttinger Nachrichten Gesell.*, vol. 2, p. 98, 1918.
- [52] A. W. Burton, K. Ong, T. Rea and I. Y. Chan, "On the estimation of average crystallite size of zeolites from the scherrer equation : A critical evaluation of its application to zeolites with one-dimensional pore systems," vol. 117, no. 1-2, p. 75, 2009.
- [53] G. Binnig, C. F. Quate and C. Gerber, "Atomic Force Microscope," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 56, p. 930, 1986.
- [54] <https://www.univ-brest.fr/microscopie/menu/Equipements/Microscopes/AFM>
- [55] Y. Martin and H. K. Wickramasinghe, "Magnetic imaging by "force microscopy" with 1000 Å resolution," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 50, p. 1455, 1987.
- [56] J. J. Sáenz, N. García, P. Grütter, E. Meyer, H. Heinzelmann, R. Wiesendanger, L. Rosenthaler, H. R. Hidber and H-J Güntherodt, "Observation of magnetic forces by the atomic force microscope," *J. Appl. Phys.*, vol. 62, p. 4293, 1987.
- [57] A. Hubert and R. Schäfer, *Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures*, Springer Science and Business medi, 1998.
- [58] S. Foner, "Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 30, p. 548, 1959.
- [59] S. R. Hoon, "An inexpensive, sensitive vibrating sample magnetometer," *Eur. J. Phys.*, vol. 4, no. 2, pp. 61-67, 1987.
- [60] R. Nouar, "Etude et réalisation de couches minces à caractère magnétique par pulvérisation cathodique magnétron. Application pour des capteurs de type GMI," Université de Technologie de Belfort-Montbéliard (UTBM), PhD Thesis, Belfort-Montbéliard, 2009.
- [61] G. Panta and D. Subedi, "Electrical characterization of aluminum (Al) thin films measured by using four- point probe method," *Kathmandu University Journal of Science, Engineering and Technology*, vol. 8, no. 2, pp. 31-36, 2012.

- [62] L. Arbenz, "Caractérisation non destructive de la conductivité électrique locale d'une pièce en acier forgé de géométrie non triviale," Journées JCGE'2014 - SEEDS, Saint-Louis, France, 2014.
- [63] D. Pain, M. Ledieu, O. Acher, A. L. Adenot and F. Duverger, "An improved permeameter for thin film measurements up to 6 GHz," *J. Appl. Phys.*, vol. 85, p. 5151, 1999.
- [64] A. Hashimoto, K. Hirata, T. Matsuu, S. Saito and S. Nakagawa, "Crystal Structure as an Origin of High-Anisotropy Field of FeCoB Films With Ru Underlayer," *IEEE Trans. Mag.*, vol. 44, no. 11, pp. 3899-3901, 2008.
- [65] A. L. Patterson, "The Scherrer Formula for X-Ray Particle Size Determination," *Phys. Rev.*, vol. 56, no. 10, p. 978-982, 1939.
- [66] A. Aram, K. Kaminska, M. Suzuki, L. Martinu and K. Robbie, "Onset of Shadowing-Dominated Growth in Glancing Angle Deposition," *J. Appl. Phys.*, vol. 91, no. 17, p. 173114, 2007.
- [67] C. Buzea and K. Robbie, "Nano-sculptured thin film thickness variation with incidence angle," *J. Optoelectron. Adv. M.*, vol. 6, pp. 1263-1268, 2004.
- [68] J. Zhu, K. Zhou, Y. Yang, D. Tang, B. Zhang, M. Lu and H. Lu, "Effect of Argon Ion Etching on the Magnetic Properties of FeCoB Films," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 374, pp. 544-547, 2015.
- [69] M. Coisson, F. Celegato, E. Olivetti, P. Tiberto, F. Vinai and M. Baricco, "Stripe domains and spin reorientation transition in Fe₇₈B₁₃Si₉ thin films produced by rf sputtering," *J. Appl. Phys.*, vol. 104, p. 033902, 2008.
- [70] X. Liu and G. Zangari, "Easy axis dispersion and micromagnetic structure of electrodeposited, high moment Fe-Co-Ni films," *J. Appl. Phys.*, vol. 90, p. 5247, 2001.
- [71] A. Neudert, J. McCord, R. Schäfer and L. Schultz, "Dynamic anisotropy in amorphous CoZrTa films," *J. Appl. Phys.*, vol. 95, p. 6595, 2004.
- [72] P. N. Solovev, A. V. Izotov and B. A. Belyaev, "Microstructural and magnetic properties of thin obliquely deposited films: A simulation approach," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 429, pp. 45-51, 2017.
- [73] C. Wu, Y. Huang, Y. Cui, Z. Shen, Y. Ma, S. Xie, H. Du, Xi. Gao and S. Li, "Film Thickness Gradient-Induced Magnetic Anisotropy and Ferromagnetic Resonance in

- Fe56Co24B20 Amorphous Films Prepared by Pulse Laser Deposition," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 51, no. 11, pp. 1-3, 2015.
- [74] M. Gloanec, S. Rioual, B. Lescop, R. Zuberek, R. Szymczak, P. Aleshkevych and B. Rouvellou, "Temperature dependence of exchange bias in NiFe/FeMn bilayers," *Phys. Rev. B.*, vol. 82, p. 144433, 2010.
- [75] S. Dubourg, S. Queste and O. Acher, "Secondary peaks on microwave permeability," *J. Appl. Phys.*, vol. 97, p. 10F903, 2005.
- [76] H. Hoffmann, "Theory of magnetization ripple," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 4, no. 1, pp. 32-38, 1968.
- [77] D. Pain, "Relations entre les propriétés magnétiques statiques et les propriétés en hyperfréquence de couches minces ferromagnétiques," Université de Versailles Saint-Quentin-En-Yvelines. Phd thesis, Versailles, 1999.
- [78] X. Wang, Q. Yang, L. Wang, Z. Zhou, T. Min, M. Liu and N.X. Sun, "E-field Control of the RKKY Interaction in FeCoB/Ru/FeCoB/PMN-PT (011) Multiferroic Heterostructures," *Adv. Mater.*, vol. 39, p. 1803612, 2018.
- [79] Y.-M Kuo, S. Li, and J.-G. Duh, "High-frequency ferromagnetic properties of multilayered FeCoHfO /AlO_x films," *Mater. Res. Bull.*, vol. 45, pp. 1916-1920, 2010.
- [80] J. W. Feng, S. S. Kang, F. M. Pan, G. J. Jin, M. Lu, A. Hu, S.S. Jiang and D. Feng, "Magnetic anisotropy of sputtered Ni/Ag multilayers," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 152, no. 1-2, pp. 27-32, 1996.
- [81] N. N. Phuoc, F. Xu, and C. K. Ong, "Tuning magnetization dynamic properties of Fe – SiO₂ multilayers by oblique," *J. Appl. Phys.*, vol. 105, p. 113926, 2009.
- [82] S. Nicolodi, L. G. Pereira, A. Harres, G. M. Azevedo, J. E. Schmidt, I. García-Aguilar, N. M. Souza-Neto, C. Deranlot, F. Petroff and J. Geshev, "Negative Rotatable Anisotropy in IrMn/Cr/Co Thin Films," *Phys. Rev. B.*, vol. 85, no. 22, p. 224438, 2012.
- [83] W. T. Soh, N. N. Phuoc, C. Y. Tan and C. K. Ong, "Magnetization dynamics in permalloy films with stripe domains," *J. Appl. Phys.*, vol. 114, p. 053908, 2013.
- [84] H-S. Song, K-D. Lee, C-Y. You, S-H. Yang, S. Parkin, B-G. Park et al., "Intrinsic and extrinsic Gilbert damping in exchange-biased IrMn/Cu/CoFe trilayer films," *Appl. Phys. Express*, vol. 8, no. 5, p. 053002, 2015.

- [85] G. O. HERNANDEZ, "Elaboration et étude des propriétés physiques de couches minces," Université Toulouse 3 Paul Sabatier, PhD Thesis, Toulouse, 2013.
- [86] Z. Zhuangqu and Y. Wei, "Optimization of experiment settings in ferromagnetic resonance measurements," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 7, pp. 2614-2618, 2017.
- [87] T. Devolder, P.-H. Ducrot, J.-P. Adam, I. Barisic, N. Vernier, Joo-Von Kim, B. Ockert and D. Ravelosona, "Damping of $\text{CoFe}_{80-x}\text{B}_{20}$ ultrathin films with perpendicular magnetic anisotropy," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 102, p. 022407, 2013.
- [88] L. Zhang, H. Zheng, W. Zhu, M. Li, M. Zhang, N. Wang, H. P. Lu, J. L. Xie and L. J. Deng, "Study of magnetic properties and double resonance peaks of $\text{FeCoB/SiO}_2/\text{FeCoSiB}$ magnetic films," *J. Alloy. Compd.*, vol. 657, pp. 174-178, 2016.
- [89] J. Lindner, I. Barsukov, C. Raeder, C. Hassel, O. Posth, R. Meckenstock, P. Landeros and D. L. Mills, "Two-magnon damping in thin films in case of canted magnetization: Theory versus experiment," *Phys. Rev. B*, vol. 80, p. 224421, 2009.
- [90] J. Lindner, K. Lenz, E. Kosubek, K. Baberschke, D. Spoddig, R. Meckenstock, J. Pelzl, Z. Frait and D. L. Mills, "Non-Gilbert-type damping of the magnetic relaxation in ultrathin ferromagnets: Importance of magnon-magnon scattering," *Phys. Rev. B*, vol. 68, p. 060102, 2003.
- [91] C. L. Graët, "Nano-structures ferromagnétique - anti-ferromagnétique pour applications en hyperfréquences," Université de Bretagne Occidentale, PhD Thesis, Brest, 2011.
- [92] A. Neuweiler and H. Kronmüller, "Magnetization processes in amorphous and nanocrystalline FeCuNbSiB thin films," *J. Magn. Magn. Mater.*, Vols. 177-181, pp. 1269-1270, 1998.
- [93] G. Bayreuther, M. Dumm, B. Uhl, R. Meier and W. Kipferl, "Magnetocrystalline volume and interface anisotropies in epitaxial films: Universal relation and Néel's model (invited)," *J. Appl. Phys.*, vol. 93, p. 8230, 2003.
- [94] N. Phuoc and C. K. Ong, "Thermal stability of high frequency properties of gradient-composition-sputtered FeCoHf films with and without stripe domains," *J. Appl. Phys.*, vol. 114, p. 023901, 2013.
- [95] V. Madurga, J. Vergara and C. Favieres, "Magnetic domain structures and nano-string morphology of laser off-normal deposited amorphous cobalt films with

- controlled magnetic anisotropy," *J. Magn. Magn. Mater.*, Vols. 272-276, pp. 1681-1683, 2004.
- [96] A. Priou, "Matériaux en électromagnétisme – Matériaux absorbants radar," *Techniques de l'Ingénieur*, E1166,, 2009.
- [97] <https://www.laird.com/rfmicrowave-absorbers-dielectrics/microwave-absorbing-foams/broadband-free-space-reflectivity-absorbers/eccosorb>.
- [98] C. M. Watts, X. Liu and W. J. Padilla, "Metamaterial Electromagnetic Wave Absorbers," *Adv. Opt. Mater.*, vol. 24, no. 23, pp. 98-120, 2012.
- [99] L. Burgnies, J. Hao, C. Mismar, G. Ducournau, E. Lheurette and D. Lippens,, "Metasurfaces absorbantes flexibles en ondes millimétriques," *Journées de Caractérisation Micro-ondes et Matériaux*, Nantes, 2014.
- [100] P. Chen, R. K. Li, Y. Gu, Y. Shi and R. X. Wu, "Ultrathin broadband microwave absorbers using ferromagnetic films," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 349, pp. 259-263, 2014.
- [101] M. Zhang, T. Jiang and Y. Feng, "Design and measurement of microwave absorbers comprising resistive frequency selective surfaces," *Journal of Electromagnetic Analysis and Applications*, vol. 6, pp. 203-208, 2014.
- [102] Y. Shi, J. Yang, H. Shen, Z. Meng and T. Hao, "Design of broadband metamaterial-based ferromagnetic absorber," *Mater. Sci. Adv. Compos. Mater.*, vol. 2, no. 2, pp. 1-7, 2018.
- [103] W. Ren, Y. Nie, X. Xiong, C. Zhang, Y. Zhou and R. Gong, "Enhancing and broadening absorption properties of frequency selective surfaces absorbers using FeCoB-based thin film," *J. Appl. Phys.*, vol. 111, p. 07E703, 2012.
- [104] V. Laur and P. Queffelec,, "Cavity-perturbation method improvement by a numerical calibration process," *Microw. Opt. Technol. Lett.*, vol. 56, no. 4, pp. 904-906, 2014.
- [105] H. T. Chen, A. J. Taylor and N. Yu,, "A review of metasurfaces: physics and applications," *Rep. Prog. Phys.*, vol. 79, p. 076401, 2016.
- [106] S. Barbagallo, A. Monorchio and G. Manara, "Small periodicity FSS screens with enhanced bandwidth performance," , *Electron. Lett.*, vol. 42, no. 14, pp. 788-790, 2006.

- [107] G. Cochet, "Amalgamating magnetized ferrites with metamaterials : towards new applications in telecommunications," Université de Bretagne Occidentale et de la Queen's University of Belfast, PhD thesis, Brest and Belfast, 2015.

Liste des figures

Figure 1.1 a) Illustration schématique d'une substance diamagnétique sans champ (A gauche) et soumis à un champ magnétique externe [17].b) Arrangement désordonné (A gauche et A droite) et ordonné (Au milieu) suivant le champ d'une substance paramagnétique.	18
Figure 1.2 Arrangement aléatoire (A gauche) et ordonné (A droite) respectivement en absence et en présence d'un champ magnétique externe d'une substance ferromagnétique...	19
Figure 1.3 Variation de la susceptibilité magnétique de divers solides en fonction de la température [20].	20
Figure 1.4 Système de coordonnées d'une couche mince.	21
Figure 1.5 Variation de la saturation de la magnétostriction en fonction du pourcentage du Bore [21].	22
Figure 1.6 Illustration schématique des coefficients démagnétisants (en SI) suivant les directions, O_x , O_y et O_z pour 3 géométries : sphérique, cylindrique et planaire [24].	24
Figure 1.7 a) Paroi de Bloch et b) Paroi de Néel [33].	25
Figure 1.8 (a) Cycles d'hystérésis dans le plan de l'échantillon selon deux directions orthogonales différentes. (b) Représentation schématique de l'aimantation en rubans ou en bandes parallèles « stripe domains». Les flèches indiquent les composantes de l'aimantation selon la direction des bandes et perpendiculairement au plan de l'échantillon d'après [35]...	26
Figure 1.9 Cycles d'hystérésis théoriques du modèle de Stoner & Wohlfarth uniaxial.	27
Figure 1.10 Illustration du mouvement de précession d'aimantation a) sans amortissement et b) avec amortissement [38].	29
Figure 1.11 Relation de dispersion pour les trois types d'ondes magnétostatiques dans un film mince d'après M. COLLT [41].	34
Figure 1.12 Schéma des voies principales des mécanismes de relaxation (intrinsèques et extrinsèques) dans un système ferromagnétique [41].	35
Figure 1.13 Calcul de la dépendance en fréquence de la largeur de raie pour les films minces avec l'aimantation suivant L'axe facile [45].	37
Figure 2.1 Schéma de fonctionnement de la pulvérisation cathodique assistée par magnétron [48].	42
Figure 2.2 a) Bâti de pulvérisation cathodique et b) Chambre de l'enceinte interne.	43

Figure 2.3 a) Profilométrie KLA TENCOR 10 b) Tracé du profil d'une couche FeCoB qui permet de déterminer la hauteur de la marche.	46
Figure 2.4 Représentation schématique de la configuration du diffractomètre.	47
Figure 2.5 Principe de la diffraction des rayons X.	47
Figure 2.6 Diffractogrammes de rayons X pour trois différents échantillons.	48
Figure 2.7 Principe de mesure de la microscopie à force atomique [54].	49
Figure 2.8 Principe de mesure de la microscopie à force magnétique.	51
Figure 2.9 Principe de fonctionnement d'un microscope à effet Kerr.	52
Figure 2.10 a) Vue de l'ensemble de VSM du Laboratoire b) Vue détaillée avec le système de vibration et les bobines de détection.	53
Figure 2.11 a) Cycles d'hystérésis d'une couche mince FeCoB/SiO ₂ réalisés dans la configuration où le champ statique H est selon l'axe difficile. b) Schéma du dispositif expérimental de la magnétométrie vectorielle. Les composantes longitudinales et transversales sont représentées.	54
Figure 2.12 Configurations (parallèle et perpendiculaire) possibles dans le VSM [60].	55
Figure 2.13 Schéma du principe de mesure de résistivité électrique par la méthode des 4 pointes [62].	56
Figure 2.14 a) Vue de l'ensemble du dispositif pour la mesure de la perméabilité. b) Cellule constituée d'une ligne micro-ruban court-circuitée.	58
Figure 2.15 a) Vue de l'ensemble du dispositif RFM. b) Position de la cellule.	59
Figure 2.16 Spectre typique d'une couche FeCoB obtenu par RFM.	60
Figure 3.1 Morphologie de la couche mince. Diagramme de Thornton. (T _m est la température de fusion).	64
Figure 3.2 Diffractogrammes de rayons X pour les différents angles d'incidence.	66
Figure 3.3 Image AFM 2D pour $\alpha = 45^\circ$	66
Figure 3.4 Images AFM 3D pour les différents angles d'incidence.	67
Figure 3.5 Evolution de la rugosité (carré noir), de la résistivité (rond rouge) et de la vitesse de dépôt (triangle noir) en fonction de l'angle d'incidence α	67
Figure 3.6 Support biseauté à 45° placé sous une cible.	69
Figure 3.7 Schéma de principe de l'arrangement de la pulvérisation cathodique.	70
Figure 3.8 Cycles d'hystérésis suivant l'axe facile et l'axe difficile dans le plan pour les différents angles d'incidence.	71

Figure 3.9 a) Cycles d'hystérésis longitudinales hors plan pour les différents angles d'incidence. b) Cycles d'hystérésis longitudinales hors plan avec un Zoom pour les différents angles d'incidence.....	72
Figure 3.10 a) Evolution azimutale de l'aimantation rémanente et b) de l'aimantation transversale maximale normalisées par rapport à l'aimantation de saturation M_s	74
Figure 3.11 a) Dépendance angulaire de la rémanence normalisée et b) Sa dérivée partielle pour les différents angles d'incidence.....	75
Figure 3.12 Dérivée partielle de la dépendance angulaire rémanence de l'échantillon a) sans et b) avec aimant.	76
Figure 3.13 Discrétisation de la dérivée de dépendance angulaire de la rémanence pour a) $\alpha = 0^\circ$ et c) $\alpha = 45^\circ$. Évolution azimutale M_t/M_s expérimentale et théorique (S&W) pour b) $\alpha = 0^\circ$ et d) $\alpha = 45^\circ$	77
Figure 3.14 Spectres théoriques et expérimentaux de la perméabilité en fonction de la fréquence pour les différents angles d'incidence.	78
Figure 3.15 Variation de la fréquence de résonance et du champ d'anisotropie en fonction de l'angle d'incidence.	80
Figure 3.16 Spectres des différents angles d'incidence lorsque le champ est appliqué selon l'axe difficile HA.	82
Figure 3.17 Spectres des différents angles d'incidence lorsque le champ est appliqué selon l'axe facile EA.	82
Figure 3.18 Variation du carré de la fréquence de résonance en fonction du champ statique appliqué H_{ex} selon les deux axes facile (triangle rouge) et difficile (rond noir) pour les différents angles d'incidence.	83
Figure 3.19 Variation du carré de la fréquence en fonction du champ statique appliqué H_{ex} selon les deux axes facile et difficile pour $\alpha = 45^\circ$	85
Figure 3.20 Comparaison entre l'aimantation à saturation effective $4\pi M_{eff}$ et statique $4\pi M_s$	86
Figure 3.21 Variation a) de la largeur à mi-hauteur Δf et b) du facteur d'amortissement effectif α_{eff} en fonction du champ externe H_{ex} selon l'axe difficile.	86
Figure 3.22 Spectres RFM des différents angles d'incidence à 7 GHz lorsque φ varie entre 0° et 90°	88
Figure 3.23 Spectres RFM des différents angles d'incidence à 11 GHz lorsque φ varie entre 0° et 90°	89

Figure 3.24 Spectres RFM des quatre échantillons étudiés à différentes fréquences lorsque le champ statique est appliqué le long de la direction de difficile de l'aimantation x_2	90
Figure 3.25 Evolution de la pulsation au carré en fonction du champ de résonance du mode fondamental pour les différents angles d'incidence.....	91
Figure 3.26 Evolution a) de l'aimantation à saturation effectif (carreau noir) et statique (rond rouge) et b) du facteur gyromagnétique en fonction de l'angle d'incidence.	92
Figure 3.27 Evolution du champ de résonance en fonction de l'angle φ pour les différents angles d'incidence à a) 7 GHz et c) 11 GHz pour le mode fondamental et b) 7 GHz et d) 11 GHz pour le mode SSW.....	92
Figure 3.28 Evolution du champ de résonance expérimental et théorique en fonction de l'angle φ pour les angles d'incidence α a) 0° , b) 25° et c) 45° à 7 GHz et d) 75° à 11 GHz..	93
Figure 3.29 Evolution de la largeur à mi-hauteur en fonction de la fréquence excitatrice pour les différents angles d'incidence suivant x_1 (carreau noir) et suivant x_2 (rond rouge)....	95
Figure 3.30 Evolution des paramètres de relaxation pour les différents angles d'incidence suivant x_1 et x_2 a) la contribution intrinsèque de Gilbert α_G et b) la contribution extrinsèque ΔH_0	95
Figure 3.31 Evolution de la largeur à mi-hauteur en fonction de l'angle φ pour les différents angles d'incidence à une fréquence de 11 GHz pour le mode fondamental.....	96
Figure 3.32 Evolution de la largeur à mi-hauteur en fonction de la fréquence excitatrice pour l'échantillon $\alpha = 75^\circ$ et l'ajustement de la courbe expérimentale (droite rouge) en ajoutant le terme à deux magnons ΔH_{2M}	97
Figure 3.33 Images topographiques (a et c) pour $\alpha = 45^\circ$ et e) pour $\alpha = 75^\circ$. Images MFM (b et d) pour $\alpha = 45^\circ$ et f) pour $\alpha = 75^\circ$	98
Figure 3.34 Images (Kerr optique) pour l'angle d'incidence $\alpha = 75^\circ$ selon la configuration longitudinale.	99
Figure 3.35 Images (Kerr optique) pour l'angle d'incidence $\alpha = 75^\circ$ selon a) la configuration longitudinale et b) la configuration polaire pour un même champ appliqué.	100
Figure 3.36 Images (Kerr optique) pour l'angle d'incidence $\alpha = 75$ selon la configuration polaire (a-b) sont suivant l'axe x et (d-e) sont suivant l'axe $-x$	100
Figure 3.37 Images (Kerr optique) réalisées en configuration polaire pour les différents angles d'incidence.....	101
Figure 3.38 Diffractogrammes obtenus pour des échantillons de différentes épaisseurs pour a) $\alpha = 0^\circ$ et b) $\alpha = 45^\circ$	102

Figure 3.39 a) Variation de l'aimantation à saturation en fonction de l'épaisseur τ pour les cinq séries d'échantillons. b) Evolution du produit $\tau \times 4\pi M_s$ en fonction de l'épaisseur τ .	103
Figure 3.40 Variation en fonction de l'épaisseur des champs coercitifs avec et sans aimant mesurés le long de l'axe de a) facile et b) difficile aimantation	103
Figure 3.41 Comparaison entre les distributions angulaires expérimentales du champ coercitif pour ($\tau = 25$ nm et $\tau = 160$ nm) effectuées sans aimant et les distributions angulaires à 1 macrospin et 4 macrospins indépendants.	104
Figure 3.42 Variation en fonction de l'épaisseur des champs coercitifs pour les différents angles d'incidence mesurés le long de l'axe de a) facile et b) difficile aimantation.	105
Figure 3.43 Evolution en fonction de l'épaisseur du champ d'anisotropie statique obtenu en incidence normale avec et sans aimant.	106
Figure 3.44 Evolution en fonction de l'épaisseur du champ d'anisotropie statique pour les différents angles d'incidence.	106
Figure 3.45 Cycle d'hystérésis selon les deux axes facile (noire) et difficile (rouge) des deux épaisseurs a) 53 nm, b) 125 nm pour $\alpha = 75^\circ$ et c) 720 nm pour $\alpha = 25^\circ$	107
Figure 3.46 Spectres des perméabilités réelles (a et c) et imaginaires (b et d) des différentes épaisseurs pour les angles d'incidence $\alpha = 0^\circ$ et $\alpha = 45^\circ$	108
Figure 4.1 a) Ecran de Salisbury et b) écran de Dällenbach.	113
Figure 4.2 Chambre anéchoïque de l'ENSTA Bretagne avec absorbants pyramidaux. ...	114
Figure 4.3 a) Absorbant constitué d'empilements nanométriques Fe/SiO ₂ sous forme de patches carrés déposés sur une mousse polymère et b) Comparaison de l'absorption simulée et mesurée.	116
Figure 4.4 a) Structure multicouche constituée d'un empilement motifs métalliques périodiques / PET / FeCoB / PET et b) Réponse de la structure en l'absence de couche ferromagnétique (noir) et pour différentes concentrations en FeCoB [103].....	116
Figure 4.5 Ecran de Salisbury en interaction avec une onde incidente a) polarisée TE et b) polarisée TM.	119
Figure 4.6 Réponse simulée de l'écran de Salisbury de référence constitué d'un substrat de verre d'épaisseur $d = 11,1$ mm et d'une couche de Ta ₂ N d'épaisseur $\tau = 0,358$ μm	119
Figure 4.7 Réponse simulée d'un écran de Salisbury constitué d'un substrat de verre d'épaisseur $d = 11,1$ mm et d'une couche de FeCoB d'épaisseur $\tau = 101$ nm ($\mu_r = 412$ et $\sigma = 26262$ S.m ⁻¹).	120
Figure 4.8 Réseau périodique de dipôles en 2 dimensions et son schéma équivalent.	122

Figure 4.9 Surface périodique constituée de patches carrés sur un substrat de verre et réponse de la surface dans la bande 0,1-3 GHz pour un patch en cuivre d'épaisseur 10 μm	124
Figure 4.10 Densité de courant dans le patch de cuivre à la fréquence d'absorption maximale ($f = 1,44$ GHz).....	124
Figure 4.11 Simulation d'une surface périodique constituée de patches carrés a) avec $\sigma = 5,8.10^7$ S.m ⁻¹ et $\mu_r = 130$ et b) avec $\sigma = 41000$ S.m ⁻¹ et $\mu_r = 1$	125
Figure 4.12 Comparaison des coefficients de réflexion simulés d'une surface périodique constituée de patches carrés avec $\sigma = 41000$ S.m ⁻¹ et $\mu_r = 130$ (en rouge) et $\mu_r = 1$ (en noir).126	126
Figure 4.13 Comparaison des coefficients de réflexion simulés d'une surface périodique constituée de patches carrés avec $\sigma = 41000$ S.m ⁻¹ et $\mu_r = 130$ pour différentes épaisseurs de la couche constituant le patch.	126
Figure 4.14 Motif SRR à l'étude et configurations de la polarisation de l'onde incidente.	127
Figure 4.15 Coefficient de réflexion d'un motif SRR en cuivre pour deux polarisations linéaires de l'onde incidente.	128
Figure 4.16 Simulation d'une surface périodique constituée de motifs SRR d'épaisseur 250 nm a) avec $\sigma = 5,8.10^7$ S.m ⁻¹ et $\mu_r = 130$ et b) avec $\sigma = 41000$ S.m ⁻¹ et $\mu_r = 1$	128
Figure 4.17 Comparaison des coefficients de réflexion simulés (onde TE) d'une surface périodique constituée de motifs SRR avec $\sigma = 41000$ S.m ⁻¹ et $\mu_r = 1$ pour différentes épaisseurs de la couche constituant le motif SRR.....	129
Figure 4.18 Comparaison des coefficients de réflexion simulés d'une surface périodique constituée de motifs SRR d'épaisseur 10 μm avec $\sigma = 41000$ S.m ⁻¹ et $\mu_r = 1$ (trait plein) et $\mu_r = 130$ (pointillés) pour les deux polarisations.	130
Figure 4.19 a) Motif de spirales entrelacées étudié. b) Coefficient de réflexion d'une spirale entrelacée périodique en cuivre d'épaisseur 300 nm ($w = 150$ μm , $g_1 = 150$ μm).....	131
Figure 4.20 Spirales constituées d'un empilement Cu/FeCoB sur substrat de verre.....	131
Figure 4.21 Coefficient de réflexion d'une spirale entrelacée périodique en Cu (300 nm) / FeCoB (377 nm) cuivre ($w = 150$ μm , $g_1 = 150$ μm). La couche de FeCoB présente une conductivité $\sigma = 54000$ S.m ⁻¹ et une perméabilité scalaire $\mu_r = 500$	132
Figure 4.22 Coefficient de réflexion d'une spirale entrelacée périodique en Cu (300 nm) / FeCoB (377 nm) cuivre ($w = 150$ μm , $g_1 = 150$ μm) pour une couche FeCoB présentant une perméabilité complexe dispersive et isotrope.	133

Liste des tableaux

Tableau 3.1 Variation du champ coercitif et du champ d'anisotropie en fonction du débit d'argon.	65
Tableau 3.2 Variation de l'épaisseur pour les différents angles d'incidence, mesurée par profilomètre.....	68
Tableau 3.3 Comparaison du champ d'anisotropie suivant les deux méthodes.....	73
Tableau 3.4 Valeur théorique des paramètres dynamiques calculés suivant LLG.	79
Tableau 3.5 Comparaison entre le champ d'anisotropie statique et dynamique (facile et difficile) pour les différents angles d'incidence.....	85
Tableau 3.6 Paramètres déduits de l'ajustement de la largeur de raie en fonction de la fréquence en ajoutant le terme à deux magnons pour les différents angles d'incidence.	97

Titre : Elaboration et caractérisation magnétiques et structurales de nanostructures de FeCoB optimisées pour des applications radiofréquences.

Mots clés : couches minces, anisotropies, aimantation, FMR, simulation HFSS.

Résumé : Dans ce mémoire, nous avons étudié dans un premier temps des couches minces de $\text{Fe}_{43}\text{Co}_{43}\text{B}_{14}/\text{SiO}_2$ en faisant varier l'angle d'incidence ($\alpha = 0^\circ, 25^\circ, 45^\circ$ et 75°) à épaisseur fixe, puis nous avons effectué des mesures sur une série d'échantillons de différentes épaisseurs pour chacun des angles d'incidences de dépôt. Les propriétés magnétiques statiques et dynamiques ont été caractérisées. Le rôle de la dispersion d'anisotropie a notamment été étudié.

Ensuite, les propriétés magnétiques de ces échantillons ont été utilisées pour étudier l'intérêt de coupler ces couches minces à des surfaces absorbantes, constituées de différents motifs, notamment périodiques.

Les résultats majeurs de cette thèse, indiquent que le FeCoB déposé à 45° est un bon candidat pour les applications hyperfréquences avec des fréquences de résonance élevées ($f_r \cong 6$ GHz), une valeur de la perméabilité proche de 100 et un champ d'anisotropie de l'ordre de 200 Oe à forte épaisseur.

Title : Elaboration and characterization of magnetic and structural FeCoB nanostructures optimized for radiofrequency applications

Keywords: thin films, anisotropies, magnetization, FMR, HFSS simulation.

Abstract: In this thesis, we have initially studied thin films of $\text{Fe}_{43}\text{Co}_{43}\text{B}_{14}/\text{SiO}_2$ by varying the incidence angle ($\alpha = 0^\circ, 25^\circ, 45^\circ$ and 75°) at a fixed thickness, then we have performed measurements on a series of samples of different thicknesses for each of the deposited incidence angles. Static and dynamic magnetic properties have been characterized. In addition, the role of anisotropy dispersion has been studied.

Then, the magnetic properties of these samples have been used to study the interest of coupling these thin films to absorbent surfaces made up of different patterns, in particular periodic ones.

The major results of this thesis, show that FeCoB deposited at 45° is a good candidate for high frequency applications with high resonance frequencies ($f_r \cong 6$ GHz), permeability value close to 100 and anisotropy field of the order of 200 Oe at high thickness.