



HAL
open science

Sondes à magnétorésistance géante pour l'imagerie magnétique 3D locale

Wanissa Benmessaoud

► **To cite this version:**

Wanissa Benmessaoud. Sondes à magnétorésistance géante pour l'imagerie magnétique 3D locale. Electromagnétisme. Université Paris-Saclay, 2023. Français. NNT : 2023UPASP168 . tel-04962950

HAL Id: tel-04962950

<https://theses.hal.science/tel-04962950v1>

Submitted on 24 Feb 2025

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.

Sondes à magnétorésistance géante pour l'imagerie magnétique 3D locale

Giant magnetoresistance probes for local 3D magnetic imaging

Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay

École doctorale n° 564, Physique en Île-de-France (EDPIF)
Spécialité de doctorat : Physique
Graduate School : Physique
Réfèrent : Faculté des sciences d'Orsay

Thèse préparée dans les unités de recherche **SPEC (Université Paris-Saclay, CEA, CNRS) et LIST (Université Paris-Saclay, CEA)**
sous la direction de **Myriam PANNETIER-LECOEUR**, cadre scientifique des EPIC,
le co-encadrement de **Aurélie SOLIGNAC**, cadre scientifique des EPIC
le co-encadrement de **Natalia SERGEEVA-CHOLLET**, cadre scientifique des EPIC

Thèse soutenue à Paris-Saclay, le 22/11/2023, par

Wanissa BENMESSAOUD

Composition du Jury

Membres du jury avec voix délibérative

Guillaume AGNUS

MdC, C2N Saclay

Président

Benjamin DUCHARNE

MdC, HDR, INSA Lyon

Rapporteur & Examineur

Michel HEHN

Professeur, IJL Nancy

Rapporteur & Examineur

Mélina MACOUIN

CR, GET Toulouse

Examinatrice

Titre : Sondes à magnétorésistance géante pour l'imagerie magnétique 3D locale

Mots clés : caractérisation de matériaux, magnétorésistance géante, capteur magnétique, imagerie magnétique, contrôle non destructif

Résumé : La caractérisation quantitative à l'échelle locale des propriétés magnétiques des matériaux présente un grand intérêt pour des applications telles que la science des matériaux, la nano-métrie, le paléomagnétisme ou le contrôle non destructif (CND). Sur la base d'une technique d'imagerie magnétique proposée au SPEC, un scanner magnétique a été développé, permettant une mesure simultanée et quantitative des trois composantes des champs magnétiques de fuite émis par un matériau, en statique ou en dynamique, dans le but de donner accès à leur microstructure magnétique, et d'apporter des informations locales précises sur les propriétés magnétiques des matériaux.

Pour cela, une sonde 3D locale, constituée de capteurs à magnétorésistance géante (GMR), a été conçue et optimisée pendant cette thèse. L'intérêt d'utiliser ce type de capteurs, issus de l'électronique de spin, est multiple. En effet, ils possèdent une très bonne sensibilité, de l'ordre du nT/ $\sqrt{\text{Hz}}$, planaire et unidirectionnelle. Ainsi, le fait de les disposer sur les différentes faces d'un support pyramidal permet de réaliser une mesure complète des champs magnétiques de fuite émis par un matériau lors du balayage de sa surface sur plusieurs millimètres ou centimètres. De plus, leur taille micrométrique permet d'atteindre une résolution de l'ordre de quelques dizaines de microns et les rend facilement intégrables au sein d'un dispositif de mesure à balayage, adaptable en fonction de l'application visée.

Par ailleurs, la reconstruction 3D des champs repose, en partie, sur la détermination d'une matrice de sensibilité caractéristique de la mesure et des capteurs. Aussi, des techniques de simulation et de calcul algorithmique ont été mises en œuvre pour déterminer cette matrice et proposer une reconstruction fiable et précise des champs.

Ainsi, durant cette thèse, plusieurs éléments ont été développés afin de construire l'instrument de mesure « Scanner magnétique à sonde 3D locale » final : les capteurs GMRs, les sondes 3D, la caractérisation précise de leur matrice de sensibilité, l'électronique de mesure ainsi que le setup de scan et de contrôle de la hauteur, les programmes de reconstruction des champs, les échantillons de calibration, etc. Des mesures sur des échantillons de calibration ont permis de valider cette technique d'imagerie magnétique, pour ensuite l'éprouver sur un certain nombre de matériaux divers et variés, dédiés à plusieurs applications : lames minces de roches magnétiques pour le paléomagnétisme, pièces en acier pour le CND, nano-aimants pour la recherche fondamentale et pièces métalliques issues de la fabrication additive (avec une sonde adaptée en récepteur du capteur courants de Foucault).

Title : Giant magnetoresistance probes for local 3D magnetic imaging

Keywords : material characterization, giant magnetoresistance, magnetic sensor, magnetic imaging, non-destructive testing

Abstract : Quantitatively, local-scale characterization of the magnetic properties of materials is of great interest for applications such as materials science, nano-metrology, paleomagnetism and non-destructive testing (NDT). Based on a magnetic imaging technique proposed at SPEC laboratory, a magnetic scanner has been developed, enabling simultaneous and quantitative measurement of the three components of the magnetic stray fields emitted by a material, in static or dynamic field, with the aim of giving access to their magnetic microstructure, and providing precise local information on the magnetic properties of materials.

For this purpose, a local 3D probe, composed of giant magnetoresistance (GMR) sensors, was designed and optimized during this thesis. The advantages of using this type of sensor, derived from spin electronics, are manifold. They are highly sensitive, in the nT/√Hz range, planar and unidirectional. Thus, by placing them on the different sides of a pyramidal support, it is possible to carry out a complete measurement of the magnetic stray fields emitted by a material when its surface is scanned over several millimeters or centimeters. Moreover, their micrometric size enables a resolution of the order of few tens of microns, making them easy to integrate into a scanning measurement device, adaptable to the application in question.

Moreover, 3D field reconstruction relies, in part, on the determination of a sensitivity matrix, characteristic of the measurement and sensors. Simulation and algorithmic calculation techniques have been used to determine this matrix and propose a reliable and accurate reconstruction of the fields.

Thus, during this thesis, several elements were developed to build the final "Magnetic Scanner with local 3D Probe" measuring instrument: GMRs sensors, 3D probes, precise characterization of their sensitivity matrix, measuring electronics as well as the scan and height control setup, field reconstruction programs, calibration samples, etc. Measurements on calibration samples were used to validate the magnetic imaging technique, which was then tested on a number of different materials from a variety of applications: magnetic rock thin section for paleomagnetism, steel parts for NDT, nanomagnets for fundamental research and metal parts from additive manufacturing (with a probe adapted to receive the eddy current sensor).

REMERCIEMENTS

Au cours de ces trois années de thèse au CEA-Saclay, j'ai eu le privilège de faire partie du Service de Physique de la Matière Condensée (SPEC). Je tiens ainsi à adresser mes remerciements à Patrice Roche, le chef de service. De plus, j'ai évolué au sein de l'équipe "capteurs" du Laboratoire Nano-Magnétisme et Oxydes (LNO), dirigé par Michel Viret, que je tiens également à remercier pour son accueil et sa gentillesse.

C'est avec une profonde affection et une immense reconnaissance que je souhaite adresser mes remerciements à mes encadrantes : Aurélie Solignac et Natalia Sergeeva-Chollet, ainsi qu'à ma directrice de thèse : Myriam Pannetier-Lecoeur. Votre bienveillance, votre rigueur et votre pédagogie ont été les piliers de mon parcours. Je suis profondément reconnaissante de vous avoir eu comme mentors. Votre influence restera gravée dans mon cheminement professionnel et personnel. Aurélie, je tiens à t'exprimer ma gratitude pour la richesse des connaissances que tu m'as transmises, tant sur le plan expérimental que théorique. Ta créativité et ton esprit d'entreprise scientifique ont été d'une aide précieuse. Je tiens aussi à te remercier pour tes encouragements et ton soutien, qui ont joué un rôle fondamental dans mon évolution sereine au cours de ces trois années. Natalia, je souhaite te remercier pour ton encadrement actif et l'intérêt que tu as porté sur mon travail. La clarté et la précision avec lesquelles tu m'as transmis tes connaissances ont constitué une immense ressource pour moi. Merci également pour ta gentillesse et ton soutien continu. Myriam, je tiens à te communiquer ma gratitude pour l'engagement avec lequel tu as accompli ton rôle de directrice de thèse. Tes retours et tes conseils m'ont permis de progresser et d'approfondir ma compréhension. Ton expertise, ta pertinence, tes orientations éclairées et ta bienveillance ont été une réelle source d'inspiration.

Je tiens également à exprimer ma reconnaissance envers les autres membres de l'équipe « capteur ». Claude Fermon, je te remercie pour ton aide précieuse, particulièrement en ce qui concerne la partie instrumentation de ma thèse. Gregory Cannies, je tiens à t'adresser mes remerciements pour la conception et la fabrication des supports de la sonde 3D. Élodie Fabre-Paul, je te suis très reconnaissante de m'avoir formée à la salle blanche et aux processus de micro-fabrication.

Je tiens à remercier Nicolas Vukadinovic et Jean-Yves Chauleau d'avoir accepté de faire partie de mon comité de suivi de thèse. Votre engagement, vos encouragements et votre bienveillance

ont été des éléments essentiels de mon parcours. Vos précieux conseils ont contribué à orienter mes recherches dans la bonne direction et je vous suis reconnaissante pour l'attention que vous avez portée à mon travail.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers les autres membres du LNO. Jean-Baptiste Moussy et Guénaëlle Jasmin-Lebras, je vous remercie pour votre sympathie et votre gentillesse. Grégoire De Loubens, je souhaite t'adresser mes remerciements pour avoir organisé avec enthousiasme et bienveillance les réunions du LNO. Gérald Le Goff, je te remercie pour les superbes boîtiers électroniques.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude envers ma « colocataire » de bureau et fidèle amie, Denitsa Nencheva. Ma thèse n'aurait pas été la même sans ta présence. Merci du fond du cœur pour le soutien inestimable que tu m'as apporté. Le partage de ce bureau avec toi a été une réelle source de réconfort et d'inspiration. Merci d'avoir contribué à rendre cette période de ma vie si enrichissante et agréable. Je remercie Elmer Monteblanco, pour sa gentillesse, sa joie de vivre, son soutien et son amitié. Je souhaite également adresser mes remerciements à Jean-François Bailly pour son infinie gentillesse et son sourire.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers les autres thésards, Maikane, Sanjay, Zixin, Paul, et bien d'autres. Maikane Deroo, merci pour ton énergie débordante. Sanjay René, je te remercie pour ta bonne humeur et ta joie de vivre. Zixin Li, merci pour ton humour et ta gentillesse.

Je tiens également à remercier les stagiaires que nous avons accueillis au LNO pendant ma thèse. Bastien Gély, Ange Leonetti, Dean Bah, Clara Borges, Tagi Tagiyev et Julien Girault, chacun de vous a accompli un travail remarquable. Participer à l'encadrement de certains d'entre vous a été un véritable plaisir pour moi.

Je souhaite remercier Julien Moulin et Fawaz Hadadeh pour la qualité de leurs manuscrits de thèse. Ces documents ont constitué un appui précieux tout au long de mes travaux de recherche.

Je tiens également à exprimer ma reconnaissance envers Corine Kopec-coelho pour sa patience et sa gentillesse lors des procédures administratives.

Au cours de ma thèse j'ai eu la chance de pouvoir collaborer avec différents laboratoires de recherche. Ainsi, je souhaite remercier chaleureusement nos collaborateurs du GET à Toulouse : Mélina Macouin, Loic Drigo et Sonia Rouse. Je vous remercie infiniment pour l'intérêt

que vous avez porté à mon travail et la contribution déterminante que vous avez apporté à mes travaux de recherche. Votre dynamisme, votre force de proposition, votre enthousiasme et votre vision ont donné une dimension nouvelle à mon travail. Je souhaite vous exprimer ma profonde gratitude pour l'accueil chaleureux que vous nous avez offert, à Aurélie et à moi, lors de nos visites à Toulouse.

Je tiens également à exprimer ma gratitude envers nos collaborateurs du LIST : Romain Sadoud et Kevyn Perlin pour leur engagement et leur dévouement envers mon projet de thèse. Une mention spéciale à Romain, qui a fait preuve d'une persévérance exceptionnelle pour nous permettre de réaliser les mesures en machine, même si cela n'a pas abouti.

Je tiens à exprimer ma sincère gratitude envers nos collaborateurs de l'UC Louvain : Chloé Chopin et Flavio Abreu Araujo. Leur précieuse contribution à l'automatisation des méthodes de calcul de la matrice de sensibilité, grâce à leurs compétences en Machine Learning, représente l'avenir de ce projet.

Je remercie également nos collaborateurs de la DT INSU : Nicolas Geyskens et Labasse Berthe. Leur travail précis et rigoureux sur le support mécanique ouvrira la voie à une optimisation inouïe des performances du scanner magnétique.

Je souhaite adresser mes sincères remerciements aux membres de mon jury de thèse : Michel Hehn, Benjamin Ducharne, Mélina Macouin, Guillaume Agnus et Nicolas Vukadinovic ; pour m'avoir offert leur précieuse expertise.

Je souhaite désormais conclure ces remerciements avec une note plus personnelle. Merci à Yannis de m'avoir encouragée et soutenue. Je tiens également à remercier mon défunt papa, Djamel. Merci de m'avoir encouragée et de m'avoir transmis ton ambition, ta détermination, ainsi que ta positivité à toute épreuve. Pour conclure, il est difficile de trouver des mots assez forts pour exprimer la gratitude que je ressens envers ma maman, Nadia. Je te remercie du fond du cœur d'avoir cru en moi et de m'avoir encouragée et soutenue à chaque étape de mon parcours. Merci de m'avoir transmis ton profond attrait pour la connaissance, ta persévérance et ta passion pour l'excellence, qui m'ont poussée à viser toujours plus haut. Ce doctorat ce n'est pas seulement le mien, c'est aussi le tien.

ACRONYMES & ABRÉVIATIONS

AF : AntiFerromagnétique

AFM : Atomic Force Microscopy – microscope à force atomique

AMR : Anisotropic MagnetoResistance – magnetoresistance anisotrope

ASTM : America Society for Testing Materials - société américaine pour les essais des matériaux

CF : Courants de Foucault

CIP/ CPP : Current In Plan / Current Perpendicular to Plan – courant dans le plan / courant perpendiculaire au plan

CMP : Chemical-Mechanical Polishing – polissage mécano-chimique

CMR : Colossal MagnetoResistance – magnéto-résistance colossale

CND : Contrôle Non-Destructif

CMOS : Complementary Metal Oxide Semi-conductor – metal oxide semiconductor complémentaire

CVD : Chemical Vapor Deposition – dépôt chimique en phase vapeur

DOS : Density Of State – densité d'état

DSP : Densité Spectrale de Puissance

END : Essai Non-Destructif

ESD : ElectroStatic Discharge – décharge électrostatique

FA : Fabrication Additive

FM : FerroMagnétique

GBF : Générateur Basse Fréquence

GMR : Giant MagnetoResistance – magnetoresistance géante

IBE : Ion Beam Etching – gravure ionique

L-PBF : Laser – Powder Bed Fusion - fusion laser sur lit de poudre

LTEM : Lorentz Transmission Electron Microscopy – Microscopie électronique à transmission de Lorentz

MC : Matériau Conducteur

MEB : Microscopie Electronique à Balayage – Scanning Electron Microscopy (SEM)

MFM : Magnetic Force Microscopy – microscope à force magnétique

ML : Machine Learning – apprentissage automatique

MOKE : MagnetoOptique Kerr Effect – effet Kerr magnétooptique

MR : Magnéto-Résistance

MRAM : Magnetic Random Access Memory – mémoire magnétique vive

NM : Non Magnétique

NV : Nitrogen Vacancy – lacune d’azote

PCB : Printed circuit board – carte à circuit imprimé

PMA : Perpendicular Magnetic Anisotropy – anisotropie magnétique perpendiculaire

QFN : Quad Flat No-leads package – emballage quadruple plat sans plomb

RKKY : Ruderman-Kittel-Kasuya-Yoshida

RMSE : Root-Mean-Square Error – erreur moyenne quadratique

RTN : Random Telegraphic Noise – bruit télégraphique

SAF : Synthetic AntiFerromagnet – antiferromagnétique synthétique

SEMPA : Scanning Electron Microscopy with Polarization Analysis – microscopie électronique à balayage avec analyse de la polarisation

SIMS : Secondary Ion Mass Spectrometer – spectromètre de masse à ions secondaires

SPLEEM : Spin Polarized Low-energy electron microscopy – microscopie électronique à basse énergie polarisée en spin

SMRM : Scanning MagnetoResistance Microscopy – microscope à sonde local avec magnéto-résistance

SPM : Scanning Probe Microscopy – microscope à sonde locale ou en champ proche

SQUID : Superconducting QUantum Interference Device – dispositif supraconducteur d’interférence quantique

STM : Scanning Tunneling Microscopy – microscope à effet tunnel

TEM : Transmission Electron Microscopy – microscope électronique à transmission

TMR/MTJ : Tunnel MagnetoResistance/Magnetic Tunnel Junction – magnéto-résistance tunnel/ junction tunnel magnétique

UV : UltraViolet

XRR : X-Ray Reflectivity – réflectivité des rayons X

SOMMAIRE

Introduction.....	1
Chapitre 1 : Le magnétisme, des fondements à l'imagerie magnétique.....	5
I. Histoire du magnétisme	7
II. Les matériaux ferromagnétiques.....	10
III. Classification du magnétisme	27
IV. Contributions énergétiques magnétiques dans les couches minces ferromagnétiques	30
V. Mesures de matériaux magnétiques	41
Chapitre 2 : Capteurs magnétiques.....	66
I. Effets magnéto-résistifs.....	69
II. Capteurs à magnéto-résistance géante GMRs.....	80
III. Micro-fabrication d'un capteur magnéto-résistif	89
IV. Caractérisation des capteurs GMRs	97
V. Optimisation des propriétés magnétiques des capteurs GMRs.....	111
Chapitre 3 : Le scanner magnétique à sonde locale 3D.....	130
I. Présentation de l'instrument.....	132

II. Contraintes expérimentales	150
--------------------------------------	-----

Chapitre 4 : Imagerie magnétique 3D..... 165

I. Reconstruction 3D des champs magnétiques de fuite	167
--	-----

II. Développement des échantillons de calibration.....	191
--	-----

III. Résultats de reconstruction	200
--	-----

Chapitre 5 : Contrôle non destructif in-situ de la fabrication additive (FA)..... 211

I. Le contrôle non destructif	212
-------------------------------------	-----

II. La Fabrication Additive (FA)	219
--	-----

III. Suivi in-situ de la fabrication additive par le procédé L-PBF	221
--	-----

Conclusion et perspectives 242

INTRODUCTION

L'électronique de spin (ou spintronique), à la différence de l'électronique, prend en compte non seulement la charge de l'électron mais aussi son spin. Ainsi, elle établit un lien entre l'étude de l'électronique et celle du magnétisme. En 1988, la découverte de la magnétorésistance géante (GMR) par Albert Fert et Peter Grünberg, prix Nobel en 2007, a montré que la conductivité d'un courant à travers une certaine structure varie grandement en fonction du champ appliqué. L'élément archétype est la vanne de spin, constituée de deux couches ferromagnétiques séparées par une couche conductrice non magnétique. De la sorte, nous observons une grande variation de la résistance globale de la multicouche, lorsque les directions d'aimantation des couches ferromagnétiques passent d'une configuration parallèle à antiparallèle. La vanne de spin peut être utilisée pour réaliser des capteurs magnétiques. Dans ce cas, la réponse linéaire entre les deux configurations définit la réponse du capteur. Le passage de l'état parallèle à l'état antiparallèle peut être piloté par l'application d'un champ magnétique. Ainsi, l'une des deux couches doit posséder une direction d'aimantation fixe, nous l'appellerons « couche dure ». Tandis que, l'autre couche peut suivre la direction du champ magnétique appliqué, afin de faire basculer la structure d'un état à un autre, nous l'appellerons « couche libre ».

De nombreuses technologies ont été développées en s'appuyant sur cet effet, ainsi que sur d'autres effets de magnétorésistance, notamment observés au sein de jonctions tunnel magnétiques (TMR), entre autres. Par exemple, dans le secteur de l'industrie du stockage de données numériques, l'utilisation des capteurs magnétiques dans les têtes de lectures de disques durs est très répandue. De plus, la première mémoire magnétique MRAM (Magnetic Random-Access Memory ou Mémoire Magnétique à Accès Aléatoire) a été introduite commercialement en 2019 par l'entreprise Samsung. Il s'agit d'un type de mémoire non-volatile et donc à faible consommation énergétique, qui stocke l'information sous forme d'états magnétiques. Par ailleurs, les capteurs magnéto-résistifs sont également très présents dans l'industrie des transports automobiles pour apporter des informations précises relatives à la détection de la position (utilisée par exemple au niveau des systèmes de freinage ou des moteurs) et ainsi améliorer la sécurité et les performances. D'autres part, ils peuvent être utilisés dans le secteur médical sur certaines techniques d'imagerie, telles que l'IRM, grâce à leur sensibilité à des champs magnétiques très faibles, de l'ordre du nT/\sqrt{Hz} . Enfin, les capteurs magnéto-résistifs, s'ils sont balayés sur des surfaces magnétiques, peuvent réaliser des cartographies magnétiques

des champs de fuite émis par les surfaces et sont d'un intérêt majeur pour l'étude des propriétés magnétiques des matériaux.

Diverses méthodes existent pour cartographier, par balayage, les champs de fuite magnétiques émis à la surface d'un matériau. Par exemple, le microscope à force magnétique (MFM) possède une excellente résolution spatiale, comprise entre 10 et 100 nm. Mais, il offre une sensibilité limitée ($\text{mT}/\sqrt{\text{Hz}}$) et une mesure difficilement quantifiable. En outre, certains scanners ou microscopes à sonde locale utilisent des capteurs magnétiques, comme les dispositifs d'interférence quantique supraconducteurs (SQUIDs), les centres NV (Nitrogen-Vacancy), ou les capteurs Hall. Les SQUIDs permettent d'atteindre des sensibilités de l'ordre de $10 \text{ pT}/\sqrt{\text{Hz}}$ et des résolutions entre 10 et 100 μm . Cependant, ils requièrent l'utilisation d'un cryostat, ce qui entraîne des dispositifs très volumineux et coûteux. La magnétométrie basée sur les centres NV est une technique de recherche active ces dernières années, capable d'atteindre des sensibilités de l'ordre du $\mu\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$ pour avec des résolutions allant de 10 à 100 nm. Elle permet également de mesurer les trois composantes du champ grâce aux axes des centres NV. Toutefois, sa mise en œuvre exige l'utilisation d'un montage optique, ce qui induit des contraintes en termes de volume et de coût. Enfin, les capteurs Hall, malgré leur capacité à fournir des mesures absolues, possèdent une sensibilité limitée.

Dans ce contexte, la caractérisation quantitative à l'échelle locale (de l'ordre de la dizaine de micromètres) des propriétés magnétiques des matériaux, sur des surfaces centimétriques, présente un grand intérêt pour des applications telles que la science des matériaux, la nanométrie, le paléomagnétisme ou le contrôle non destructif (CND). Une technique d'imagerie magnétique a été initiée au laboratoire, par la thèse de F. Hadadeh, visant la mesure simultanée et quantitative des trois composantes des champs magnétiques de fuite émis par un matériau, dans le but de caractériser leurs propriétés magnétiques. Dans la continuité de ce travail et dans le cadre de cette thèse, un scanner magnétique a été conçu, reposant sur le développement d'une sonde 3D locale et utilisant des capteurs GMRs ; choisis en tenant compte de leur très grande sensibilité, de l'ordre du $\text{nT}/\sqrt{\text{Hz}}$ et de leurs dimensions micrométriques, permettant d'atteindre des résolutions de l'ordre quelques dizaines de microns. Ainsi, l'objectif est d'obtenir, à température ambiante, une sensibilité de l'ordre du $\text{nT}/\sqrt{\text{Hz}}$, ainsi qu'une résolution latérale de l'ordre de la dizaine de micromètres, pour des surfaces centimétriques. Dans la perspective de parvenir à de telles performances, chaque composante du scanner a été retravaillée : les capteurs

GMRs, la fabrication des sondes 3D, le dispositif de mesure, l'électronique et la méthode de reconstruction des champs. Une attention particulière a été accordée au calcul de la matrice de sensibilité, caractéristique de la sonde 3D, qui permet une reconstruction 3D précise et fiable des champs. Pour cela, différents programmes de calcul numérique ont été mis au point. Par ailleurs, cet instrument peut avoir diverses applications. Nous nous concentrerons principalement sur l'étude de deux d'entre elles. La première consiste en l'imagerie magnétique en champs statique de matériaux magnétiques. Ainsi, un intérêt particulier est porté à l'étude de roches magnétiques. Tandis que, la seconde s'intéresse au contrôle non destructif de pièces métalliques, en cours de fabrication additive. La sonde 3D est alors intégrée au sein d'un capteur courants de Foucault, constitué d'une bobine émettrice et de la sonde 3D réceptrice. L'étude est donc réalisée en champs alternatifs. Finalement, des mesures sur des échantillons de calibration ont permis de valider cette technique d'imagerie magnétique, pour ensuite l'éprouver sur un certain nombre de matériaux divers et variés issus de plusieurs applications : lames minces de roches magnétiques pour le paléomagnétisme, pièces en acier pour le CND, nano-aimants pour la recherche fondamentale et pièces métalliques issues de la fabrication additive.

Ce manuscrit s'articule en cinq chapitres.

Le premier chapitre a pour objectif de contextualiser théoriquement ce travail de thèse. Il s'ouvre avec une introduction à l'histoire du magnétisme, pour ensuite apporter une description locale des matériaux ferromagnétiques, complétée d'une présentation des principales applications associées. De plus, l'étude des couches minces ferromagnétiques demande une compréhension des contributions énergétiques magnétiques, qui seront également présentées dans ce chapitre. Finalement, le chapitre se conclut sur un état de l'art des différentes techniques de mesures des matériaux, communes aux matériaux en général et spécifiques à l'étude du magnétisme.

Le deuxième chapitre a vocation à présenter les différents effets de magnétorésistance, afin de se concentrer ultimement sur la magnétorésistance géante GMR. L'objectif est de décrire le processus de micro-fabrication et de caractérisation des capteurs GMRs. Au cours de cette thèse, un travail d'optimisation de leurs propriétés a été réalisé pour améliorer leurs performances, notamment le caractère unidirectionnel de leur sensibilité. La méthode d'optimisation mise en œuvre, ainsi que les résultats obtenus, sont rapportés dans ce chapitre.

Le troisième chapitre présente le scanner magnétique 3D à sonde locale du point de vue instrumental. En effet, le scanner est constitué d'une sonde 3D composée de capteurs GMRs et d'un système de mesure permettant de piloter le balayage d'un échantillon à l'aide de la sonde 3D et d'acquérir les données mesurées. Il existe des dispositifs de mesure différents en fonction de l'application visée (matériaux ferromagnétiques, paléomagnétisme ou contrôle non-destructif). En particulier, pour les mesures en champ statique, le dispositif de mesure conçu doit prendre en considération les différentes perturbations auxquelles les capteurs peuvent être soumis, telles que la température et les perturbations environnementales. Le traitement de ces contraintes ainsi que les résultats obtenus sont présentés dans ce chapitre.

Le quatrième chapitre a pour objectif de décrire la méthode d'imagerie magnétique 3D développée. Il s'agit de la méthode de reconstruction 3D des champs magnétiques de fuite, reposant sur le calcul d'une matrice de sensibilité caractéristique de la sonde 3D utilisée pour la mesure. Pour cela, des échantillons de calibrations ont été développés afin d'améliorer et faciliter le calcul précis et exhaustif de la matrice de sensibilité. Cette caractérisation a permis de valider la méthode et de l'éprouver sur des échantillons divers : lames minces de roches magnétiques, pièces en acier pour le CND et nano-aimants pour la recherche fondamentale. Les résultats sont présentés dans ce chapitre.

Le cinquième et dernier chapitre aborde une autre partie de ce projet. En effet, dans le chapitre 4 en particulier, nous nous intéressons à la mesure en champs statiques de matériaux magnétiques. Tandis que dans ce chapitre, nous abordons le contrôle non destructif de pièces métalliques issues de la fabrication additive. Aussi, il est nécessaire de les exciter au moyen d'une bobine excitatrice, générant un champ alternatif, pour ensuite mesurer leur réponse magnétique. Ainsi, un capteur courants de Foucault, composé d'une bobine émettrice et d'une sonde 3D réceptrice, est utilisé pour détecter la présence de défauts de surface sur la pièce pendant la fabrication additive. Une preuve de concept est présentée dans ce chapitre.

Chapitre 1 : Le magnétisme, des fondements à l'imagerie

magnétique

I. Histoire du magnétisme	7
a. Les pierres d'aimants	7
b. La boussole.....	8
c. L'expérience historique d'Ørsted	8
II. Les matériaux ferromagnétiques.....	10
a. Description locale	10
i. Notion d'aimantation	10
ii. L'origine microscopique de l'aimantation des matériaux ferromagnétiques	11
iii. Equations de Maxwell dans les matériaux ferromagnétiques.....	12
iv. Cycle d'hystérésis	14
v. Bilan et analogie avec l'électricité.....	16
vi. Ferromagnétiques doux et durs.....	17
b. Applications	19
i. Les matériaux magnétiques durs : les aimants permanents	19
ii. Les matériaux magnétiques doux	23
iii. Les matériaux magnétiques intermédiaires	26
III. Classification du magnétisme	27
a. Diamagnétisme	27
b. Paramagnétisme	28
c. Antiferromagnétisme	29
d. Ferromagnétisme.....	29
IV. Contributions énergétiques magnétiques dans les couches minces	
ferromagnétiques.....	30
a. Origine du magnétisme	31
i. Interaction d'échange	32
ii. Couplage spin-orbite.....	32
iii. Couplage dipolaire.....	33

b. Anisotropies	33
i. Anisotropie de forme	33
ii. Anisotropie magnéto-cristalline	34
iii. Energie de parois de domaines magnétiques	35
iv. Energie Zeeman	37
v. Contributions de volume et d'interface	37
c. Modèle de Stoner-Wohlfarth.....	38
V. Mesures de matériaux magnétiques	41
a. Mesure d'aimantation globale.....	41
i. Le magnétomètre VSM (Vibrating Sample Magnetometer)	41
ii. Microscopie par effet Kerr magnéto-optique	42
b. Imagerie des propriétés magnétiques	44
i. Microscopie Lorentz.....	44
ii. Scanning Electron Microscopy with Polarization Analysis (SEMPA)	45
iii. Spin Polarized Low-Energy Electron Microscopy (SPLEEM).....	45
c. Imagerie des champs de fuite	46
i. Microscopie à force magnétique (MFM).....	46
ii. Sonde de Hall.....	48
iii. Magnéto-métrie à centre NV	50
iv. Dispositif d'interférence quantique supraconducteur (SQUID).....	52
v. Magneto-resistive Scanning Probe Microscopy (MR-SPM).....	54
d. Bilan.....	55
Annexe 1 : Étude d'une distribution simple de courant : boucle circulaire de rayon R.....	58
Annexe 2 : Propriétés magnétiques des éléments purs	60
Références	62

Chapitre 1 : Le magnétisme, des fondements à l'imagerie magnétique

Ce premier chapitre a vocation à introduire le contexte des travaux réalisés au cours de cette thèse. Des pierres d'aimants à la classification des matériaux magnétiques, le magnétisme dans la matière n'a cessé de susciter l'intérêt des physiciens, qui ont rivalisé d'intuition, d'inventivité et de rigueur pour en développer la connaissance. De la cuillère directive, aux capteurs à magnétorésistance géante (Chapitre 2), en passant par les aimants permanents, les matériaux magnétiques ont permis de réaliser d'importantes avancées technologiques au fil des siècles. Les techniques de mesures magnétiques se sont ainsi multipliées pour permettre de répondre aux besoins de compréhension et d'étude de ces matériaux.

I. Histoire du magnétisme

a. Les pierres d'aimants

Etymologiquement, le terme « aimant » a été choisi en référence à l'attraction qui unit deux personnes qui s'aiment. Le mot « aimant » désigne ainsi toute substance capable d'attirer une autre substance dite magnétique. L'œuvre la plus ancienne mentionnant l'existence des pierres d'aimant remonte à l'antiquité chinoise en 645 avant J.C. Cependant, des objets magnétiques d'origine météoritiques datant du quatrième millénaire avant J.C ont été découverts à l'extrême sud de la Mésopotamie et en Egypte.

Pendant l'antiquité chinoise, les pierres d'aimants étaient appelées « pierres tendres » et désignaient les oxydes fortement magnétiques, disponibles dans la nature, au caractère magnétique permanent. Il s'agissait le plus souvent de minéraux magnétiques à base de fer et surtout de magnétite (Fe_3O_4).

Pour faire le parallèle avec l'appellation moderne : les « pierres tendres » correspondent aux « aimants durs » à l'aimantation permanente, par opposition aux « aimants doux » qui se désaimantent spontanément.

Quant au terme assigné à la discipline qu'est le Magnétisme, il tient son origine de la ville d'Asie mineure « Magnesia ad Sipylum », qui pendant l'antiquité gréco-latine abritait le principal gisement de minerais magnétiques. [1]

b. La boussole

Le caractère directif vers les pôles géographiques de la pierre d'aimant est également connu depuis l'antiquité chinoise (-280 à -233 av J.C.). En effet, avant même que soit inventée la boussole telle que nous la connaissons aujourd'hui, ils utilisaient une pierre d'aimant polie en forme de cuillère appelée « cuillère directive » pour se repérer géographiquement (Figure 1-1). Disposée sur un plateau au sol, la cuillère pointait vers le sud géographique, les pôles magnétiques et géographiques étant supposés coïncider approximativement. Ainsi, si la cuillère pointait vers le sud magnétique, cela voulait dire que la poignée constituait le nord de l'aimant.



Figure 1-1 : Cuillère directive (11^{ème} siècle av J.C. sous la dynastie Han en Chine) [2].

De nos jours, la convention est inversée, le pôle sud des boussoles est attiré par le pôle nord magnétique terrestre.

Les premières véritables boussoles ont été décrites en 1086 en Chine. C'est également à cette période qu'est découvert le décalage entre les pôles magnétiques et géographiques. [1]

c. L'expérience historique d'Ørsted

En 1820, le physicien Danois Hans Ørsted montra que la circulation d'un courant électrique dans un fil conducteur était capable de créer un champ magnétique. Pour cela, il a disposé une aiguille aimantée sur un pivot capable de se mouvoir librement sans frottement (comme dans une boussole) au sein d'un circuit électrique fermé, constitué d'un fil conducteur parcouru par un courant électrique et alimenté par une pile (Figure 1-2 (a)). En l'absence de courant, l'aiguille s'oriente suivant le champ terrestre. En présence d'un courant, la pointe de l'aiguille dévie son orientation dans le sens des aiguilles d'une montre. Hans Ørsted renouvela l'expérience en inversant le sens d'alimentation de la pile pour inverser le sens de circulation du courant. La pointe de l'aiguille dévia alors son orientation dans le sens inverse des aiguilles d'une montre. L'expérience d'Hans Ørsted a ainsi démontré que le courant électrique est source d'un champ magnétique qui se superpose au champ magnétique terrestre.

Quelques semaines plus tard, cette expérience a été reproduite à l'Académie des Sciences de Paris sous le regard du physicien André-Marie Ampère, qui y voit l'opportunité d'aller plus loin dans la compréhension et reproduit l'expérience en disposant cette fois-ci un léger anneau de fil de cuivre suspendu au centre d'une bobine circulaire (Figure 1-2 (b)). En présence d'un courant dans la bobine, l'anneau de cuivre est mis en mouvement. Ampère a ainsi montré qu'une boucle circulaire de courant est capable de créer un champ magnétique identique à celui créé par un dipôle magnétique. Il suggéra alors, que l'origine microscopique des propriétés magnétiques des matériaux résiderait dans l'existence de petite boucles de courant à l'échelle moléculaire.

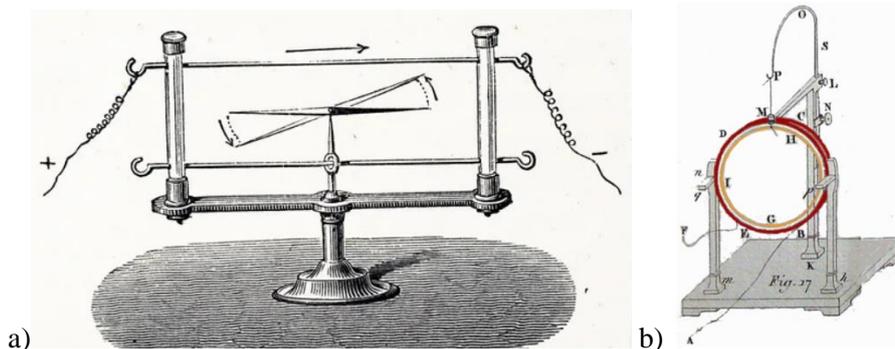


Figure 1-2 : Schémas des expériences historiques d'Ørsted (a) et d'Ampère (b) [3,4].

Ces découvertes révolutionnèrent la physique en établissant un lien entre les interactions électriques et magnétiques. C'est le début de l'électromagnétisme qui sera formalisé ensuite par

les équations de Maxwell en 1864, qui donneront au concept fondamental de champ un cadre mathématique précis [1].

II. Les matériaux ferromagnétiques

Les matériaux utilisés au cours de ces travaux de thèses sont principalement des matériaux ferromagnétiques (décrits en III.d). Leur description locale demande de définir la notion d'aimantation ainsi que celle de courant d'aimantation. Ainsi, il est nécessaire d'adapter les équations de Maxwell à l'étude du magnétisme dans la matière ferromagnétique. De plus, les propriétés des matériaux ferromagnétiques sont données par l'étude de leur cycle d'hystérésis, qui permet de définir en leur sein deux catégories : les ferromagnétiques durs et doux. Finalement, ces matériaux peuvent donner lieu à différentes utilisations en fonction des applications visées.

a. Description locale

i. Notion d'aimantation

À l'échelle microscopique un matériau ferromagnétique est constitué d'atomes assimilables à de petits aimants, porteurs individuellement d'un moment magnétique $\overrightarrow{m}_{\text{atome}}$.

À l'échelle mésoscopique, le moment magnétique local $d\overrightarrow{m}$ d'un point P de matériau ferromagnétique de volume dV s'écrit :

$$d\overrightarrow{m} = \sum_{P \in dV} \overrightarrow{m}_{\text{atome}} \quad (\text{II-1})$$

Le moment magnétique défini au point P est proportionnel au volume dV par l'intermédiaire du vecteur d'aimantation en ce point $\overrightarrow{M}(P)$, tel que :

$$d\overrightarrow{m} = \overrightarrow{M}(P) dV \quad (\text{II-2})$$

Ainsi, l'assemblée de moments magnétiques se traduit par un effet collectif modélisé par le vecteur aimantation : \overrightarrow{M} . L'aimantation locale de cet élément de volume est :

$$\vec{M} = \frac{d\vec{m}}{dV} \text{ (II-3)}$$

Considérons que le volume dV est constitué de N_i atomes de type i se comportant comme des dipôles magnétiques de moment magnétique \vec{m}_i avec n_i la densité volumique d'atomes de type i ($n_i = \frac{N_i}{dV}$). L'aimantation peut également s'écrire sous la forme d'une somme de moments magnétiques atomiques :

$$\vec{M} = \sum_i n_i \vec{m}_i \text{ (II-4)}$$

Ainsi, l'aimantation \vec{M} est nulle lorsque la somme des moments magnétiques individuels de chacun des atomes constitutifs du volume de matière aimantée est nulle. À l'inverse, l'aimantation est non-nulle lorsque cette somme est également non-nulle.

Par ailleurs, utilisons le cas simple d'une boucle de courant (Figure 1-3) pour déterminer l'unité de l'aimantation \vec{M} .

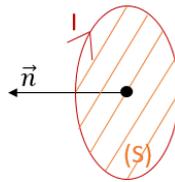


Figure 1-3 : Schéma d'une boucle de courant parcourue d'un courant I et de surface S , de vecteur normal \vec{n} (cf. Annexe 1).

Cette boucle de courant crée un moment magnétique :

$$\vec{m} = I S \vec{n} \text{ (II-5)}$$

Ainsi, \vec{m} est en $A.m^2$. Par conséquent, l'aimantation \vec{M} s'exprime en $A.m^{-1}$. [1]

ii. L'origine microscopique de l'aimantation des matériaux ferromagnétiques

Après l'expérience d'Ørsted en 1820, Ampère s'est rendu compte que les phénomènes observés au niveau des spires de courant étaient similaires à ceux dans les matériaux magnétiques (cf. I.c.). Il a ainsi proposé une approche (l'approche ampérienne), qui décrit la matière aimantée comme constituée de boucles de courants caractérisées par leur moment magnétique \vec{m} . [1]

Ainsi, deux types de courants apparaissent : les courants « libres » circulant dans les conducteurs des systèmes électriques considérés habituellement et les courants « liés » présents dans les matériaux ferromagnétiques.

Aussi, à toute aimantation \vec{M} , est associée une densité volumique de courant liés $\vec{J}_{\text{liés}}$, telle que :

$$\vec{J}_{\text{liés}} = \text{rot}(\vec{M}) \quad (\text{II-6})$$

Au même titre qu'à tout champ électrique \vec{E} , est associée une densité volumique de courant libre définie par la loi d'Ohm locale :

$$\vec{J}_{\text{libre}} = \gamma \vec{E} \quad (\text{II-7})$$

Avec γ la conductivité électrique.

Ainsi :

$$\vec{J} = \vec{J}_{\text{libre}} + \vec{J}_{\text{liés}} \quad (\text{II-8})$$

iii. Equations de Maxwell dans les matériaux ferromagnétiques

Les courants liés introduits précédemment sont difficilement mesurables dans les matériaux. Il convient donc de modifier les équations de Maxwell pour ne faire apparaître que les courants libres, facilement mesurables.

Par exemple, soit \vec{B} l'induction magnétique générée par un circuit parcouru par un courant, l'équation de Maxwell-Ampère s'écrit :

$$\text{rot}(\vec{B}) = \mu_0 \vec{J} + \mu_0 \epsilon_0 \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \quad (\text{II-9})$$

Avec μ_0 la perméabilité du vide, ϵ_0 la permittivité du vide, \vec{J} la densité de courant et \vec{E} le champ électrique.

$$\Leftrightarrow \text{rot}(\vec{B}) = \mu_0 \vec{J} \quad (\text{II-10})$$

Dans l'approximation des régimes quasi stationnaires (ARQS) [1] :

$$\Leftrightarrow \text{rot}(\vec{B}) = \mu_0 (\vec{J}_{\text{libre}} + \vec{J}_{\text{liés}}) \quad (\text{II-11})$$

$$\Leftrightarrow \overrightarrow{\text{rot}}(\vec{B}) = \mu_0(\overrightarrow{J}_{\text{libre}} + \overrightarrow{\text{rot}}(\vec{M})) \quad (\text{II-12})$$

$$\Leftrightarrow \overrightarrow{J}_{\text{libre}} = \overrightarrow{\text{rot}}\left(\frac{\vec{B}}{\mu_0} - \vec{M}\right) \quad (\text{II-13})$$

$$\Leftrightarrow \overrightarrow{J}_{\text{libre}} = \overrightarrow{\text{rot}}(\vec{H}) \quad (\text{II-14})$$

Avec, \vec{H} le vecteur champ d'excitation magnétique, tel que :

$$\vec{H} = \frac{\vec{B}}{\mu_0} - \vec{M} \quad (\text{II-15})$$

Finalement, dans les milieux ferromagnétiques en ARQS, l'équation de Maxwell-Ampère est de la forme :

$$\overrightarrow{\text{rot}}(\vec{H}) = \overrightarrow{J}_{\text{libre}} \quad (\text{II-16})$$

Cette équation signifie que l'excitation magnétique ne dépend que des courants libres, facilement mesurables, donc le calcul de \vec{H} précédera celui de \vec{B} dans les matériaux ferromagnétiques.

Par conséquent, le théorème d'Ampère habituel doit également être reformulé. En effet, partons du théorème d'Ampère habituel dans le cas décrit en Figure 1-4 [1]:

$$\oint_C \vec{B} \cdot d\vec{l} = \mu_0 I_{\text{enlacée}} \quad (\text{II-17})$$

Avec :

$$I_{\text{enlacée}} = I_{\text{libre}} + I_{\text{liés}} \quad (\text{II-18})$$

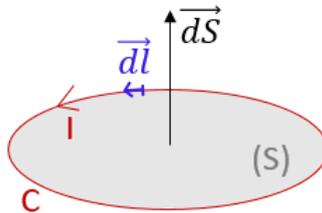


Figure 2-4 : Schéma d'une surface de matériau ferromagnétique (S) orientée par un vecteur normal \vec{dS} et délimitée par un contour C parcouru par un courant électrique I orienté par un vecteur élémentaire $d\vec{l}$ et générant une induction \vec{B} (cf Annexe 1).

Repartons, de l'équation de Maxwell-Ampère démontrée précédemment :

$$\overrightarrow{\text{rot}}(\vec{H}) = \overrightarrow{J_{\text{libre}}} \quad (\text{II-19})$$

Puis, intégrons cette équation sur la surface décrite en figure 1-4.

$$\iint \overrightarrow{\text{rot}}(\vec{H}) \cdot \overrightarrow{dS} = \iint \overrightarrow{J_{\text{libre}}} \cdot \overrightarrow{dS} \quad (\text{II-20})$$

Ce qui donne après utilisation du théorème de Stokes, le théorème d'Ampère utilisé pour les milieux ferromagnétiques :

$$\oint_C \vec{H} \cdot d\vec{l} = I_{\text{libre, enlacé par C}} \quad (\text{II-21})$$

Avec $I_{\text{libre, enlacé par C}}$, le courant qui traversera la surface (S) délimitée par le contour C.

Finalement, pour calculer le vecteur d'induction magnétique \vec{B} il convient de d'abord calculer \vec{H} avec le théorème d'Ampère. Ensuite, pour calculer \vec{B} il faut connaître \vec{M} . La relation entre \vec{H} et \vec{M} est donnée par le cycle d'hystérésis.

iv. Cycle d'hystérésis

L'évolution de l'aimantation du matériau ferromagnétique avec le champ magnétique appliqué est décrit par le cycle d'hystérésis (Figure 1-5).

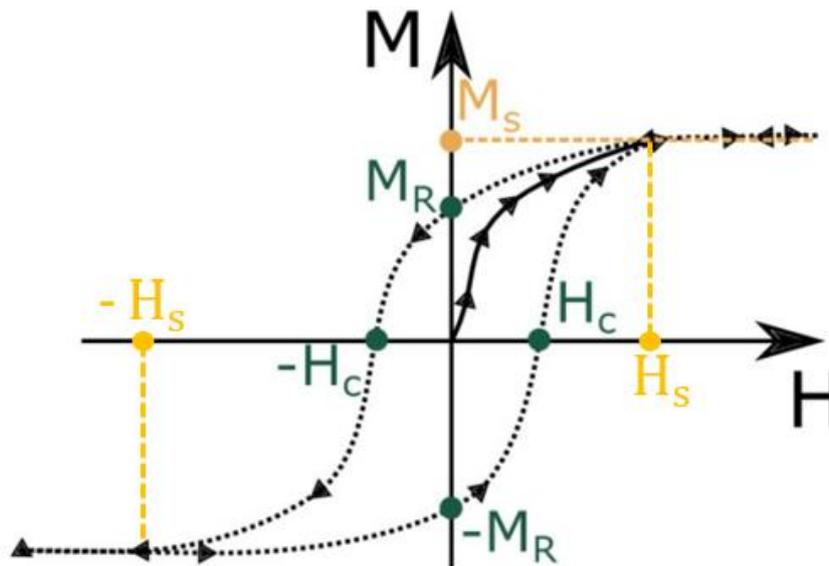


Figure 1-5 : Cycle d'hystérésis typique d'un matériau ferromagnétique d'aimantation initiale nulle [5]. La courbe de première aimantation est en trait plein et le cycle d'hystérésis consécutif à la diminution puis à l'augmentation du champ d'excitation H est en pointillés.

La figure 1-5 montre que dans un matériau ferromagnétique d'aimantation initiale nulle, si le champ extérieur appliqué \vec{H} augmente, alors les moments magnétiques à l'intérieur du matériau vont avoir tendance à s'aligner avec \vec{H} , l'aimantation augmente alors jusqu'à saturation lorsque tous les moments magnétiques sont dans le sens de \vec{H} . Il s'agit de la courbe de première aimantation. Ensuite, si \vec{H} diminue, le chemin retour diffère de la courbe de première aimantation. En effet, l'aimantation va diminuer plus lentement jusqu'à champ nul puis atteindra une aimantation de saturation négative sous l'effet d'un fort champ \vec{H} négatif. À l'inverse, en augmentant \vec{H} à nouveau, l'aimantation augmente jusqu'à atteindre une aimantation de saturation positive sous l'effet d'un fort champ \vec{H} positif.

Finalement, le cycle d'hystérésis permet de définir les valeurs caractéristiques du matériau magnétique soumis à un champ [1] :

- L'aimantation de saturation M_s : le maximum d'aimantation, valeur à partir de laquelle $M = M_s = \text{constante}$, pour $\|H\| > \|H_s\|$.
- L'aimantation rémanente M_r : l'aimantation à champ nul, qui correspond à l'aimantation résiduelle du matériau.
- Le champ coercitif H_c : le champ nécessaire pour renverser l'aimantation du matériau
- Le champ de saturation H_s : le champ nécessaire pour saturer l'aimantation du matériau

Le cycle d'hystérésis donne la relation entre \vec{H} et \vec{M} , cependant qu'en est-il de la relation entre \vec{B} et \vec{H} ?

L'induction magnétique \vec{B} dans la matière tient compte de deux composantes : la première est l'influence du champ magnétique extérieur et la deuxième est la réponse magnétique du matériau, elle s'écrit [1] :

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}) = \vec{B}_0 + \mu_0\vec{M} \quad (\text{II-22})$$

Avec, \vec{B}_0 l'induction magnétique dans le vide générée par \vec{H} et μ_0 la permittivité dans le vide.

Dans un milieu linéaire, homogène et isotrope, nous introduisons le scalaire χ (issu de la théorie de la réponse linéaire) sans dimension que nous nommons susceptibilité pour quantifier le lien linéaire entre \vec{H} et \vec{M} (la relation entre l'excitation et la réponse du matériaux), tel que :

$$\vec{M} = \chi \vec{H} \text{ (II-23)}$$

Ce qui nous permet de réécrire l'expression de l'induction magnétique \vec{B} (en T) en fonction de la susceptibilité χ et du champ magnétique \vec{H} (en A/m) :

$$\vec{B} = \mu_0(1 + \chi)\vec{H} \text{ (II-24)}$$

Finalement, il est ainsi possible de déduire du cycle d'hystérésis de \vec{H} , celui de \vec{B} (Figure 1-6).

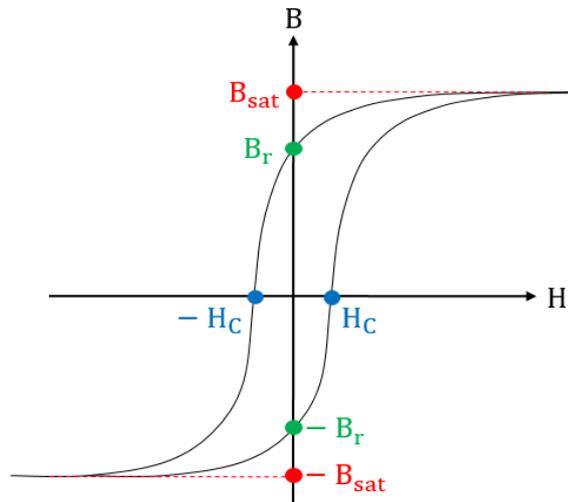


Figure 1-6 : Schéma du cycle d'hystérésis de l'induction magnétique \vec{B} dans un matériau ferromagnétique. Les valeurs caractéristiques obtenues sont les inductions magnétiques à saturation $\pm \vec{B}_{sat}$, les inductions magnétiques rémanentes $\pm \vec{B}_r$ et les champs coercitifs associés $\pm \vec{H}_c$.

v. Bilan et analogie avec l'électricité

Les lois fondamentales pour l'étude des circuits électriques peuvent être mis en regard des lois fondamentales pour l'étude des matériaux ferromagnétiques pour comprendre les différentes utilisations et applications liées à ces matériaux.

Les lois fondamentales pour l'étude des circuits électriques :

- Pour la tension U : la loi des mailles « dans une maille orientée parcourue par un courant I , la somme des tensions fléchées dans un sens de parcours est égale à la somme des tensions fléchées dans l'autre sens de parcours ». Cette loi est issue en statique de l'équation :

$$\vec{E} = - \overrightarrow{\text{grad}}(U) \Rightarrow \oint \vec{E} \cdot d\vec{l} = - \oint dU \text{ (II-25)}$$

- Pour le courant I : la loi des nœuds : « la somme algébrique des intensités des courants qui entrent par un nœud est égale à la somme algébrique des intensités des courants qui en sortent ». Cette loi est issue en ARQS de :

$$\operatorname{div} \vec{j} = 0 \quad (\text{II-26})$$

- Relation entre U et I : dépend du composant utilisé, par exemple pour une résistance R :

$$U = R I \quad (\text{II-27})$$

À mettre respectivement en regards avec les lois fondamentales pour l'étude de matériaux ferromagnétiques :

- Pour le champ d'excitation magnétique H : le théorème d'Ampère :

$$\oint_C \vec{H} \cdot d\vec{l} = I_{\text{libre, enlacé par } C} \quad (\text{II-21})$$

- Pour le champ d'induction magnétique B : la loi de conservation du flux :

Le flux magnétique Φ_B d'un champ d'induction magnétique \vec{B} à travers une surface fermée (S) est conservé (car $\operatorname{div} \vec{B} = 0$) (Figure 1- 7) [1] :

$$\oint \vec{B} \cdot d\vec{S} = 0 \quad (\text{II-28})$$

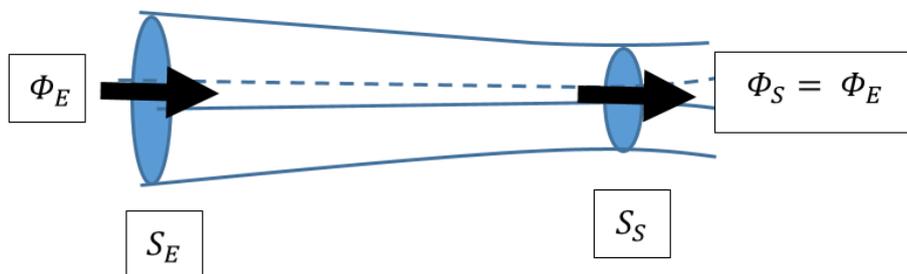


Figure 1- 7 : Schéma de la conservation du flux magnétique à travers une surface fermée. Soit S_E et S_S respectivement les surfaces d'entrées et de sorties. De même, soit Φ_E et Φ_S respectivement les flux magnétiques d'entrée et de sortie d'un volume parcouru par un flux magnétique.

- Relation entre B et H : dépend du matériau considéré et de sa perméabilité magnétique $\mu_r = \mu_0(1 + \chi)$:

$$(\text{II-22}) \Leftrightarrow \vec{B} = \mu_r \vec{H} \quad (\text{II-29})$$

vi. Ferromagnétiques doux et durs

Le cycle d'hystérésis permet, entre autre, de distinguer deux grandes familles : les matériaux magnétiques doux et les matériaux magnétiques durs. Le caractère doux ou dur est notamment observable au niveau des champs coercitifs de ces matériaux (Figure 1-8). En effet, $H_c^{dur} \gg H_c^{doux}$ [1]. Par exemple, l'alliage Al-Ni-Co (avec 12% de Co, 10% d'Al, 21% de Ni, 2% de Cu et 1% de Ti), qui est un matériau dur, possède un H_c de 55 kA/m [6]; alors que l'alliage Fe-Ni (avec 64% de Fe et 36% de Ni), qui est un matériau doux, possède un H_c de 55 A/m [7].

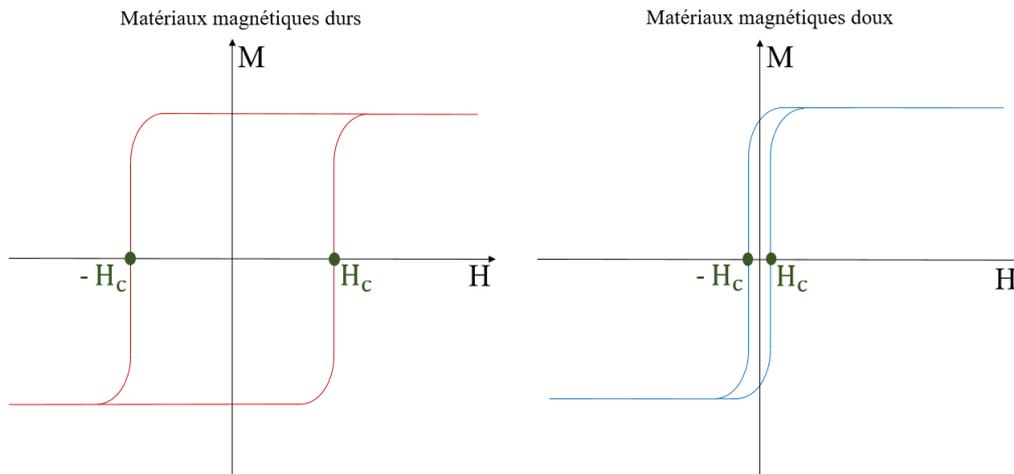


Figure 1-8 : Cycles d'hystérésis typiques des matériaux magnétiques durs (à gauche) et doux (à droite).

Par ailleurs, dans un matériau ferromagnétique l'aimantation peut suivre une ou plusieurs directions privilégiées, appelée(s) direction(s) de facile aimantation. De même, il existe un ou plusieurs axe(s) suivant le(s)quel(s) il est difficile d'aimanter le matériau, dît(s) de difficile aimantation. Ainsi, la direction du champ appliqué aura une répercussion sur l'aimantation du matériau, visible au niveau du cycle d'aimantation. En effet, le caractère rectangulaire du cycle renseigne sur l'orientation du champ appliqué par rapport à l'axe de facile aimantation (Figure 1-9). Par ailleurs la linéarité du cycle d'hystérésis (courbe bleue, Figure 1-9) suggère que le champ est appliqué suivant l'axe difficile.

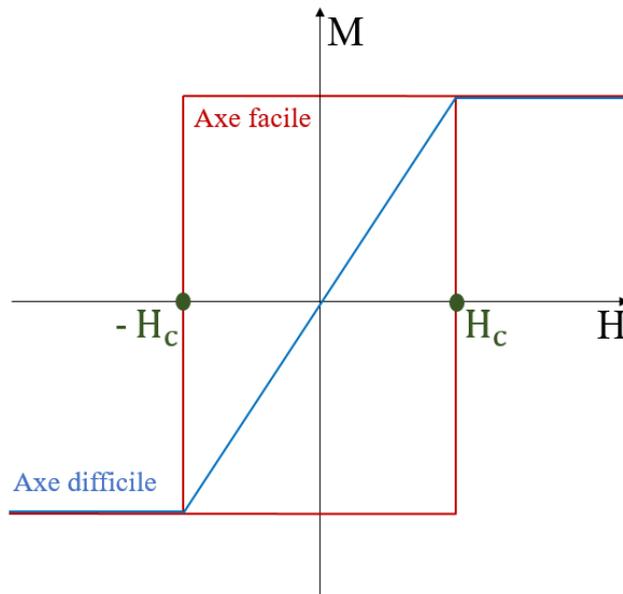


Figure 1-9 : Influence de l'angle entre la direction du champ appliqué H et l'axe de facile aimantation, sur le cycle d'hystérésis de l'aimantation M .

b. Applications

Les matériaux ferromagnétiques sont largement utilisés pour diverses applications en fonction de leurs propriétés magnétiques.

i. Les matériaux magnétiques durs : les aimants permanents

Les matériaux magnétiques durs, introduits précédemment, vont permettre de réaliser des aimants permanents. Ils se caractérisent par leur capacité à conserver un état magnétique grâce à une aimantation rémanente importante et une coercivité élevée. La réalisation d'un aimant permanent est coûteuse en énergie puisqu'il faut être capable d'aligner les moments magnétiques d'un matériau. Cependant, comme il est capable de conserver cet état, par interaction d'échange, alors une fois fabriqué, il peut lui-même devenir un convertisseur d'énergie très performant et créer un fort champ magnétique.

Les aimants permanents constituent une technologie clé de la société moderne. Ils se distinguent par le fort champ magnétique qu'ils peuvent créer et par leur haute résistance à un champ magnétique opposé. Ces deux propriétés sont intrinsèques au matériau magnétique et se

caractérisent par une importante aimantation spontanée et une forte anisotropie magnéto-cristalline (cf. IV.b.ii.). Les propriétés magnétiques intrinsèques du matériau et sa microstructure physico-chimique déterminent les propriétés magnétiques macroscopiques de l'aimant, à savoir la coercivité et la rémanence.

De nos jours, les principaux aimants permanents utilisés (par ordre chronologique d'apparition) sont : les AlNiCo, les ferrites dures et les alliages à base d'éléments terres rares tels que les SmCo et les NdFeB [8]. Ils peuvent donner lieu à diverses applications et être utilisés :

- Pour les systèmes électromécaniques : comme générateurs de forces ou de courants par interaction entre le champ créé par l'aimant et des circuits électriques. Par exemple, dans les moteurs, les dynamos, les éoliennes, etc.
- Pour les systèmes magnéto-mécaniques : comme générateurs de forces par interaction entre le champ créé par l'aimant et un autre aimant ou matériau ferromagnétique. Par exemple, dans les fixations, les actionneurs, les amortisseurs, etc.
- Pour les systèmes utilisant l'aimant comme source de champ magnétique statique. Par exemple, pour la déviation de particules, la focalisation électronique, etc.

En fonction de l'application visée l'aimant permanent peut être intégré dans un circuit magnétique, c'est-à-dire un circuit capable de générer et conduire un champ magnétique. En effet, les matériaux durs utilisés sont souvent onéreux et relativement difficiles à usiner. Ainsi, ils peuvent être utilisés en série avec un matériau doux et un entrefer (Figure 1- 10 (a)) pour adapter les propriétés de l'aimant permanent à l'application visée. L'aimant permanent est constitué d'un matériau dur qui va générer le champ magnétique, d'un matériau doux qui va permettre de canaliser le flux en direction de l'entrefer où le champ magnétique généré sera essentiellement stocké et accessible. L'association en série d'un matériau dur et d'un matériau doux donne un matériau dur, comme l'illustre la superposition des cycles d'hystérésis représentée en figure 1-10 (b).

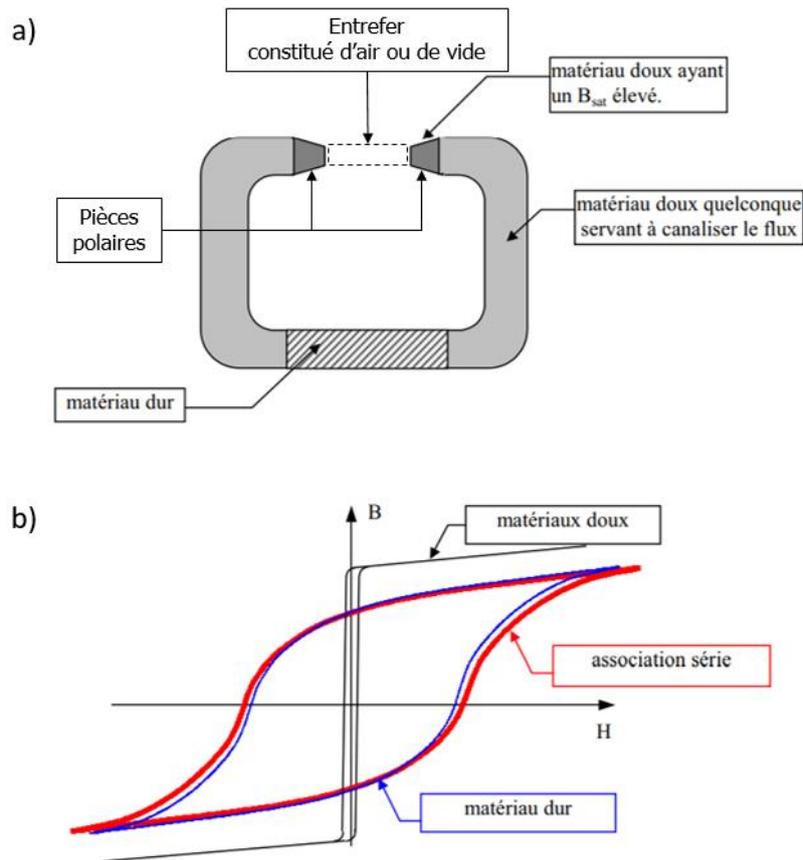


Figure 1-10 : Schéma typique d'un aimant permanent mis en service par l'intermédiaire d'un circuit magnétique constitué d'un matériau dur, d'un matériau doux et d'un entrefer (a) et cycles d'hystérésis de l'induction magnétique dans le matériau dur (bleu), dans le matériau doux (noir) et dans l'association série des deux matériaux (rouge) (b). [9]

Afin d'évaluer les performances d'un aimant permanent nous considérons deux cycles d'hystérésis : celui en aimantation et celui en induction (Figure 1-11).

Ces deux cycles d'hystérésis diffèrent de $\mu_0 H$, à un facteur μ_0 près. Leurs valeurs de rémanences coïncident, avec $\mu_0 M_r = B_r$. Cependant, ce n'est pas le cas de leurs valeurs de coercivités. En effet, si l'aimant est performant, la valeur du champ coercitif de l'induction H_C^B diffère de la valeur du champ coercitif de l'aimantation H_C^M .

Au niveau du cycle d'induction, un paramètre clé apparaît : le produit énergétique maximum noté $(BH)_{\max}$. Si nous considérons un aimant de géométrie connue inséré dans un circuit magnétique, il existe une densité de flux \vec{B} et un champ démagnétisant \vec{H} . Le produit $(\vec{B} \vec{H})$ est proportionnel à l'énergie potentielle du champ d'induction généré dans l'entrefer. Ainsi, il constitue une bonne mesure de la performance de l'aimant dans le circuit. Le calcul du produit énergétique maximum idéal $(BH)_{\max}^{\text{idéal}}$ permet de déduire les valeurs limites de $(BH)_{\max}$

accessibles. Ainsi, il constitue une bonne mesure de la performance de l'aimant dans le circuit. [8, 6]

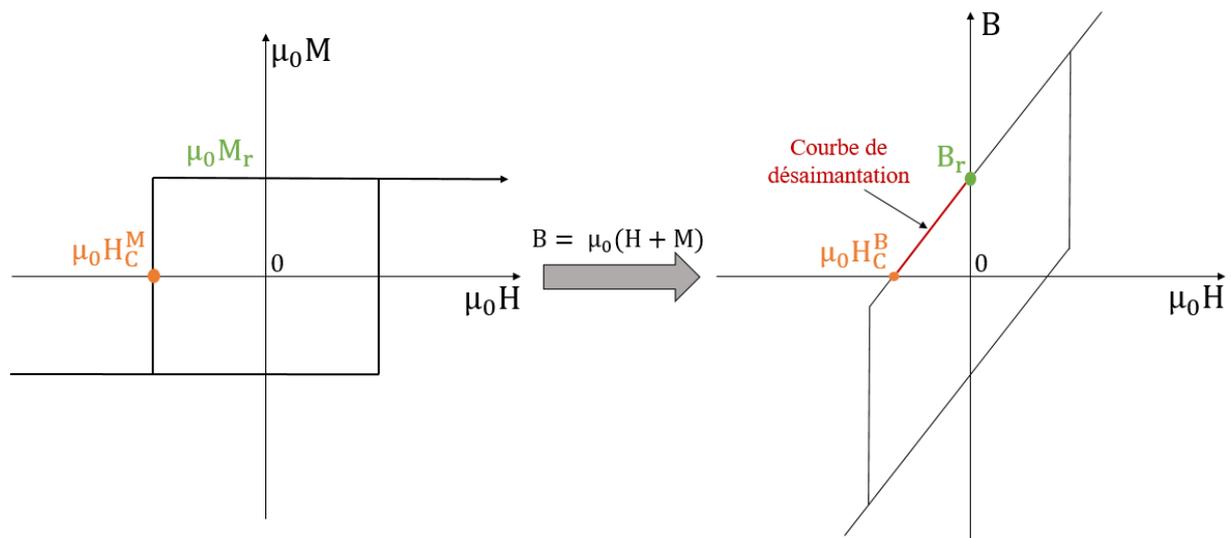


Figure 1-11 : Les deux cycles d'hystérésis d'un aimant permanent idéal. Cycle en aimantation (en gauche) et en induction (à droite).

Ainsi, les caractéristiques nécessaires d'un matériau pour faire un bon aimant permanent sont [6] :

- Une aimantation à saturation M_s élevée, favorisée par l'utilisation d'atomes aux moments magnétiques intrinsèques importants (Fe, Co).
- Une température de Curie T_C (température de transition vers l'ordre ferromagnétique cf. III.d.) nettement supérieure à la température ambiante, afin de conserver le ferromagnétisme du matériau même en cas d'augmentation élevée de la température.
- Une forte coercivité et une forte rémanence.
- Une microstructure résistante à la nucléation et à la croissance de domaines magnétiques, soit, par son hétérogénéité, formée de grains poly-domaines, soit, par sa composition, formée d'un assemblage de particules mono-domaines, sensibles à l'anisotropie de forme ou à l'anisotropie magnéto-cristalline.
- Un bon facteur de rectangularité du cycle d'hystérésis, grâce à un alignement des directions de facile aimantation des grains ou des particules magnétiques qui donnent au matériau une anisotropie magnétique marquée et qui permet de rapprocher $(BH)_{\max}$ de sa valeur limite théorique.
- Des propriétés mécaniques et chimiques appropriées et un coût de fabrication compétitif.

Finalement, les matériaux les plus performants connus aujourd'hui, sont les alliages à base de terre-rare et notamment les NdFeB. Les ferrites dures, moins performants mais très compétitifs en termes de coûts, sont également très utilisés. Les AlNiCo et les SmCo offrent une excellente performance mais possèdent un coût de revient élevée [6], ils sont donc utilisés uniquement dans certains cas particuliers où ils sont irremplaçables.

ii. Les matériaux magnétiques doux

Les matériaux ferromagnétiques doux se caractérisent par une aimantation rémanente et une coercivité faible. Contrairement aux aimants permanents, ils sont capables de changer facilement leur aimantation en réponse à un champ magnétique. Cependant, il en résulte des propriétés de conduction du champ magnétique performantes pour le guidage du champ magnétique, utilisées dans un grand nombre d'applications électromagnétiques.

En fonction de l'application visée, les matériaux ferromagnétiques doux peuvent être mis en service par l'intermédiaire de circuits magnétiques. L'exemple le plus connu est celui du transformateur, qui permet de transformer une ligne basse tension en une ligne haute tension. L'intérêt de cette transformation est que l'augmentation de la tension (U) d'un courant électrique a pour effet de diminuer son intensité (I) et donc les pertes par effet Joule. Ainsi, les lignes de distribution de l'électricité sont des lignes hautes tensions et nécessitent une transformation basse tension pour être utilisables dans les habitations. Le transformateur est un circuit magnétique constitué d'un matériau ferromagnétique doux qui va guider le champ magnétique (sans aucune perte de flux magnétique pour le cas idéal) généré par une bobine constituée de N_1 spires (enroulement primaire) et de tension U_1 vers une deuxième bobine (enroulement secondaire) constituée de N_2 spires et de tension U_2 (Figure 1-12). Dans le cas idéal, il est démontré que le rapport des tensions $\frac{U_2}{U_1}$ est égal au rapport des nombres de spires $\frac{N_2}{N_1}$. Ainsi, pour doubler la tension secondaire U_2 , il suffit de doubler le nombre de spires N_2 de la bobine secondaire par rapport au nombre de spires N_1 de la bobine primaire. Le principe du transformateur peut se décliner de différentes manières, notamment pour la caractérisation de tôles ferromagnétiques. En effet, le procédé le plus répandu dans l'industrie est le cadre d'Epstein [10], qui est un circuit fermé démontable, de forme carrée, constitué d'un noyau magnétique de N bandes rectangulaires (avec N multiple de 4 et au minimum égale à 16), assimilable à un transformateur à vide. Par exemple, il permet de mesurer la perméabilité

magnétique, l'induction magnétique, les pertes spécifiques et la puissance apparente. De même, le cadre à bande unique, pour lequel l'échantillon de mesure est constitué par une seule tôle (bande), de forme carrée ou rectangulaire, avec une fermeture du circuit magnétique aux extrémités de la bande par le biais d'une ou deux culasses mobiles, est un dispositif complexe mais performant, permettant la mesure absolue de toutes les grandeurs magnétiques caractéristiques des matériaux doux [11]. Ces méthodes de caractérisation s'adressent à des pièces de matériaux ferromagnétiques de grandes dimensions destinées à des procédés d'industrialisation de grande ampleur.

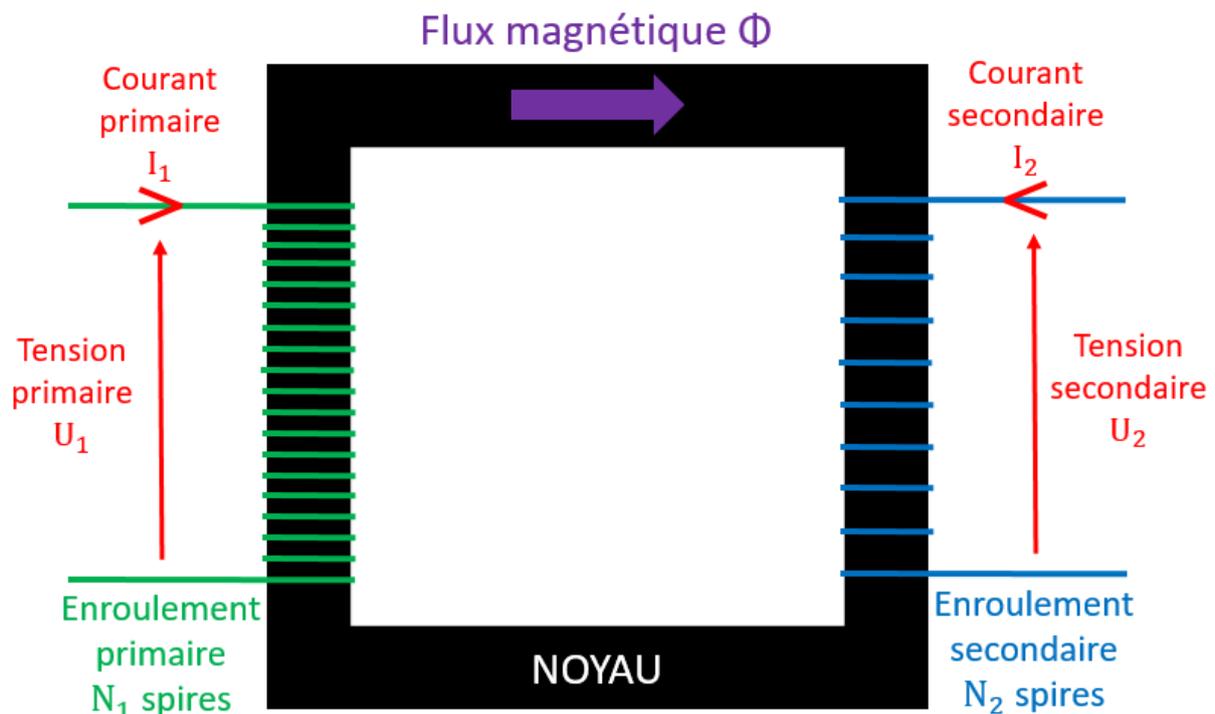


Figure 1-12 : Schéma typique d'un transformateur idéal.

À l'intérieur des matériaux doux se distinguent deux sous-familles en fonction des applications visées [7] :

1. Les matériaux doux pour l'électrotechnique et l'électronique basse fréquence
 - Pour l'électrotechnique et l'électronique de puissance : les alliages Fer-Silicium (aciers) utilisés dans le transport, l'utilisation et la production de l'énergie électrique dans les moteurs, les générateurs, les alternateurs, les transformateurs, les dynamos, etc.
 - Pour les applications de faibles puissances : les alliages métalliques Fer-Nickel et Fer-Cobalt (aciers) ou les isolants comme les ferrites. Ils sont utilisés dans les télécommunications et l'électronique pour les petits transformateurs, les

capteurs, les dispositifs de sécurités, les têtes d'écriture des disques durs. On note également dans cette catégorie, des matériaux plus récents, obtenus par trempe : les alliages amorphes et les nanocristallins.

2. Les matériaux doux pour l'électronique haute fréquence.

- Pour la radiofréquence : les oxydes isolants ou semi-conducteurs et les ferrites.
- Pour l'hyperfréquence : les ferrites spinelles et les grenats.

Finalement, pour être capable de canaliser et de renforcer le flux d'induction en provenance de courants électriques, d'aimants ou d'ondes extérieures, un matériau doux doit répondre à un certain nombre de caractéristiques [8] :

- Une polarisation à saturation, notée $J_s = \mu_0 M_s$, la plus élevée possible sur une large plage de température. La température de Curie T_c doit également être élevée. Dans les matériaux doux le champ démagnétisant est faible, donc la distinction entre polarisation magnétique et induction magnétique n'est pas utile. Il s'agit d'une caractéristique intrinsèque du matériau, déterminée essentiellement par sa composition.
- Une perméabilité importante. Selon les applications, la perméabilité sera amenée à varier ou au contraire à rester constante. La perméabilité magnétique résulte de différents phénomènes. Tel que l'anisotropie, en effet l'anisotropie magnéto-cristalline aura tendance à s'opposer au retournement des moments magnétiques, ce qui n'est pas souhaité. La symétrie de la structure cristalline et sa composition peuvent aussi jouer sur l'anisotropie. L'aire des parois de domaines est également influente, elle résulte d'un compromis entre l'énergie magnétostatique et la tension superficielle des parois. Il s'agit de la maximiser et d'abaisser l'énergie de parois pour favoriser les mécanismes d'aimantation par déplacement des parois de domaines. Ces mécanismes sont également favorisés par des caractéristiques métallurgiques optimisées (contenant peu de défauts et d'impuretés).
- Une faible coercivité et une faible rémanence.
- Une dissipation d'énergie minimisée à l'intérieur du matériau. Si l'on considère des matériaux conducteurs, l'énergie est dissipée sous forme de chaleur par les courants induits. Il faut donc maximiser la résistivité du matériau ρ , minimiser l'épaisseur des domaines magnétiques et minimiser l'épaisseur des feuillets constituant le matériau pour limiter les courants induits.
- Des caractéristiques mécaniques favorables : résistant, façonnable, durable, recyclable, bon marché, etc.

iii. Les matériaux magnétiques intermédiaires

À la croisée des matériaux magnétiques durs et doux, se trouvent des matériaux que nous pouvons qualifier d'intermédiaires. Ils ne se définissent pas par leur caractère dur ou doux mais davantage par leur capacité à répondre aux besoins de l'application pour laquelle ils ont été développés. Ainsi, nous retiendrons les matériaux pour les mémoires magnétiques, les matériaux pour l'électronique de spin, pour le biomédical et pour les sciences de Terre.

Les matériaux pour les mémoires magnétiques s'intéressent aux supports d'enregistrement magnétiques longitudinales, perpendiculaires, magnéto-optiques et utilisent pour cela des particules magnétiques en matrice polymère ($\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3$), des milieux granulaires CrO_3 , ou des couches minces. Ils sont également d'intérêt pour les têtes de lecture inductives, magnéto-optiques et magnéto-résistives, qui utilisent des couches minces magnétiques (CoCrPt , etc.) ; ou encore aux têtes d'écritures par modification locale de l'aimantation.

Les matériaux pour l'électronique de spin sont typiquement des couches minces métalliques, des ferromagnétiques à forte polarisation de spin, des semi-conducteurs magnétiques, des oxydes magnétiques etc. Ils s'intéressent par exemple, au transport de courants de spin ultrarapides et au développement de capteurs ultraperformants.

Les matériaux magnétiques intermédiaires peuvent également être utilisés pour des applications biomédicales. Notamment pour des techniques d'imageries structurelles et fonctionnelles non destructives : IRM, magnéto-encéphalographie, nanomédecine, tri magnétique cellulaire, ingénierie des tissus, etc. Pour cela, des nanoparticules, des bobines, ou encore des capteurs sont le plus souvent utilisés.

Les matériaux des sciences de la Terre sont constitués de roches magnétiques qui contiennent l'information magnétique terrestre renfermée en leur sein au moment de leur formation.

Finalement, il est nécessaire d'étudier les propriétés magnétiques des matériaux. De nombreuses techniques existent en fonction du type de matériau et des propriétés étudiées (Chapitre 1.V.).

III. Classification du magnétisme

À l'échelle macroscopique, les matériaux magnétiques peuvent adopter différents comportements. La matière est constituée d'atomes qui peuvent être magnétiques ou non magnétiques. Un atome à l'état libre est dit magnétique s'il possède un moment magnétique de module constant, le module et la direction du moment magnétique sont susceptibles de varier en fonction de l'environnement de l'atome. Le magnétisme dans les matériaux peut être classé suivant quatre familles principales (en réalité il en existe six avec le ferrimagnétisme et l'antiferrimagnétisme mais ces magnétismes ne seront pas présentés car ils ne sont pas utilisés dans le cadre de cette étude) : le diamagnétisme, le paramagnétisme, l'antiferromagnétisme et le ferromagnétisme. La présentation de ces différentes familles fera l'objet de cette section.

a. Diamagnétisme

Le diamagnétisme est présent dans tous les matériaux. En particulier, il permet de définir les matériaux dont l'aimantation est induite sous l'effet d'un champ magnétique extérieur [1]. Elle est très faible et s'oppose au champ appliqué. Il en résulte une susceptibilité négative très faible et constante ($|\chi| \sim 10^{-5}$) et une perméabilité inférieure à 1 (Figure 1-13). Le diamagnétisme existe dans les matériaux en présence d'autres phénomènes magnétiques (ferromagnétisme, paramagnétisme, etc.). Cependant, ces effets submergent naturellement la contribution diamagnétique. Finalement, le diamagnétisme peut se définir comme le magnétisme intrinsèque à tout matériau magnétique.

Remarque : Les supraconducteurs possèdent un très fort diamagnétisme ($\chi = -1$), ce qui se traduit par une expulsion des lignes de champs du matériau qui est mise en évidence dans l'effet Meissner par exemple.

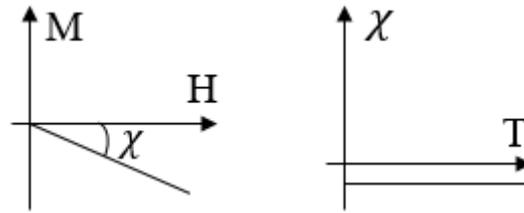


Figure 1- 13 : Courbes caractéristiques du diamagnétisme dans les matériaux. Variation sous champ magnétique (gauche). Variation de la susceptibilité en fonction de la température (gauche) [1].

b. Paramagnétisme

Un atome possède un moment magnétique s'il a des électrons célibataires dans des couches électroniques incomplètes. Le plus souvent, le paramagnétisme dans la matière résulte des moments magnétiques permanents portés par les atomes. Ces moments s'orientent librement, sans presque aucune interaction les uns avec les autres. À champ nul, l'aimantation \vec{M} d'un matériau paramagnétique est nulle (Figure 1-14). Cependant, sous l'application d'un champ magnétique, l'orientation moyenne des moments est modifiée. La substance magnétique acquiert une aimantation globale \vec{M} suivant la direction du champ appliqué. La modification de l'orientation moyenne des moments magnétique est fonction de la température (Figure 1-14). En effet, quand la température augmente, le désordre des moments magnétiques augmente également, ce qui a pour conséquence de diminuer l'aimantation spontanée. Ainsi, la susceptibilité magnétique χ dans un matériau paramagnétique est positive et généralement comprise entre 10^{-5} et 10^{-3} à température ambiante.

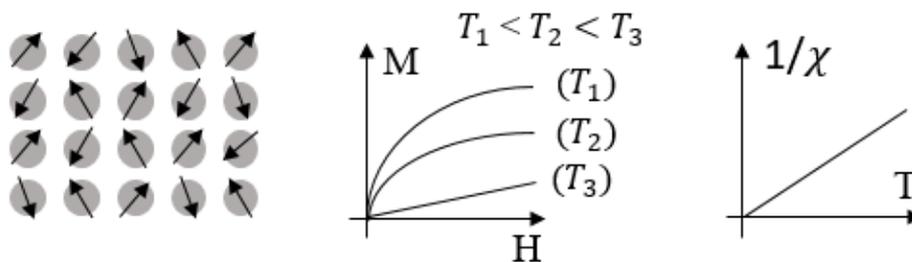


Figure 1- 14: Schémas caractéristiques du paramagnétisme dans les matériaux. Réseau d'atomes, les flèches noires représentent les moments magnétiques (gauche). Variation sous champ magnétique (centre) à trois températures différentes. Variation de la susceptibilité en fonction de la température (droite).

c. Antiferromagnétisme

Un matériau antiferromagnétique est également constitué d'atomes porteurs d'un moment magnétique. Cependant, l'orientation des moments varie en fonction de la température. En effet, on distingue une température minimale dite de Néel T_N , en dessous de laquelle, sans champ appliqué, un arrangement antiparallèle des moments magnétiques apparaît par interaction d'échange négative (Figure 1-15). Les atomes voisins s'organisent en sous-réseaux d'aimantation égale en norme, mais opposée en direction, de sorte à ce que l'aimantation globale du matériau soit nulle. Lorsque la température diminue en-dessous de T_N , l'agitation thermique s'opposant à l'ordre antiferromagnétique décroît, ce qui a pour conséquence de diminuer la susceptibilité (Figure 1-15). Au-dessus de la T_N , l'agitation thermique domine l'ordre antiferromagnétique et l'on retrouve un comportement paramagnétique. Ainsi, la susceptibilité magnétique χ est faible et positive, proche de celle dans un matériau paramagnétique.

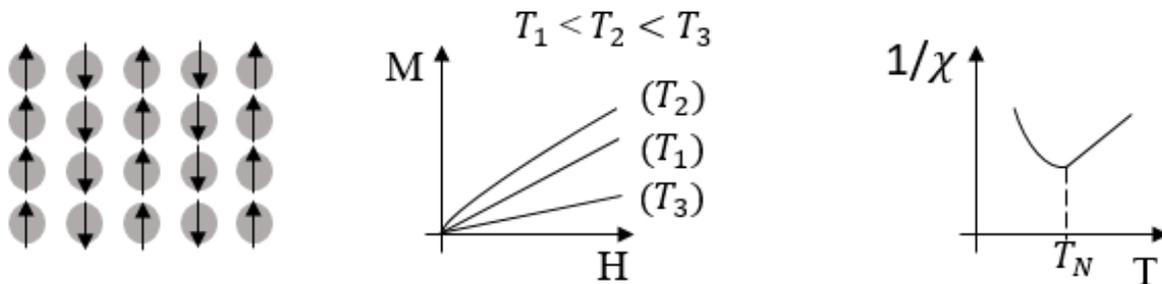


Figure 1- 15 : Schémas caractéristiques de l'antiferromagnétisme dans les matériaux. Réseau d'atomes, les flèches noires représentent les moments magnétiques (gauche). Variation sous champ magnétique (centre) à trois températures différentes. Variation de la susceptibilité en fonction de la température (droite) [1,12].

d. Ferromagnétisme

Comme dans les matériaux antiferromagnétiques et paramagnétiques, les matériaux ferromagnétiques sont constitués d'atomes porteurs d'un moment magnétique et dont l'orientation dépend de l'environnement thermique. En effet, on distingue une température appelée température de Curie T_C , en-dessous de laquelle, l'interaction d'échange positive domine l'agitation thermique, les moments magnétiques des atomes voisins s'orientent dans la

même direction (Figure 1-16). À champ nul, le matériau se comporte comme si un champ moléculaire fictif orientait les moments magnétiques parallèlement à sa direction. Il en résulte une aimantation globale non nulle. La susceptibilité magnétique χ est élevée et positive et peut atteindre 10^5 (Figure 1-16). Cependant, au-dessus de T_C l'agitation thermique submerge l'ordre ferromagnétique et l'on retrouve un comportement paramagnétique avec une susceptibilité faible. Les substances ferromagnétiques sont essentielles dans le développement des capteurs à magnétorésistance géante (cf Chapitre 2).

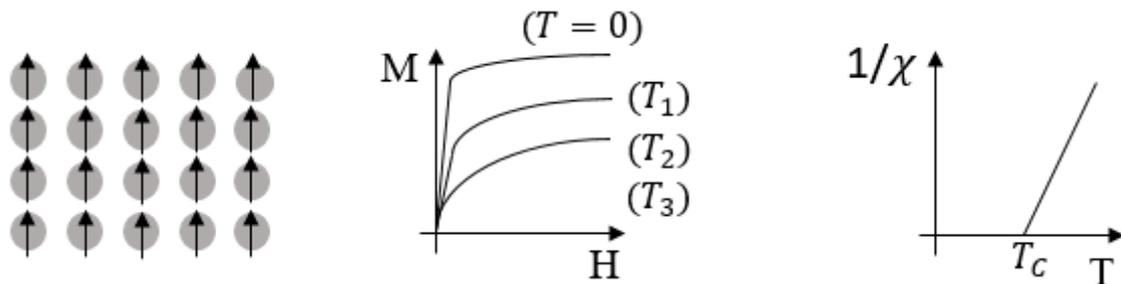


Figure 1- 16 : Schémas caractéristiques du ferromagnétisme dans les matériaux. Réseau d'atomes, les flèches noires représentent les moments magnétiques (gauche). Variation sous champ magnétique (centre) à trois températures différentes. Variation de la susceptibilité en fonction de la température (droite).

IV. Contributions énergétiques magnétiques dans les couches minces ferromagnétiques

Les capteurs développés et utilisés pendant ce projet de recherche sont des capteurs à magnétorésistance géante (cf. Chapitre 2) et correspondent globalement à un empilement de couches minces ferromagnétiques séparées par une couche non magnétique. Le choix des matériaux, de leur positionnement dans l'empilement et de leurs épaisseurs est motivé, en partie, par les contributions énergétiques de chaque couche ferromagnétique. Ainsi, l'objet de cette section sera de présenter les différentes anisotropies présentes à l'intérieur de ce type de matériaux. Cependant, il convient d'abord de présenter les origines du magnétisme à l'échelle d'un réseau d'atomes, les énergies, anisotropies et couplages présents dans les films minces magnétiques.

a. Origine du magnétisme

Comme introduit précédemment (cf. II.a), un atome est dit magnétique s'il porte un moment magnétique, ou plus précisément si ces électrons portent un moment magnétique.

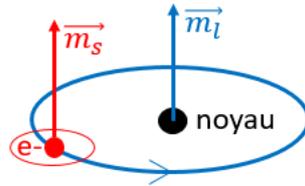


Figure 1-17 : Schéma d'un atome avec l'électron qui tourne autour du noyau et des deux moments : celui lié aux orbitales atomiques \vec{m}_l (en bleu) et celui lié au spin de l'électron \vec{m}_s (en rouge).

Le moment magnétique peut avoir deux origines (Figure 1-17) [1] :

- Les orbitales atomiques : le mouvement d'un électron autour du noyau sur son orbite crée un moment magnétique orbital noté \vec{m}_l , avec μ_B le magnéton de Bohr (moment magnétique d'un seul électron), \vec{I} le moment cinétique orbital et \hbar la constante de Planck réduite ($\frac{h}{2\pi}$) :

$$\vec{m}_l = -\frac{\mu_B}{\hbar} \vec{I} \quad (\text{IV-1})$$

- Le spin de l'électron : un électron tournant sur lui-même, crée un moment magnétique de spin noté \vec{m}_s (démonstré par l'expérience de Stern et Gerlach), avec g le facteur de Landé (terme correctif pour accéder au moment intrinsèque de l'électron) et \vec{s} le moment cinétique de spin :

$$\vec{m}_s = -g \frac{\mu_B}{\hbar} \vec{s} \quad (\text{IV-2})$$

Tel que :

$$\vec{m} = \vec{m}_l + \vec{m}_s \quad (\text{IV-3})$$

Le moment magnétique atomique de chaque atome est déduit grâce à sa configuration électronique stable, elle-même définit en utilisant les règles de Hund.

i. Interaction d'échange

Lorsque deux particules identiques se côtoient au sein d'un matériau, une interaction appelée « interaction d'échange » dépend de la valeur moyenne de la distance qui les sépare [1]. En effet, deux ou plusieurs particules indistinguables voisines vont subir une interaction d'échange au moment où leurs fonctions d'ondes se chevauchent. Cette interaction résulte :

- Du principe d'exclusion de Pauli, selon lequel deux électrons d'un même système ne peuvent pas être simultanément dans le même état quantique. Ce qui implique que deux électrons d'un même système auront systématiquement des spins opposés.
- De l'interaction électrostatique Coulombienne : il s'agit de l'interaction électrostatique entre deux particules (notées 1 et 2) électriques chargées, séparées d'une distance r . Elle s'écrit sous la forme :

$$F_{1 \rightarrow 2} = \frac{q_1 q_2}{4\pi\epsilon_0 r^2} \frac{\vec{r}}{r} \quad (\text{IV-4})$$

Finalement, si les électrons sont assez éloignés pour ne pas être soumis au principe d'exclusion de Pauli, l'interaction d'échange tendra à aligner les spins parallèlement. On parlera d'interaction d'échange positive. En revanche, si les électrons sont proches, l'interaction d'échange favorisera un alignement antiparallèle des spins.

Il s'agit d'une interaction de courte portée entre premiers voisins [1].

ii. Couplage spin-orbite

Au niveau atomique, le couplage spin-orbite décrit l'interaction entre le spin d'un électron et son orbite, c'est-à-dire son mouvement. Comme introduit précédemment, les électrons d'un réseau cristallin d'atomes sont en mouvement sur leur propre orbite et induisent un moment magnétique de spin. Ce moment magnétique de spin va induire un champ magnétique qui va lui-même pouvoir interagir avec les autres moments de spin portés par les autres électrons du réseau d'atomes. Ainsi, le couplage spin-orbite sera d'autant plus fort que les atomes porteront d'électrons. Les moments magnétiques atomiques possèdent des directions cristallographiques d'orientations privilégiées.

Aussi, l'interaction spin-orbite sera dépendante de l'orientation des moments par rapport à la symétrie du cristal ainsi que à l'environnement atomique.

Le couplage spin-orbite est un couplage à faible portée entre premiers et deuxièmes voisins [1].

iii. Couplage dipolaire

Comme expliqué précédemment (en II.a.), on peut considérer que la matière aimantée est constituée de boucles de courants, assimilables à des dipôles magnétiques et porteuses de moments magnétiques. À l'intérieur d'un matériau, ces moments magnétiques vont pouvoir interagir les uns avec les autres, c'est ce que l'on appelle « le couplage dipolaire ». Il s'agit d'une interaction de longue portée contrairement à l'interaction d'échange et au couplage spin-orbite. Soient \vec{m}_1 et \vec{m}_2 deux moment magnétiques, séparés d'une distance r , en interaction dipolaire, l'énergie dipolaire qui s'exerce entre ces moments magnétiques s'écrit :

$$e_{dip} = \frac{\mu_0}{4\pi} \left[\frac{\vec{m}_1 \cdot \vec{m}_2}{r^3} - 3 \frac{(\vec{m}_1 \cdot \vec{r})(\vec{m}_2 \cdot \vec{r})}{r^5} \right] \quad (IV-5)$$

L'interaction dipolaire est beaucoup plus faible que l'interaction d'échange entre proches voisins, mais devient majoritaire à grande distance [1].

b. Anisotropies

i. Anisotropie de forme

L'anisotropie de forme, également appelée anisotropie dipolaire ou anisotropie de champ dépolarisant, résulte du couplage dipolaire. Dans les couches minces, il s'agit d'une contribution énergétique importante [1]. C'est une source naturelle d'anisotropie et comme son nom l'indique elle dépend de la forme du matériau considéré. En effet, elle désigne le fait qu'un matériau aura tendance à aligner la direction de son aimantation avec l'axe majoritaire de sa distribution volumique. Par exemple, dans un film mince assimilable à un plan de faible épaisseur et d'aimantation intrinsèque \vec{M} , la direction de l'aimantation \vec{M} tend à s'aligner dans le plan. Si le film possède une forme de barreau alors l'aimantation s'aligne selon l'axe de la longueur du barreau (Figure 1-18). Ce phénomène résulte du fait que l'aimantation génère des lignes de champs magnétiques (champs de fuite), qui par effet de bords différent au voisinage des extrémités du film mince, à l'origine de charges fictives aux interfaces (Figure 1-18). Ces

charges et champs de fuite sont coûteux en énergie, donc l'aimantation s'aligne suivant la (ou les) direction(s) permettant de minimiser ce coût énergétique.

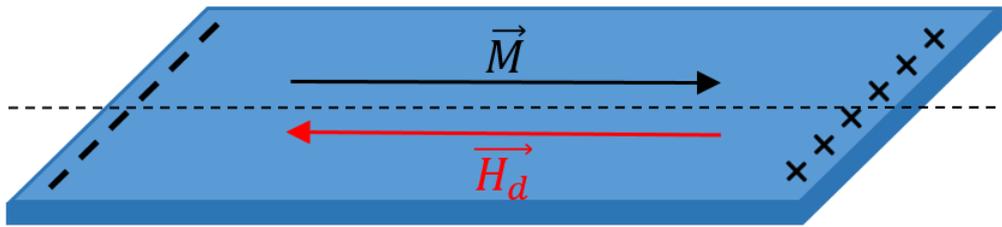


Figure 1-18 : Schéma représentant un barreau dans un film mince de matériau magnétique, d'aimantation \vec{M} orientée du pôle Nord (-) vers le pôle Sud (+) et de champ démagnétisant \vec{H}_d s'opposant à la formation de charges fictives. Le plan du film mince est représenté par la ligne pointillée, les signes - et + désignent respectivement les dipôles magnétiques négatifs et positifs présents aux extrémités du film mince et les flèches décrivent la direction de l'aimantation (en noir) et du champ démagnétisant (en rouge).

La discontinuité de la composante normale de l'aimantation \vec{M} à la surface de la distribution volumique génère un champ démagnétisant \vec{H}_d dans la direction contraire (Figure 1-18) qui s'oppose à la formation de charges fictives en surface et en volume. Ce champ dépend uniquement de la forme de la couche mince et s'écrit [1] :

$$\vec{H}_d = -[N] \cdot \vec{M} \quad (\text{IV-6})$$

Avec, [N] le facteur de forme sans dimension, tel que :

$$[N] = \begin{bmatrix} N_x & 0 & 0 \\ 0 & N_y & 0 \\ 0 & 0 & N_z \end{bmatrix} \quad (\text{IV-7})$$

$$\text{et } N_x + N_y + N_z = 1 \quad (\text{IV-8})$$

Enfin, l'énergie de champ démagnétisant par unité de volume résulte du champ démagnétisant créé et se définit par :

$$E_d = -\frac{\mu_0}{2} \vec{H}_d \cdot \vec{M} \quad (\text{IV-9})$$

ii. Anisotropie magnéto-cristalline

L'origine principale de l'anisotropie magnéto-cristalline est le couplage spin-orbite qui lie le moment magnétique orbital et moment magnétique de spin. En effet, l'interaction des moments

magnétiques avec le champ électrique des ions environnants (ou réseau), par l'intermédiaire de leur moment magnétique orbital, est à l'origine de l'anisotropie magnéto-cristalline. Cette anisotropie agit sur chaque moment magnétique individuellement pour l'orienter suivant une direction privilégiée du réseau, définie par sa symétrie. Ainsi, dans un matériau ferromagnétique, toutes les directions d'aimantation ne sont pas équivalentes.

Dans le cas d'une symétrie cubique, cette énergie s'exprime sous la forme d'un développement de cosinus de la forme (Equation IV-10) [13] :

$$E_{MC} = C + K_1(\alpha_1^2 \cdot \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \cdot \alpha_3^2 + \alpha_2^2 \cdot \alpha_3^2) + K_2(\alpha_1 \cdot \alpha_2 \cdot \alpha_3)^2 + \dots \quad (IV-10)$$

Avec $\alpha_1 = \cos(\theta_1)$, $\alpha_2 = \cos(\theta_2)$, $\alpha_3 = \cos(\theta_3)$, (Figure 1-19) et C une constante.

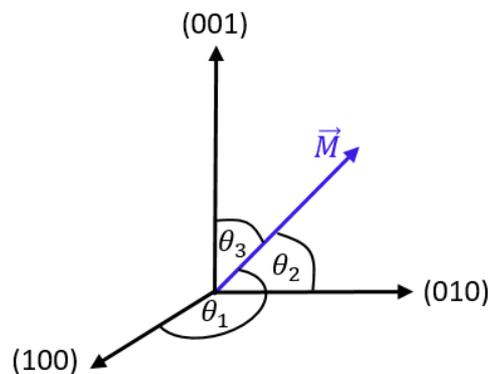


Figure 1-19 : Schéma représentant les angles (θ_1 , θ_2 et θ_3) des cosinus directeurs de l'aimantation \vec{M} , définis à partir des directions cristallographiques typiques.

Par exemple, l'énergie d'anisotropie magnéto-cristalline d'une couche mince à anisotropie uniaxiale (par exemple, dans le cas d'une symétrie hexagonale), par unité de volume, par rapport à un angle θ dans le plan, s'écrit :

$$E_{MC} = C + K_1 \cdot \sin^2(\theta) \quad (IV-11)$$

Remarque :

Dans la pratique, les couches minces étudiées ne sont pas monocristallines mais polycristallines et chaque grain cristallin du polycristal possède une orientation de ses moments magnétiques qui lui est propre.

iii. Energie de parois de domaines magnétiques

En 1906, un chercheur français du nom de Weiss, développe une théorie selon laquelle un matériau ferromagnétique se subdivise spontanément en domaines magnétiques, ainsi appelés domaines de Weiss [1]. En effet, différentes structures magnétiquement uniformes se dessinent au sein du matériau et l'organisent magnétiquement. L'uniformité de l'aimantation à l'échelle du domaine magnétique résulte de l'interaction d'échange qui aligne les moments magnétiques dans une même direction. À l'interface entre deux domaines magnétiques adjacents se trouvent des parois de domaines qui accueillent le retournement de l'aimantation d'une direction facile à une autre. En effet, s'il n'y avait pas de parois de domaines, les moments magnétiques de domaines voisins formeraient un grand angle, ainsi le retournement du moment magnétique d'un domaine à l'autre demanderait un fort coût énergétique. Aussi, une paroi de domaine répartissant la transition angulaire du moment magnétique permet de réduire le coût en énergie d'échange. Cependant, la création de parois de domaines représente un coût énergétique important, notamment en énergie magnéto-cristalline, puisque les directions d'aimantations empruntées au niveau des parois ne sont pas suivant la direction facile d'aucun des deux domaines voisins. Par ailleurs, la subdivision du matériau en domaines magnétiques d'aimantations différentes permet de réduire l'énergie dipolaire et donc les champs de fuite émis par le matériau (ceci est valable dans les structures monocristallines et poly-cristallines).

L'énergie de paroi de domaines doit donc trouver un compromis entre ces différentes énergies pour minimiser le coût énergétique de la formation de domaines magnétiques. Finalement, elle résulte de la somme de trois contributions : l'anisotropie magnéto-cristalline, l'énergie d'échange et l'énergie dipolaire.

Les parois de domaines ainsi formées peuvent être de deux types (Figure 1-20) : parois de type Bloch, le retournement de l'aimantation se fait hors du plan de la paroi; ou parois de type Néel, le retournement de l'aimantation se fait dans le plan [1].

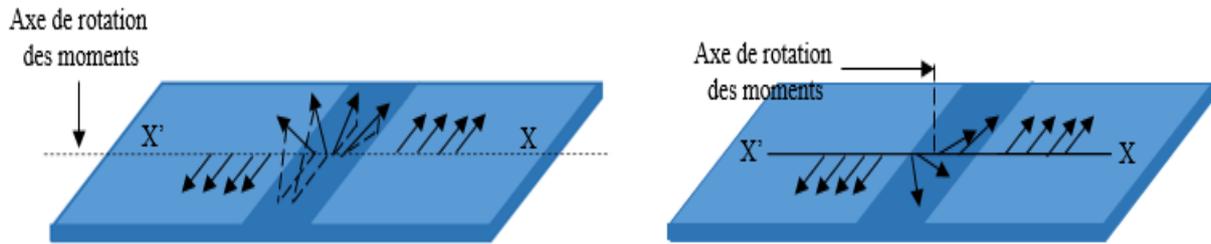


Figure 1-20 : Schéma des différents types de parois de domaines, de type Bloch (à gauche) et Néel (à droite). Avec (X'X) l'axe de rotation des moments. Les flèches noires symbolisent les moments magnétiques. La zone bleue foncée correspond à la paroi de domaines entre les deux domaines de part et d'autre en bleu clair.

iv. Energie Zeeman

L'énergie Zeeman est l'énergie d'interaction entre l'aimantation \vec{M} du matériau et le champ magnétique externe \vec{H} auquel il est soumis. Afin de minimiser cette énergie, le matériau tend à aligner \vec{M} dans la même direction que \vec{H} [1].

L'énergie Zeeman par unité de volume s'écrit sous la forme :

$$E_Z = -\mu_0 \vec{M} \cdot \vec{H} \text{ (IV-12)}$$

v. Contributions de volume et d'interface

Aux interfaces matériau ferromagnétique et métal (ex : Co/Pt) ou matériau ferromagnétique et oxyde (ex : Co/MgO), une anisotropie perpendiculaire hors du plan apparaît. Un modèle permet de décrire ce phénomène.

Considérons K la constante d'anisotropie incluant toutes les contributions définies précédemment. Dans les couches minces, la brisure de symétrie à l'interface entre deux couches de matériaux modifie fortement les contributions par rapport au volume. Ce qui conduit à définir une constante d'anisotropie effective K_{eff} résultant de deux contributions distinctes [14], une première anisotropie de surface avec K_s en J/m^2 donnant lieu à une contribution de surface (ou d'interface) provenant des atomes localisés aux deux interfaces et une deuxième contribution de volume K_v en J/m^3 , telle que :

$$K = K_{\text{eff}} = K_v + \frac{2K_s}{t_s} \text{ (IV-13)}$$

Avec, t_s l'épaisseur de la couche ferromagnétique considérée. Le facteur 2 représente les deux côtés de la couche.

Ainsi, l'énergie d'anisotropie de surface par unité de volume s'écrit :

$$E_s = \frac{2K_s}{t_s} \sin^2(\theta) \quad (\text{IV-14})$$

Avec θ l'angle entre l'aimantation \vec{M} et la normale à la couche \vec{n} .

L'étude de $K \cdot t_s$ en fonction de t_s donne une fonction affine qui permet de calculer K_v (pente négative de la droite (Figure 1-21 (b)) et K_s (ordonné à l'origine de la droite (Figure 1-21 (b))) ainsi que de prédire la direction de l'aimantation en fonction de l'épaisseur de la couche (Figure 1-21). Ainsi, la direction de l'aimantation dépend de l'épaisseur de la couche ferromagnétique t_s . Lorsque l'épaisseur augmente, $K \cdot t_s < 0$ (Figure 1-21 (b) partie basse du graphique) et l'aimantation est dans le plan de la couche ($\theta = \frac{\pi}{2}$), alors que lorsque l'épaisseur diminue, $K \cdot t_s > 0$ (Figure 1-21 (b) partie haute du graphique) et l'aimantation est hors du plan de la couche ($\theta = 0$).

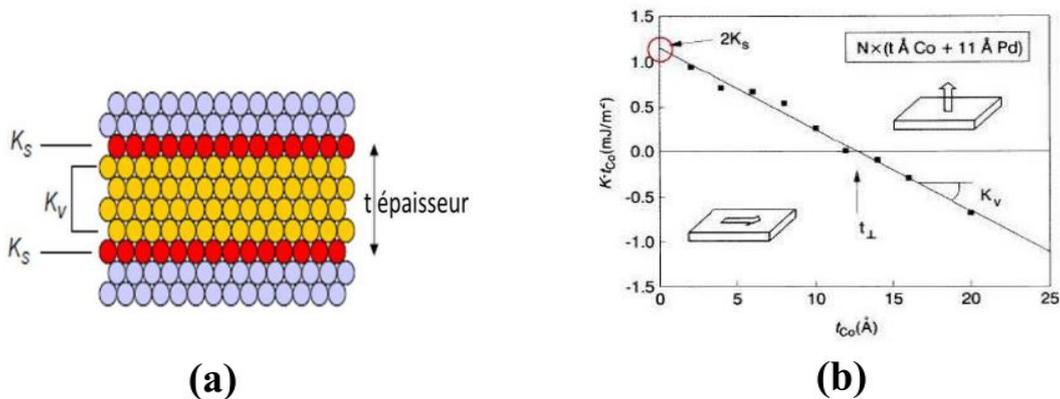


Figure 1-21: Etude de la constante d'anisotropie effective K_{eff} en fonction de l'épaisseur de couche ferromagnétique considérée. (a) La couche mince ferromagnétique est schématisée sous la forme d'un arrangement d'atomes avec un environnement atomique local différent au centre de la couche (contribuant à la constante K_v) et en surface (contribuant à la constante K_s). (b) Variation du produit $K \cdot t_{Co}$ (pour une couche de Co) en fonction de l'épaisseur t_{Co} de la couche ferromagnétique de Co d'une multicouche de $[Co(t_{Co})/Pd(11\text{\AA})]_N$. [15]

c. Modèle de Stoner-Wohlfarth

Le modèle de Stoner-Wohlfarth considère que l'aimantation est uniforme dans les couches minces. Il permet de décrire le renversement uniforme de l'aimantation dans une couche de matériau [8]. Nous prenons ici l'exemple d'un film mince ferromagnétique à symétrie uniaxiale.

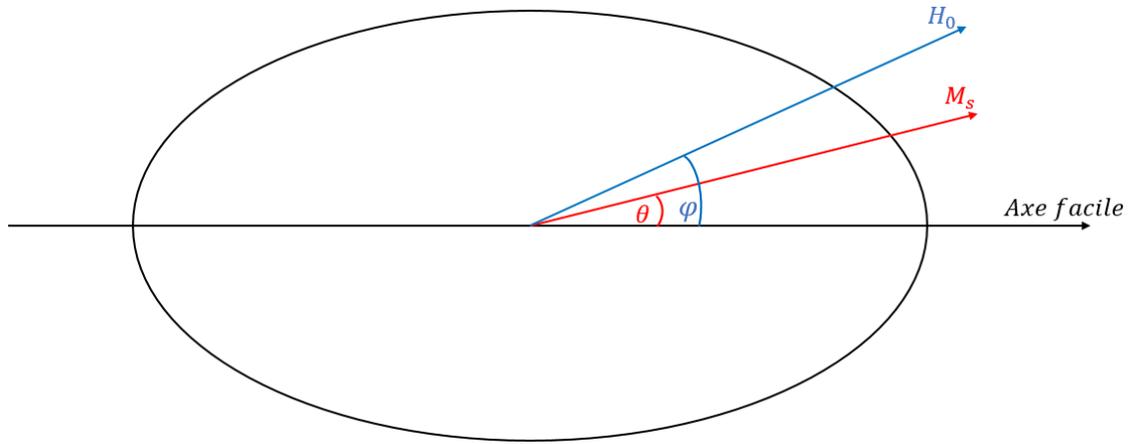


Figure 1-22 : Modèle de Stoner-Wohlfarth. L'ellipse représente la couche mince vue de dessus. Par convention M_s correspond à l'aimantation de la couche mince, H_0 au champ magnétique extérieur appliqué à l'échantillon, θ désigne l'angle entre l'axe facile et M_s et φ représente l'angle entre l'axe facile et le champ extérieur H_0 .

L'énergie volumique totale du système est de la forme :

$$E_{\text{tot}} = E_z + E_a \text{ (IV-15)}$$

Avec E_z l'énergie Zeeman, E_a l'énergie d'anisotropie uni-axiale.

Ce qui donne finalement [16] :

$$E_{\text{tot}} = -\mu_0 \cdot M_s \cdot H_0 \cdot \cos(\varphi - \theta) + K_1 \cdot \sin^2\theta \text{ (IV-16)}$$

La minimisation de cette énergie tient compte de l'histoire magnétique. Elle permet de déterminer une configuration d'équilibre stable, correspondant à un couple d'angles $[\varphi; \theta]$ et ainsi de simuler les cycles d'hystérésis. Ce couple d'angles est donné par les solutions des conditions d'équilibre et de stabilité :

$$\frac{dE}{d\theta} = M_s H_0 \sin(\theta - \varphi) + 2K_1 \sin \theta \cos \theta = 0 \text{ (IV-17), pour l'équilibre}$$

$$\frac{d^2E}{d\theta^2} = M_s H_0 \cos(\theta - \varphi) + 2K_1(\cos^2 \theta - \sin^2 \theta) \geq 0 \text{ (IV-18), pour la stabilité}$$

Ainsi, selon la direction du champ appliqué, parallèlement ou perpendiculairement à l'axe facile, on peut déduire les cycles d'hystérésis résultants de ces deux configurations [1].

Introduisons le champ d'anisotropie H_K , tel que :

$$H_K = \frac{2K}{M_s} \text{ (IV-19)}$$

Pour $\varphi = 0^\circ$, le champ est appliqué parallèlement à l'axe facile et les conditions s'écrivent :

$$H_0 \sin \theta + H_K \sin \theta \cos \theta = 0 \text{ (IV-20)}$$

$$H_0 \cos \theta + H_K(\cos^2 \theta - \sin^2 \theta) \geq 0 \text{ (IV-21)}$$

Ainsi, les deux positions d'équilibre stable sont les angles pour lesquels l'équation (IV-20) est vérifiée et $\sin \theta$ s'annule, soit pour $\theta = 0^\circ$ et $\theta = 180^\circ$. Sinon, $\cos \theta = -\frac{H_0}{H_K}$.

- Pour $\theta = 0^\circ$, on obtient $H_0 \geq -H_K$
- Pour $\theta = 180^\circ$, on obtient $H_0 \leq H_K$

Ce qui se traduit par un cycle d'hystérésis avec un saut brutal pour le renversement de l'aimantation et une coercivité confondue avec le champ d'anisotropie $H_C = H_K$. Par exemple en Figure 1-9, sont représentés les cycles d'hystérésis modèles d'une couche mince à anisotropie uni-axiale. La courbe rouge correspond au cycle d'hystérésis pour un champ appliqué selon l'axe facile.

Pour $\varphi = 90^\circ$, le champ est appliqué perpendiculairement à l'axe facile et les conditions s'écrivent :

$$-H_0 \cos \theta + H_K \sin \theta \cos \theta = 0 \text{ (IV-22)}$$

$$H_0 \sin \theta + H_K(\cos^2 \theta - \sin^2 \theta) \geq 0 \text{ (IV-23)}$$

Ainsi, les deux positions d'équilibre stable sont les angles pour lesquels l'équation (IV-22) est vérifiée et $\cos \theta$ s'annule, soit pour $\theta = 90^\circ$ et $\theta = -90^\circ$. Sinon, $\sin \theta = \frac{H_0}{H_K}$.

- Pour $\theta = 90^\circ$, on obtient $H_0 \geq H_K$
- Pour $\theta = -90^\circ$, on obtient $H_0 \leq -H_K$

Ce qui se traduit par un cycle d'hystérésis avec une aimantation dont le renversement suit, entre les deux états de saturation, une variation linéaire en fonction du champ appliqué. De même, la coercivité est confondue avec le champ d'anisotropie $H_C = H_K$. Le cycle d'hystérésis

correspondant, pour une couche mince à anisotropie uni-axiale, est représenté en bleu sur la figure 1-9.

V. Mesures de matériaux magnétiques

Dans le cadre de l'étude de matériaux magnétiques, nous pouvons distinguer des techniques communes à l'investigation des matériaux en générale, qui vont s'intéresser à des aspects topologiques (STM, AFM) ou cristallographiques (Réflectivité X, MET, MEB), et des techniques propres à l'investigation des propriétés magnétiques des matériaux, dans lesquelles nous pouvons spécifier des mesures globales (Magnétomètre VSM, effet Kerr magnéto-optique) et des mesures locales. Parmi les mesures locales, des techniques d'imagerie magnétique permettent d'analyser les matériaux, en surface ou en volume, avec pour objectif la détermination de leurs propriétés magnétiques. Ainsi, une sonde permet d'interagir directement avec le magnétisme de l'échantillon pour accéder aux propriétés magnétiques (microscopie Lorentz (analyse volumique du matériau), le SEMPA et le SPLEEM (analyse surfacique)). Par ailleurs, d'autres techniques locales s'intéressent aux champs magnétiques de fuites. Dans ce cas, la surface du matériau est balayée avec un capteur magnétique (qui peut être de différente nature : une pointe magnétique pour le microscope à force magnétique (MFM), une sonde de Hall, un SQUID, un centre NV ou un capteur magnéto-résistif). En particulier, cette thèse s'intègre dans le cadre de la mesure des champs magnétiques de fuite émis par les matériaux à l'échelle locale et utilisant des capteurs magnéto-résistifs.

a. Mesure d'aimantation globale

i. Le magnétomètre VSM (Vibrating Sample Magnetometer)

Le magnétomètre VSM (Vibrating Sample Magnetometer) [17] a pour objectif de déterminer les propriétés magnétiques d'échantillons en couches minces ou d'échantillons massifs (poudres, cristaux, etc.), en fonction du champ appliqué et de la température. Cet appareil fonctionne selon une méthode qui consiste à mesurer le flux induit dans une bobine de détection en déplaçant l'échantillon de façon périodique au centre de la bobine de détection. Un

électroaimant placé autour permet d'appliquer un champ magnétique (Figure 1-23 (a)). La tension induite dans les bobines de détection est proportionnelle au moment magnétique de l'échantillon et peut être mesurée en fonction du champ magnétique appliqué. Finalement, cette mesure fournit une mesure globale de l'aimantation du matériau (Figure 1-23 (c)).

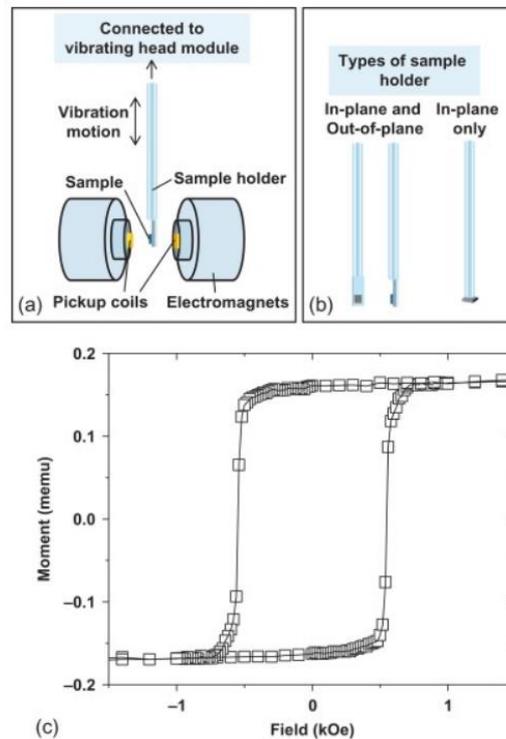


Figure 1-23 : (a, b) Description des éléments constitutifs d'un VSM, ainsi que des différents porte-échantillons utilisés. (c) Exemple de mesure VSM, réalisée pour un film de $[Co(0,5 \text{ nm})/Pd(3 \text{ nm})]_{10}$: la mesure de la variation du moment magnétique (hors plan), en fonction du champ magnétique appliqué, permet de donner une mesure globale de l'aimantation du matériau. [17]

ii. Microscopie par effet Kerr magnéto-optique

L'effet Kerr magnéto-optique (MOKE : Magneto-Optique Kerr Effect) a été découvert par John Kerr à la fin du XIX^{ème} siècle. Son principe est basé sur un changement de l'état de polarisation de la lumière réfléchie par un échantillon ferromagnétique (Figure 1-24). Le signe et l'amplitude du changement de rotation et/ou d'ellipticité dépendent de la direction et de l'amplitude de l'aimantation du matériau respectivement.

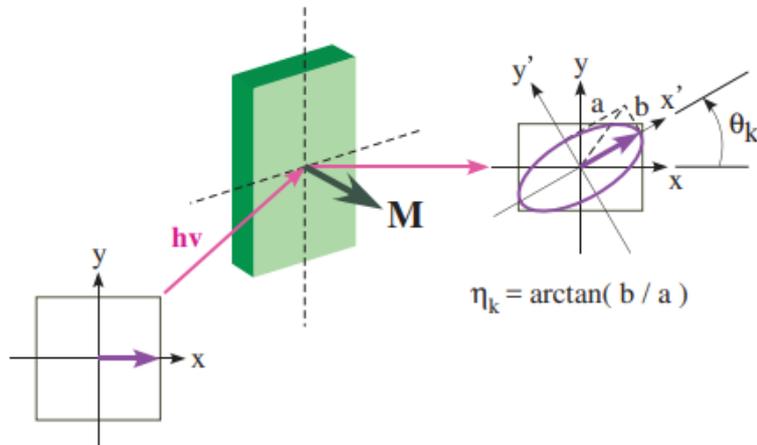


Figure 1-24 : Illustration de l'effet Kerr magnéto-optique (MOKE) polaire (Figure 1-25). Une lumière avec une polarisation linéaire et une énergie de photon de $h\nu$ change de polarisation, après réflexion sur un échantillon ferromagnétique (d'aimantation M), pour adopter une polarisation elliptique; telle que, le plan de polarisation principal possède une inclinaison d'un angle θ_k par rapport à celui de la lumière incidente. L'ellipticité de la lumière réfléchi est quantifiée en utilisant $\eta_k = \arctan(b/a)$. [18]

Il existe trois configurations expérimentales de cet effet qui dépendent de l'orientation de l'aimantation du matériau par rapport au plan de polarisation de l'onde incidente (Figure 1-25), cette différence d'orientation aura un impact sur la polarisation de l'onde réfléchi. Dans la configuration polaire, l'aimantation est perpendiculaire au plan de l'échantillon et dans le plan de l'onde incidente. La configuration longitudinale se traduit par une aimantation contenue dans le plan de l'échantillon et parallèle au plan de l'onde incidente. Enfin, la configuration transverse est caractérisée par une aimantation dans le plan du matériau et perpendiculaire au plan de la lumière incidente. Dans ce cas, l'effet Kerr magnéto-optique se traduit par une variation de l'intensité lumineuse de l'onde réfléchi avec l'aimantation de l'échantillon. Aucune rotation de la polarisation n'est visible.

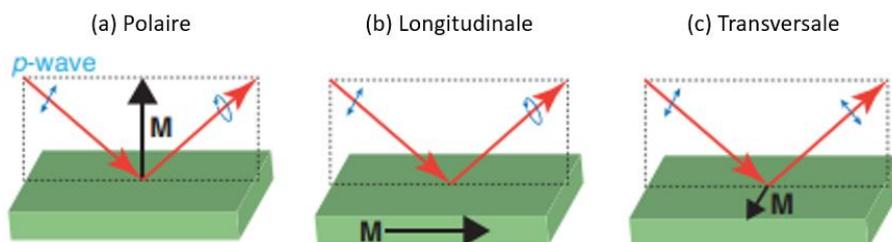


Figure 1-25 : Différentes configurations de l'effet Kerr magnéto-optique [18]. (a) Polaire : l'aimantation M de l'échantillon ferromagnétique est perpendiculaire et hors du plan de l'échantillon. (b) Longitudinale : M est dans le plan de l'échantillon ferromagnétique et dans le plan des rayons incidents et réfléchis. (c) Transversale : l'aimantation M de l'échantillon ferromagnétique est dans le plan de l'échantillon ferromagnétique et perpendiculaire au plan des rayons incidents et réfléchis, le rayon réfléchi conserve une polarisation linéaire.

b. Imagerie des propriétés magnétiques

i. Microscopie Lorentz

Le MET présenté précédemment peut se décliner en différentes variantes selon la méthode de détection utilisée ou le mode d'illumination de l'échantillon (illumination complète : MET classique, illumination point par point : MET à balayage). Par exemple, le microscope électronique à transmission de Lorentz est particulièrement intéressant pour l'étude des propriétés magnétiques des matériaux [19]. Dans ce microscope, le faisceau d'électrons de haute énergie qui traverse un échantillon aimanté est dévié par la force de Lorentz, générée par induction magnétique dans l'échantillon. L'onde électronique qui traverse la couche magnétique subit un déphasage dépendant du potentiel vecteur magnétique \vec{A} de celle-ci, qui lui-même dépend de l'induction magnétique \vec{B} . Les images de microscopie électronique à transmission de Lorentz (LTEM, Lorentz Transmission Electron Microscopy) fournissent des informations directes sur l'aimantation de l'échantillon (Figure 1-26). Elle est beaucoup utilisée dans l'imagerie de domaines magnétiques avec des résolutions inférieures à 50 nm [20]. Il existe deux modes : le mode Fresnel (Figure 1-26) dans lequel les images sont obtenues en sur-focalisant ou en sous-focalisant la lentille de l'objectif et le mode Foucault où les images sont obtenues en en déplaçant l'ouverture de l'objectif.

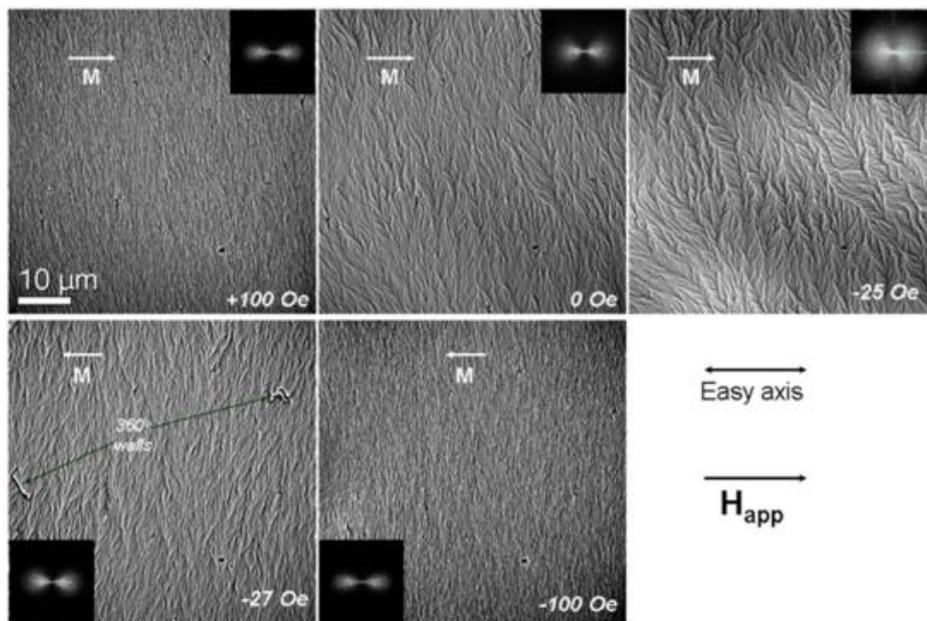


Figure 1-26 : Mesures in-situ par LTEM du renversement de l'aimantation dans l'axe de facile aimantation d'un film mince de $\text{Co}_{80}\text{Ir}_{20}$. Les cartographies montrent la transformée de Fourier des images de LTEM en mode

Fresnel et reflètent le niveau de dispersion de l'ondulation de l'aimantation pour différentes valeurs de champs appliqué (de 100 Oe à -100 Oe) [19].

ii. Scanning Electron Microscopy with Polarization Analysis (SEMPA)

Afin de donner des informations relatives aux propriétés magnétiques, la microscopie MEB introduite précédemment peut se décliner en diverses techniques, telles que la SEMPA (Scanning Electron Microscopy with Polarization Analysis) ou la SPLEEM (Spin Polarized Low-energy electron microscopy).

La microscopie électronique à balayage avec analyse de polarisation (SEMPA) est une technique d'imagerie qui permet de réaliser des cartographies de la microstructure magnétique d'un matériau avec une résolution de la dizaine de nanomètres. Dans cette technique, les électrons secondaires excités dans l'échantillon magnétique sondé conservent leur orientation de polarisation de spin lorsqu'ils quittent la surface de l'échantillon. La polarisation de spin des électrons secondaires émis est directement liée à l'orientation de l'aimantation locale de l'échantillon. Ainsi, en balayant la surface du matériau, on peut réaliser une cartographie de l'aimantation en surface de l'échantillon.

iii. Spin Polarized Low-Energy Electron Microscopy (SPLEEM)

Le SPLEEM (Spin Polarized Low-energy electron microscopy) est une déclinaison du MEB permettant d'accéder aux propriétés magnétiques. En particulier, c'est une technique d'imagerie des microstructures magnétiques. Les électrons du faisceau illuminateur sont des électrons de faible énergie polarisés en spin. Juste avant d'atteindre la surface de l'échantillon, le faisceau d'électrons est décéléré dans une lentille cathodique et illumine la surface en incidence normale. Les électrons rétrodiffusés de manière élastique sont collectés dans une colonne d'imagerie et focalisés sur un écran phosphoreux, où une image agrandie de la surface est obtenue. Les faisceaux d'électrons entrants et réfléchis sont séparés dans un séparateur de faisceau magnétique en utilisant la force de Lorentz. Les résolutions de ce type de mesures sont très performantes, avec une échelle atomique en profondeur et une dizaine de nanomètres en latéral (Figure 1-27).

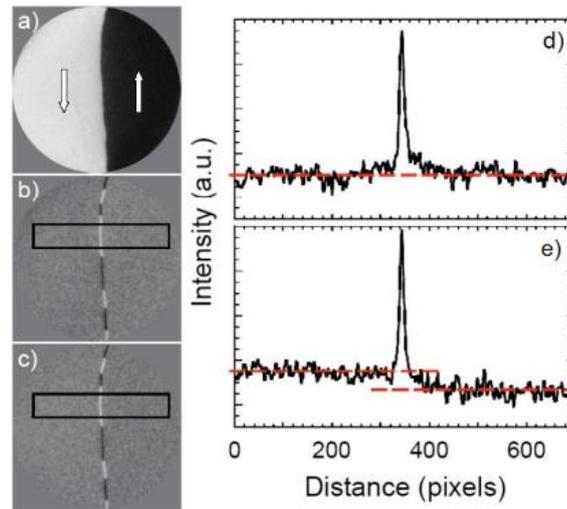


Figure 1-27 : Images SPLEEM d'une couche mince de Fe/W(110) de 3 nm d'épaisseur. Observation des domaines et des parois de domaines. (a) La polarisation en spin du faisceau d'électrons incident est alignée dans la direction de l'aimantation (flèches blanches) dans la couche mince. (b-c) La polarisation en spin incidente est tournée de 90° et 89° respectivement pour calculer la sensibilité à la direction locale d'aimantation. (d-e) Profils d'intensité à travers la paroi de domaine de 180° , moyennés dans les cadres noirs sur respectivement (b) et (c). Le profil d'intensité rapporté en (e) met clairement en évidence une différence d'orientation de la polarisation ce qui suggère sensibilité à la direction locale de l'aimantation au moins égale à 1° [21].

c. Imagerie des champs de fuite

i. Microscopie à force magnétique (MFM)

En 1986, une technique de mesure de la topographie d'un matériau, appelée microscopie à force atomique (AFM), voit le jour. Elle repose sur la détection des forces interatomiques entre les atomes d'une pointe et ceux de l'échantillon. En effet, une pointe est amenée suffisamment proche de l'échantillon pour détecter la force de répulsion entre les atomes, responsable d'une déflexion du bras de levier flexible porteur de la pointe.

En 1987, l'adaptation de cette méthode pour l'imagerie magnétique est démontrée, notamment en remplaçant la pointe habituellement utilisée, par une pointe aimantée, nous parlerons alors de microscopie à force magnétique (MFM). Cette technique est particulièrement performante pour l'imagerie magnétique en terme de résolution, avec une haute résolution latérale pouvant atteindre la dizaine de nanomètres. La pointe est équipée d'une sonde ferromagnétique et on mesure l'interaction magnétostatique locale entre la sonde et un échantillon magnétique. La déflexion du bras de levier (mesurée optiquement le plus souvent) est fonction de la topographie et des gradients de champs de fuite. Le balayage de l'échantillon peut se faire en

deux temps, un premier balayage en mode tapping (pour tapotement, ce qui revient à un contact intermittent avec l'échantillon) AFM pour déterminer la topographie de l'échantillon (en exploitant les interactions de van der Waals entre la sonde et l'échantillon), puis un deuxième balayage en mode lift (plus éloigné, sans contact (la sonde ne subit alors que des interactions magnétiques et électrostatiques à longue portée)) pour détecter le gradient magnétique de l'échantillon. Cette technique permet de supprimer la composante topographique pour isoler l'information magnétique. La mesure magnétique obtenue est qualitative (Figure 1-28) [22]. En effet, il s'agit d'une technique difficilement quantitative et limitée en terme de sensibilité au mT/\sqrt{Hz} . En effet, malgré ses très bonnes performances en terme de résolution, cette technique possède un certain nombre d'inconvénients, tels que [22] :

- Le couplage entre les signaux issus de différentes contributions : électroniques, mécaniques (frottements) et magnétiques, qui est susceptible d'avoir une influence sur la sonde et de modifier son oscillation.
- La sensibilité aux bruits externes (exemple : bruits acoustiques, vibrations mécaniques).
- La sensibilité aux impuretés magnétiques de l'échantillon, pouvant être responsable de faux positifs.
- La sonde peut elle-même générer des champs de fuites qui peuvent avoir un impact plus ou moins important sur les propriétés magnétiques de l'échantillon et ainsi fragiliser la fiabilité de la mesure.
- L'équilibre entre résolution et sensibilité est complexe et fonction du volume d'éléments magnétiques actifs dans l'échantillon (ce volume est proportionnel à la sensibilité et inversement proportionnel à la résolution).
- L'effet de la distance z : les valeurs d'étalonnage mesurées varient en fonction de la distance pointe-échantillon.

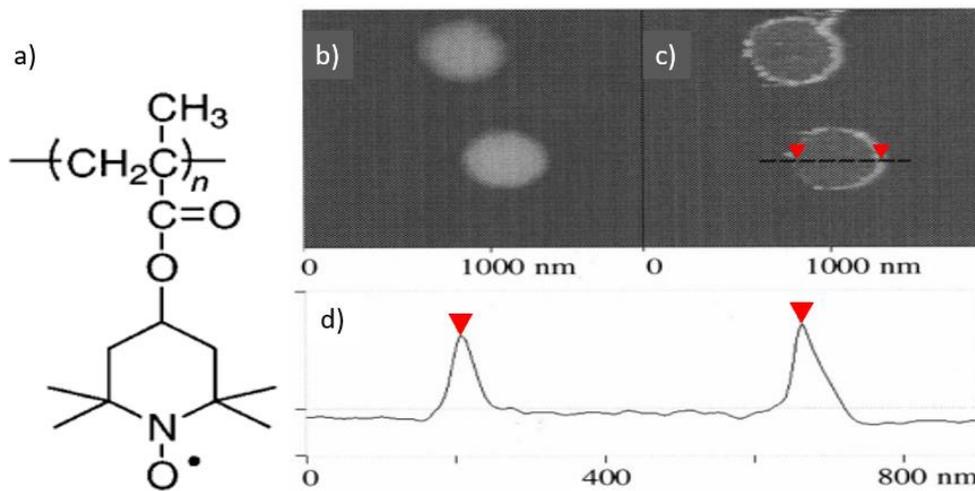


Figure 1-28 : Mesure AFM et MFM d'une particule poly-radical à faible concentration de spin (0.17 mmol/g)
 (a). Mesure AFM (b) et MFM (c). Vue en coupe transversale de l'image de MFM (c), un gradient magnétique fort est détecté sur le pourtour de la particule et très faible à l'intérieur [23].

Par ailleurs, il existe d'autres techniques reposant sur le développement de systèmes mixtes intégrant un élément magnéto-sensible sur la pointe. Celles-ci permettent d'atteindre des résolutions nanométriques combinées à des sensibilités inférieures au $\text{mT}/\sqrt{\text{Hz}}$ et ouvrent ainsi de nouvelles perspectives de mesures magnétiques à sonde locale, qui seront présentées dans la suite de cette partie.

ii. Sonde de Hall

La microscopie à sonde de Hall à balayage permet une mesure des champs de fuite magnétiques émis par un matériau avec une sensibilité théorique de l'ordre de $2 \mu\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$ et une résolution spatiale micrométrique à sub-micrométrique. Elle repose sur l'effet Hall, découvert en 1879 par le physicien Edwin Robert Hall [24], selon lequel un matériau traversé par un courant électrique I et soumis à un champ magnétique extérieur H orthogonal au plan du matériau, génère un champ électrique E dans le plan du matériau, orthogonal à I et à H (Figure 1-29). Le champ électrique généré induit une différence de potentiel $V_{\text{Hall}} = \frac{IH}{ntq}$ (avec n la densité de porteurs de charges, t l'épaisseur du matériau et q la charge électrique). Ainsi, ce capteur permet d'accéder à la composante transverse perpendiculaire au plan de l'échantillon. Afin de permettre un balayage du capteur sur la surface de l'échantillon à mesurer, ces capteurs sont intégrés dans des microscopes à sonde local (SPM Scanning probe microscope). Le matériau conducteur

choisi est souvent une couche mince de semi-conducteur (de GaAs, InAs ou InSb) [25] ou de graphène [26].

L'avantage de ces capteurs est qu'ils offrent une mesure avec une grande linéarité et très localisée, cependant ils sont limités par leur sensibilité. En effet, la sensibilité des instruments SHPM (Scanning Hall Probe Microscope) peut être compromise en raison du bruit du préamplificateur à des températures inférieures à 77K [27]. Dans ces conditions, le choix du semi-conducteur peut avoir une influence considérable sur la sensibilité. Par exemple, des sensibilités de $1 \text{ mT}/\sqrt{\text{Hz}}$ ont été obtenues avec du GaAs/AlGaAs à température ambiante [28]. Alors qu'une sensibilité de $0.5 \text{ } \mu\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$ a été atteinte à température ambiante avec du graphène CVD (chemical vapour deposition) [29].

De plus, la résolution spatiale de ces capteurs est également limitée. En cause, la nécessité de surmonter les effets d'appauvrissement des porteurs dans les dispositifs semi-conducteurs submicroniques qui créent un courant d'entraînement. Pour résoudre ce problème, l'utilisation du bismuth (Bi), qui est un semi-métal dont la concentration en porteurs est inférieure de cinq ordres de grandeur à celle des métaux et dont les effets d'appauvrissement des charges de surface sont négligeables, a été démontrée pour la fabrication de sondes de Hall de $50 \text{ nm} \times 50 \text{ nm}$ (Figure 1-29 (b)) [30]. Ces travaux, réalisés à température ambiante, témoignent d'une sensibilité de $80 \text{ } \mu\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$ et d'une résolution de l'ordre de la 10 aine de microns.

Par ailleurs, un SHPM incorporant un cryostat a été réalisé en plaçant trois sondes de Hall micro-usinées sur les faces inclinées d'une pyramide de GaAs, pour permettre une mesure du vecteur champ magnétique complet [31]. Il offre une résolution spatiale de $2,5 \text{ } \mu\text{m}$ et une sensibilité aux champs de $1 \text{ } \mu\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$ pour des températures comprises entre 10 et 300 K.

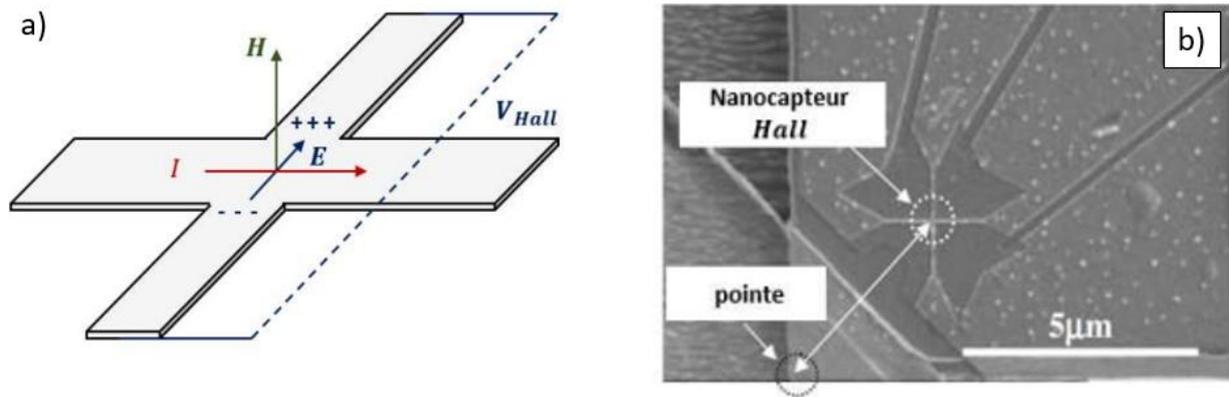


Figure 1-29 : Principe de l'effet Hall (a) [16]. Images SEM d'une sonde Bi nano-Hall typique de 50 nm, emplacements de la sonde nano-Hall et de la pointe STM (b) (la pointe STM est utilisée pour positionner la sonde nano-Hall) [30].

iii. Magnétométrie à centre NV

La magnétométrie NV est introduite par Chernobrod et Berman [32] et repose sur le développement de l'utilisation de spins uniques comme capteurs quantiques à l'échelle nanométrique pour la magnétométrie à balayage. Le champ magnétique local est mesuré par analyse du déplacement Zeeman des sous-niveaux de spin électronique par détection optique de la résonance magnétique. Cette nouvelle approche promet une excellente sensibilité et une très haute résolution spatiale. Après être restée de nombreuses années sans concrétisation expérimentale, cette technique s'est finalement précisée avec la découverte des propriétés physiques du centre de lacune d'azote (NV) dans la maille cristalline du diamant. Les premiers résultats expérimentaux ont été obtenus en 2008 [33, 34]. Ainsi, le centre NV est un type de défaut ponctuel dans le réseau du diamant (Figure 1-30 (a)), dont la structure des niveaux d'énergie est illustrée à la (Figure 1-30 (b)). La plupart des récentes expériences sur les centres NV travaillent sur la manipulation de la détection des spins électroniques à l'état fondamental. Dans un premier temps, les spins électroniques sont initialisés à $m_s = 0$ par pompage optique non-résonant. Dans un second temps, les spins sont contrôlés par des excitations micro-ondes résonantes et les états de spin enregistrent l'information magnétique de l'environnement. Enfin, la population d'électrons dans les différents états de spin est extraite en analysant les différences de fluorescence. En effet, l'efficacité de la photoluminescence des électrons dans l'état $m_s = \pm 1$ est de 30% inférieure à celle des électrons à l'état $m_s = 0$. Lorsqu'un champ magnétique externe est appliqué le long de l'axe NV, on observe une levée de dégénérescence Zeeman $2\hbar\gamma B$ entre les états $m_s = \pm 1$, responsable de la capacité des centres NV à détecter un champ

magnétique. Tel que, $\gamma = 2,8 \text{ MHz/G}$ est le rapport gyromagnétique et h est la constante de Planck. Il est à noter que deux formes du défaut NV existent : la forme neutre NV_0 et la forme chargée négativement NV^- . Seul la forme chargée négativement est intéressante en magnéto-métrie car elle fournit un triplet de spin.

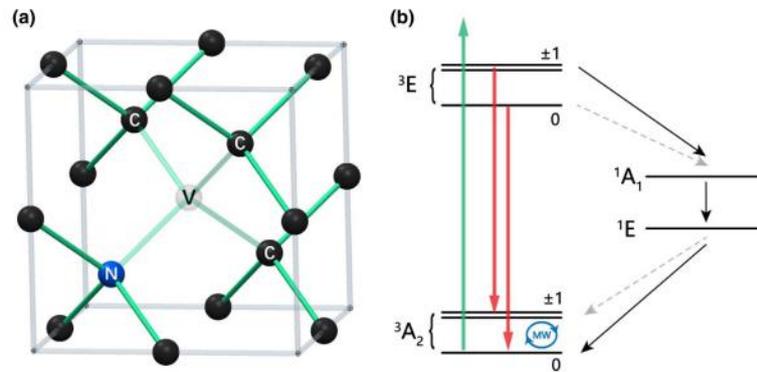


Figure 1-30 : Propriétés d'un centre NV. (a) Illustration de la lacune d'azote au sein de la maille du diamant. (b) Niveaux d'énergie de NV^- . Le centre NV^- est excité par une excitation laser de 532 nm de manière non-résonante (flèche verte), et des photons fluorescents de ~ 600 à ~ 800 nm sont recueillis (flèche rouge). Les croisements inter-systèmes forts entre les états de spin-triplet et les états de spin-singlet (${}^3E \rightarrow {}^1A_1$, ${}^1E \rightarrow {}^3A_2$) sont indiqués par des flèches noires pleines. Les croisements inter-systèmes faibles entre les états de triplet de spin et les états de singlet de spin (${}^3E \rightarrow {}^1A_1$, ${}^1E \rightarrow {}^3A_2$) sont indiqués par des flèches grises en pointillés. Les états de spin dans l'état fondamental (3A_2) peuvent être manipulés par excitation micro-onde [35].

Les magnéto-mètres NV à balayage intègrent un défaut NV unique à la pointe d'un AFM (Figure 1-31). Le microscope AFM est également complété d'un microscope confocal et d'une antenne à micro-onde pour pouvoir enregistrer la photoluminescence dépendante du spin du défaut. À l'approche d'une cible, la sonde NV détecte le champ magnétique de fuite émis par l'échantillon, ce qui se manifeste par un déplacement de la résonance du spin de la sonde. Cette technique apporte une mesure quantitative du champ magnétique le long de l'axe du défaut hautement résolue (~ 10 à 100 nm) et avec une très bonne sensibilité typiquement de l'ordre de $1 \mu\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$.

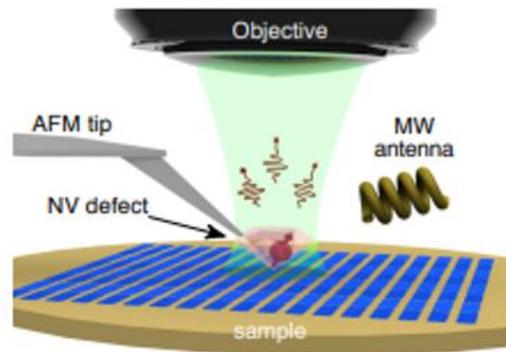


Figure 1-31 : Schéma typique d'un magnétomètre à centre NV à balayage [36].

D'autre part, la microscopie à centre NV peut être étendue à la mesure du vecteur des champs magnétiques de fuite par reconstruction à partir de la mesure d'une seule composante, n'importe laquelle des composantes peut être choisie dans un plan situé à une distance d de l'échantillon, à condition que cette composante ne soit pas parallèle au plan de mesure [37].

iv. Dispositif d'interférence quantique supraconducteur (SQUID)

En supraconductivité, des paires d'électrons - appelées "paires de Cooper" - transportent un super-courant sans dissipation. Dans une jonction Josephson, les paires de Cooper traversent de manière cohérente une fine barrière, généralement un isolant (métal oxydé) ou une constriction. Lorsqu'un courant est appliqué, la jonction maintient une tension nulle jusqu'à une valeur critique, au-delà de laquelle une tension est produite. Un dispositif d'interférence quantique supraconducteur (SQUID) à balayage est constitué d'une boucle supraconductrice contenant deux jonctions Josephson (Figure 1-32). Le fonctionnement du SQUID repose sur le fait que, en raison des interférences quantiques, le courant maximal sans dissipation I_c pouvant parcourir le SQUID est périodique, tel que le flux magnétique Φ traversant la boucle possède une période du flux quantique $\Phi_0 = h/2e$ (où h est la constante de Planck et e est la charge de l'électron) [38]. Ainsi, lorsque la boucle supraconductrice est soumise à une variation du flux, la circulation des courants fait apparaître une différence de phase à travers la jonction. Finalement, le fonctionnement des SQUIDS repose sur la dépendance du déphasage de la fonction d'onde des paires de Cooper par rapport au flux magnétique traversant la boucle SQUID. Cette technique possède une excellente sensibilité pouvant aller jusqu'au fT/\sqrt{Hz} avec une résolution spatiale de $10 \mu m$ [39]. Les performances typiques sont une sensibilité de l'ordre de $10 pT/\sqrt{Hz}$ et une résolution entre 10 et $100 \mu m$, avec une boucle supraconductrice de $100 \mu m \times 10 \mu m$

[40]. En revanche, le SQUID ne fonctionne qu'en dessous d'une certaine température critique (entre 4 K et 77 K). De plus, il est difficile d'allier excellente sensibilité et haute résolution car l'amélioration de la résolution passe par la diminution du volume du capteur SQUID et donc une diminution de la sensibilité. Afin de répondre à cette problématique, des nano-SQUIDs sur pointe très spécifiques: nano-SQUID-on-tip (SOT), ont été développés (Figure 1-33) ; grâce à leur diamètre de taille nanométrique (46nm) ils peuvent atteindre une résolution de l'ordre de 20 nanomètres et une sensibilité de l'ordre de $50 \text{ nT}/\sqrt{\text{Hz}}$ [38]. Cependant, ce résultat est obtenu pour une température de refroidissement de 4K avec un système cryogénique d'Hélium liquide, contraignant en matière d'encombrement et de coût.

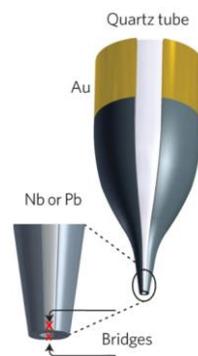


Figure 1-32 : Schéma d'un nano-SQUID sur pointe (SOT) constitué d'un tube de quartz étiré avec deux supraconducteurs Nb ou Pb connectés à des électrodes Au. Le zoom montre la boucle supraconductrice à l'extrémité de la pointe. Les ponts situés dans les régions d'écart (gap, en gris clair) entre les conducteurs (croix rouges) forment les deux jonctions Josephson du SQUID [38].

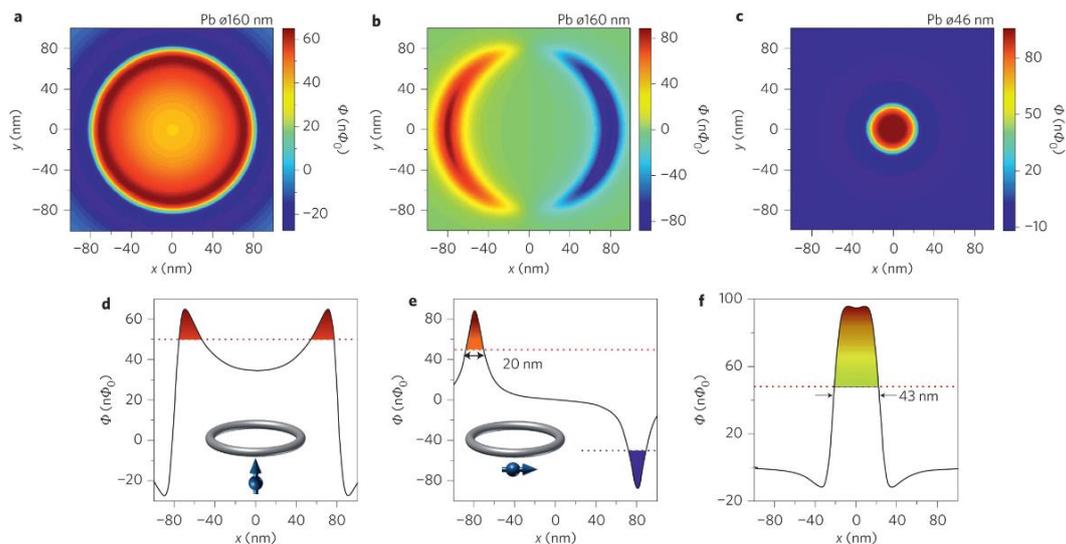


Figure 1-33 : Flux magnétique calculé à l'intérieur une boucle SOT (constituée d'un tube de quartz étiré avec deux supraconducteurs Pb connectés à des électrodes Au) par rapport à la position (x, y) d'un seul spin électronique positionné à 10 nm sous le plan SQUID. Imagerie 2D du flux magnétique généré par un seul spin

électronique orienté suivant la direction normale d'une boucle SOT de diamètre 160 nm (a), orienté dans la direction x suivant le plan de la boucle SOT de diamètre 160 nm (b) et orienté suivant la direction normale d'une boucle SOT de diamètre 46 nm (c). Profils 1D des images (a-c) pour $y=0$ (d-f). Les zones colorées correspondent aux maximums de sensibilité. Les flèches indiquent la résolution latérale [38].

v. Magneto-resistive Scanning Probe Microscopy (MR-SPM)

Les mesures magnétiques obtenues par MFM permettent d'atteindre d'excellentes résolutions latérales, mais peinent à donner une mesure quantitative des champs. Cependant, en intégrant des capteurs magnéto-résistifs (dont le fonctionnement sera développé dans le chapitre 2) sur un bras de levier type AFM (Figure 1-34), il est possible d'obtenir une mesure quantitative des champs avec une résolution latérale micrométrique (voir sub-micrométrique pour les dispositifs les plus performants [41]). Dans ce type de technique, le capteur mesure les champs magnétiques de fuite émis par l'échantillon, tandis que le bras de levier mesure la topographie de la surface de l'échantillon par détection de la déflexion du bras de levier, en utilisant des méthodes optiques, piézo-électrique, ou encore en utilisant le capteur MR lui-même [42]. Les dimensions standards sont de quelques dizaines de nanomètres à quelques microns selon le type de capteur magnéto-résistif choisi. De plus, la sensibilité en champ statique est en moyenne de l'ordre du nT/\sqrt{Hz} .

Les premiers travaux se sont concentrés sur l'amélioration de la résolution spatiale en travaillant en contact, avec des capteurs MRs du commerce et en utilisant un champ magnétique polarisant externe, pour biaiser les capteurs et fonctionner dans un régime où ils possèdent une réponse au champ externe linéaire [41, 43]. Par ailleurs, les mesures sont essentiellement réalisées à température ambiante. Même si, une amélioration de la sensibilité en champ statique a été observée sous refroidissement entre 4 et 177K [44]. D'autre part, l'utilisation de GMRs à vanne de spin (spin-valve) (Chapitre 2) permet de travailler sans champ polarisant externe et prévient ainsi des potentielles modifications des propriétés magnétiques de l'échantillon, associées à l'application d'un champ [45].

Plus récemment, une mesure MR-SPM du vecteur complet des champs magnétiques de fuite a été démontrée avec des capteurs magnéto-résistifs de type TMRs [46] et GMRs [47]. Dans ces dispositifs, l'accès aux trois directions a été obtenu grâce aux orientations des sensibilités des capteurs, par l'intermédiaire d'un micro-étage à 3 axes [46] ou par rotation du bras de levier dans les 3 axes [47]

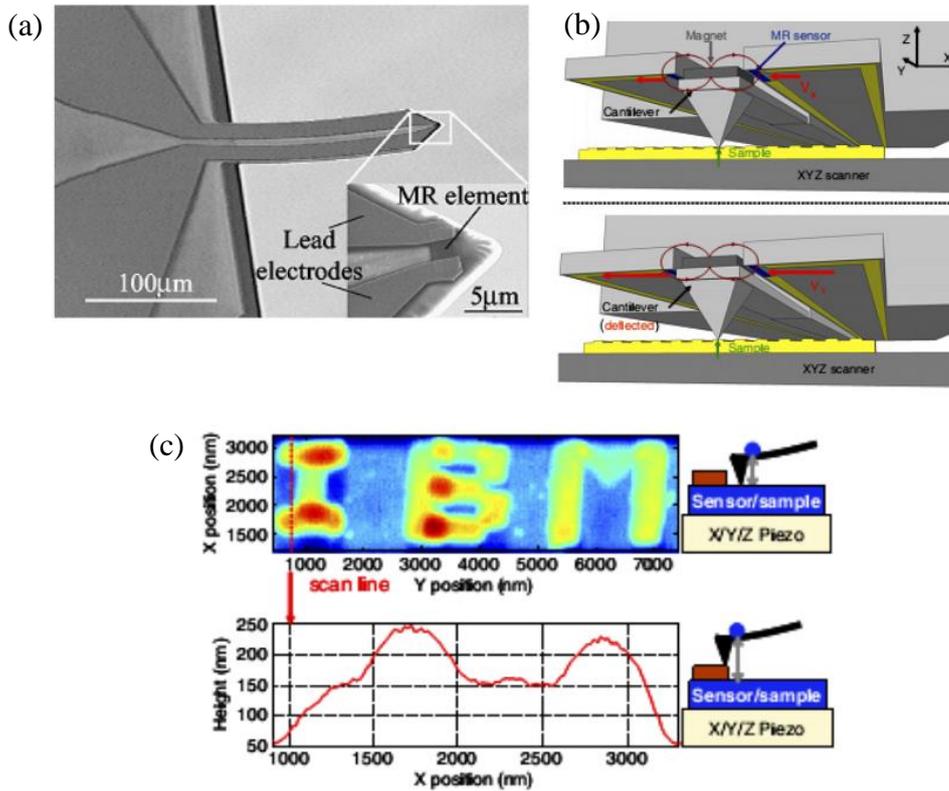


Figure 1-34 : Exemple de sonde MR intégrée dans un microscope MR-SPM. (a-b) Exemples de design de sonde mixte bras de levier type AFM/MFM – capteur MR. (a) Architecture sonde avec un capteur AMR directement sur le bras de levier [42]. (b) Architecture sonde avec un capteur GMR disposé sur des éléments fixes juxtaposés au bras de levier flexible [48]. (c) Mesure MR-SPM en mode contact [48].

d. Bilan

	Sensibilité	Résolution spatiale	Avantages	Inconvénients
Sonde de Hall	μT à $\text{mT}/\sqrt{\text{Hz}}$	μm à sub- μm	- Large gamme de linéarité en champ - Mesure large bande	- Sensibilité limitée
Magnétométrie à centre NV	$\mu\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$	$\sim 10 - 100 \text{ nm}$	- Très bon compromis entre résolution spatiale et sensibilité	- Nécessité d'une détection optique
SQUID	$10 \text{ pT}/\sqrt{\text{Hz}}$	$\sim 10 - 100 \mu\text{m}$	- Excellente sensibilité	- Refroidissement avec un cryostat $T \in [4; 77]\text{K}$, encombrant et coûteux
MFM	$\text{mT}/\sqrt{\text{Hz}}$	$\sim 10 \text{ nm}$	- Excellente résolution spatiale	- Difficilement quantitatif
MR-SPM	$\text{nT}/\sqrt{\text{Hz}}$	$\sim 10 \mu\text{m}$	- Très bon compromis entre résolution spatiale et sensibilité - Mesure large bande	- Dimensions de balayage limitées

Figure 1-35 : Tableau récapitulatif des techniques locales d'imagerie magnétique des champs de fuite.

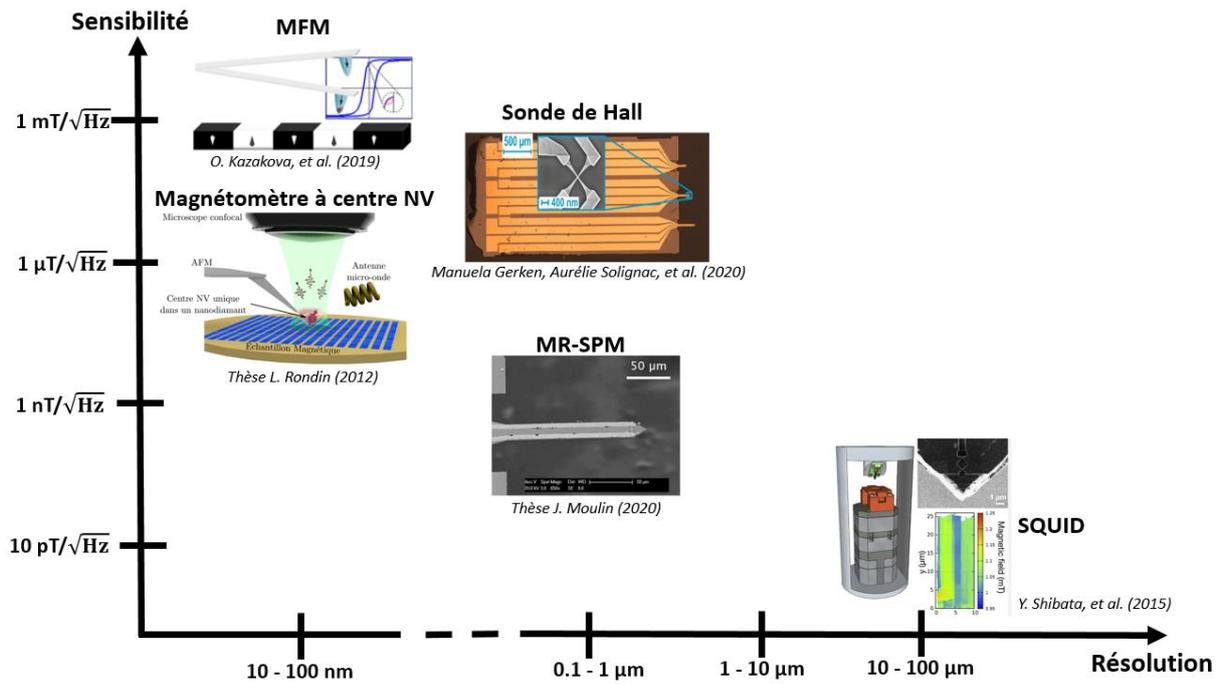


Figure 1-36 : Graphique récapitulatif des performances des techniques locales d'imagerie magnétique des champs de fuite.

Nous avons vu qu'il existe un certain nombre de techniques de mesures locales des champs magnétiques de fuite. Notamment, des techniques mettant en œuvre un capteur magnétique pour balayer la surface d'un matériau (Figures 1-35 et 1-36). Aussi, les performances de la mesure sont déterminées par les performances du capteur lui-même et peuvent être évaluées par deux paramètres qui sont la sensibilité (en T/\sqrt{Hz}) et la résolution spatiale (en unité métrique). Une technique se démarque par sa capacité à atteindre d'excellentes sensibilités ($10\text{ pT}/\sqrt{Hz}$), il s'agit du SQUID. Cependant, la boucle supraconductrice requiert l'utilisation d'un cryostat encombrant et coûteux. D'autre part, le MFM présente d'excellentes performances en terme de résolution spatiale (10-100 nm). Cependant, il fournit une information difficilement quantitative. Aussi, le magnétomètre à centre NV semble très attractif, puisqu'il permet d'obtenir une résolution spatiale du même ordre de grandeur que le MFM, combinée à une sensibilité de l'ordre du $\mu T/\sqrt{Hz}$. En revanche, il demande l'utilisation d'un dispositif optique encombrant. Les sondes de Hall sont très linéaires et locales avec une résolution spatiale intéressante (micrométrique à sub-micrométrique), néanmoins elles sont limitées en matière de sensibilité (entre $1\text{ mT}/\sqrt{Hz}$ et $1\text{ }\mu T/\sqrt{Hz}$). Par ailleurs, il existe des techniques qui intègrent des capteurs issus de l'électronique de spin et permettent de se rapprocher d'un compromis entre résolution spatiale (micrométrique à sub-micrométrique) et sensibilité (nT/\sqrt{Hz}). Cependant, ces capteurs intégrés sur des pointes AFM ne permettent pas la mesure de matériaux

sur plusieurs centimètres et sont réservées à des mesures ciblées. Ce qui est difficilement compatible avec l'inspection de défauts ou d'hétérogénéités dans des matériaux, appliquée au contrôle non destructif ou à l'imagerie de roches magnétiques.

Dans ce contexte, une technique capable de réaliser une mesure quantitative, simultanée, locale et 3D des champs magnétiques de fuite, par balayage d'un matériau sur quelques centimètres, aussi bien en champ statique qu'en champ alternatif ; n'apparaît pas couvert par les techniques communément proposées à ce jour. Ainsi, l'objectif de cette thèse est de proposer une technique capable de répondre à cette problématique.

Le premier chapitre de ce manuscrit a permis d'introduire le contexte théorique de ces travaux de thèse en revenant sur l'histoire du magnétisme, pour ensuite décrire le magnétisme dans les matériaux ferromagnétiques, grâce à une description locale et à une présentation des applications liées à l'utilisation de ce type de matériaux. D'autres matériaux magnétiques se distinguent et permettent de classer le magnétisme en quatre familles principales. Par ailleurs, de nombreuses techniques de mesures magnétiques existent et ont été présentées dans la dernière section de ce chapitre. Ainsi, le choix d'une technique de mesure doit prendre en compte les conditions de la mesure, le niveau de complexité de mise en place du dispositif, la résolution latérale visée et la sensibilité attendue. En réponse, l'objectif de ce manuscrit sera de présenter le développement d'une sonde 3D locale utilisant des capteurs magnéto-résistifs pour cartographier les trois composantes des champs magnétiques de fuites émis par un matériau. La sonde 3D locale peut avoir diverses applications. Entre autres, elle peut être intégrée au sein d'un scanner magnétique et proposer une technique d'imagerie magnétique 3D, ou être intégrée au sein d'une machine de fabrication additive pour apporter un contrôle non destructif in-situ.

La définition des contributions énergétiques magnétiques dans les couches minces ferromagnétiques nous a permis de préparer le chapitre suivant qui sera consacré aux capteurs magnéto-résistifs.

Annexe 1 : Étude d'une distribution simple de courant : boucle circulaire de rayon R

On se propose dans cette première annexe d'étudier un modèle simple qui par la suite sera la clé de voute de l'étude d'un premier modèle classique de la matière aimantée (cf. ii.), à savoir la boucle circulaire de courant.

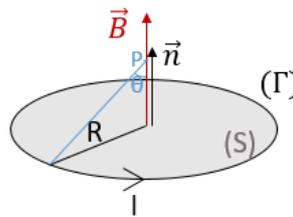


Figure 1-37 : Schéma d'une boucle circulaire de courant de rayon R, parcourue par un courant I et qui crée une induction \vec{B} .

Une boucle circulaire de rayon R est parcourue par un courant I, ce qui crée une induction \vec{B} portée par l'axe. En utilisant la loi de Biot et Savart (1), on obtient le module de l'induction :

$$B = \frac{\mu_0 I}{2R} \sin^3 \theta \quad (\text{A1-1})$$

Induction et champ créé à grande distance :

Considérons un volume (V) fini, à l'intérieur duquel est confinée une distribution de courants au voisinage de l'origine des coordonnées O. Cette distribution de courant engendre dans l'espace un potentiel vecteur \vec{A} et une induction magnétique \vec{B} .

En partant de l'équation (2), on montre que :

$$\vec{A} = \frac{\mu_0}{4\pi} \int_V \frac{\vec{j}}{r} dV \quad (\text{A1-2})$$

Grâce à l'équation de Poisson de la magnétostatique, lorsque la distance d'observation est très grande devant la taille typique de la distribution de courant, on obtient que :

$$\vec{A} = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{\vec{m} \times \vec{r}}{r^3} \quad (\text{A1-3})$$

Tel que, \vec{m} est le moment magnétique, il est colinéaire à \vec{B} et s'exprime en fonction de la densité de courant $\vec{j}(\vec{r})$:

$$\vec{m} = \frac{1}{2} \int_V \vec{r} \times \vec{j}(\vec{r}) dV \quad (A1-4)$$

On remarque que le moment magnétique est, du point de vue du formalisme, analogue au moment cinétique en mécanique classique.

Ainsi, l'induction magnétique à grande distance est :

$$\vec{B} = \text{rot}\vec{A} = \frac{\mu_0}{4\pi} \left[\frac{3(\vec{m} \cdot \vec{r})\vec{r}}{r^5} - \frac{\vec{m}}{r^3} \right] \quad (A1-5)$$

Si l'on reprend maintenant l'exemple de la boucle circulaire de courant (ou spire de courant) et qu'on cherche à exprimer le moment magnétique créé, on obtient :

$$\vec{m} = IS \vec{n} \quad (\text{en A} \cdot \text{m}^2) \quad (A1-6)$$

Avec S l'aire de la boucle de courant.

On remarque que l'expression du champ d'induction magnétique \vec{B} est similaire à celle du champ électrique \vec{E} , créé par un dipôle électrique $\vec{\delta}$ de moment dipolaire électrique :

$$\vec{p} = q \cdot \vec{\delta} \quad (A1-7)$$

Avec $\vec{\delta}$ le vecteur reliant le barycentre des charges positives et négatives).

A grande distance des sources par rapport à leurs dimensions, on peut donc assimiler une boucle de courant à une paire de masses magnétiques ponctuelles : $(-q_m, +q_m)$. On parle alors de dipôle magnétique de moment magnétique $\vec{m} = q_m \vec{\delta} = IS \vec{n}$. Il s'agit ici, de l'approche coulombienne. Le champ magnétique \vec{H} engendré par une masse magnétique ponctuelle q_m , s'écrit :

$$\vec{H} = \frac{1}{4\pi} \frac{q_m \vec{r}}{r^3} \quad (A1-8)$$

H																	He	
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne	
para	dia											dia	dia	dia	AF	dia	dia	
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar	
para	para										para	dia	dia	dia	dia	dia	dia	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	
para	para	para	para	para	AF	AF	Ferro	Ferro	Ferro	dia	dia							
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
para	para	para	para	para	para		para	para	para	dia	dia	dia	*	dia	dia	dia	dia	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn	
para			para	para	para	para	para	para	para	dia	dia	dia	dia	dia			dia	
Fr	Ra	Ac																
					Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
					*	para	AF		AF	Ferri	Ferro	Ferro	Ferro	Ferri	Ferri	Ferri	para	para
					Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lw
					para		para											

Figure 1-39 : Propriétés magnétiques des éléments purs à l'état solide, à basse température. Les éléments ordonnés sont en gras encadrés. Les substances supraconductrices sont en grisés et les radioactives sont en italique [8].

Peu d'atomes sont porteurs d'un moment magnétique permanent à l'état solide pur. Les éléments magnétiques à l'état solide pur sont le fer, le cobalt et le nickel. On compte également plusieurs métaux de la série 4f des terres rares (Eu à Tm). De plus, selon sa structure cristallographique, un élément peut être magnétique ou non. C'est le cas du Fer qui dans sa phase cubique centrée est ferromagnétique à température ambiante. Le matériau considéré joue également un rôle important dans le caractère magnétique d'un élément. Certains matériaux sont ferromagnétiques alors qu'aucun de leurs constituants ne possède de ferromagnétisme à l'état pur (exemple de l'alliage d'Heusler Cu_2MnAl).

Références :

- [1] É. du Trémolet de Lacheisserie, Magnétisme, Tome I, EDP Sciences, (1999).
- [2] <https://chine365.fr/chine/invention-boussole/>
- [3] Reconstruction de l'expérience d'Oersted de 1819. ©Getty - Universal History Archive
- [4] Schéma du dispositif figurant dans la lettre d'Ampère à Van Beck, Octobre 1821.
- [5] Marine Schott, thèse « Propriétés magnétiques du système Pt/Co/AlOx et ses variations sous champ électrique », Université Grenoble Alpes, (2017).
- [6] Jacques Degauque, « Matériaux à propriétés magnétiques dures », Techniques de l'ingénieur, (2001).
- [7] Georges Couderchon, « Alliages magnétiques doux », Techniques de l'ingénieur, (1985).
- [8] É. du Trémolet de Lacheisserie, Magnétisme, Tome II, EDP Sciences, (1999).
- [9] Gilbert Nicoud, Matériaux aimants permanents pour l'électrotechnique, Revue RGE, (1981).
- [10] S. Madani, Mémoire d'Ingénieur « Etude et réalisation d'un cadre d'Epstein pour la caractérisation des matériaux ferromagnétiques doux », Université de Batna, (2003).
- [11] P. Brissonneau, « Magnétisme et matériaux magnétiques pour l'Electrotechnique », Edition Hermès, Paris, France, (1997).
- [12] Aurélie Solignac, présentation « Couches minces magnétiques : Introduction à l'électronique de spin », (2012).
- [13] Aurélie Solignac, thèse « Réalisation et étude d'hétérostructures à base du manganite $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ pour des capteurs magnétiques oxydes ultrasensibles », Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, (2012).
- [14] Houmed Mohamed Garad, thèse « L'anisotropie magnétique perpendiculaire induite par oxydation et recuit thermique : de la structure au magnétisme », Université de Grenoble, (2012).
- [15] F.J.A. den Broeder, W. Hoving, and P.J.H. Bloemen., Magnetic anisotropy of multilayers, Journal of magnetism and magnetic materials, 93 :562, (1991).

- [16] Julien Moulin, Thèse « Microscopie magnétique locale par intégration de nanocapteurs magnétorésistifs », Université Paris-Saclay, (2020).
- [17] A.O. Adeyeye, G. Shimon, Handbook of Surface Science, Vol. 5, pp. 2 – 466, (2015).
- [18] S. Yamamoto, et al., Measurement of the Resonant Magneto-Optical Kerr Effect Using a Free Electron Laser, Applied Sciences, 7, 662, (2017).
- [19] Duc-The Ngo and Luise Theil Kuhn , In situ transmission electron microscopy for magnetic nanostructures, Adv. Nat. Sci: Nanosci. Nanotechnol. 7 045001, (2016).
- [20] C. Phatak, A.K. Petford-Long, M. De Graef, Recent Advances in Lorentz Microscopy, COSSMS, (2015).
- [21] N. Rougemaille and A.K. Schmid, Magnetic imaging with spin polarized low energy electron microscopy, The European Physical Journal Applied Physics, 50, 20101, (2010).
- [22] O. Kazakova, et al., Frontiers of magnetic force microscopy, Journal of Applied Physics, Vol. 125, Issue 6, (2019).
- [23] T. Michinobu, J. Inui and H. Nishide, Magnetic Force Microscopic Images of Nanometer-Sized Polyradical Particles, Polymer Journal, Vol. 35, p. 71–75, (2003).
- [24] D. Collomb, et al., Frontiers of graphene-based Hall-effect sensors, Journal of Physics: Condensed Matter, Vol. 33, No. 24, (2021).
- [25] A. Sandhu, et al., Nano and micro Hall effect sensors for room-temperature scanning hall probe microscopy, Microelectronique Engineering, Vol. 73–74, p. 524–528, (2004)
- [26] V. Panchal, et al., Magnetic Scanning Probe Calibration Using Graphene Hall Sensor, IEEE Trans. Magn., Vol. 49, Issue 7, (2013).
- [27] S. J. Bending, Local magnetic probes of superconductors, Advances in Physics, Vol. 48, No. 4, (1999).
- [28] K. Vervaeke, et al., Size dependence of microscopic Hall sensor detection limits, Rev. Sci. Instrum., Vol. 80, Issue 7, (2009).
- [29] M-K. Joo, et al., Large-scale graphene on hexagonal-BN Hall elements: prediction of sensor performance without magnetic field, ACS Nano, 10, 9, 8803–8811, (2016).

- [30] A. Sandhu, K. Kurosawa, M. Dede and A. Oral, 50 nm Hall Sensors for Room Temperature Scanning Hall Probe Microscopy, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 43, 777, (2004).
- [31] Fedor, J., Cambel, V., Gregušová, D., Hanzelka, P., Dérer, J., Volko, J., Scanning vector Hall probe microscope, *Rev. Sci. Instrum.* 74, 5105, (2003).
- [32] B. M. Chernobrod and G. P. Berman, Spin microscope based on optically detected magnetic resonance *J. Appl. Phys.*, 97 014903, (2005).
- [33] G. Balasubramanian, et al., Nanoscale imaging magnetometry with diamond spins under ambient conditions, *Nature*, 455, 648, (2008).
- [34] J. R. Maze, et al., Nanoscale magnetic sensing with an individual electronic spin in diamond, *Nature*, 455, 644, (2008).
- [35] Y. Xu, W. Zhang and C. Tian, Recent advances on applications of NV– magnetometry in condensed matter physics, *Photonics Research*, Vol. 11, No. 3, (2023).
- [36] L. Rondin, J.-P. Tetienne, T. Hingant, J.-F. Roch, P. Maletinsky and V. Jacques, Magnetometry with nitrogen-vacancy defects in diamond, *Rep Prog Phys.*, doi: 10.1088/0034-4885/77/5/056503, (2014).
- [37] F. Casola, et al., Probing condensed matter physics with magnetometry based on nitrogen-vacancy centres in diamond, *Nature Reviews Materials*, Vol. 3, 17088, (2018).
- [38] D. Vasyukov, et al., A scanning superconducting quantum interference device with single electron spin sensitivity, *Nat Nanotechnol.*, doi: 10.1038/nnano.2013.169., (2013).
- [39] M. I. Faley, et al., Superconducting Quantum Interferometers for Nondestructive Evaluation, *Sensors*, 17(12), 2798, (2017).
- [40] M. I. Faley, et al., Nondestructive Evaluation Using a High-Tc SQUID Microscope, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Vol. 27, No. 4, (2017).
- [41] S. Y. Yamamoto, et al., Scanning magnetoresistance microscopy (SMRM): Imaging with a MR head, *Journal of Applied Physics*, Vol. 81, Issue 8, (1997).
- [42] M. Nakamura, et al., Scanning magnetoresistance microscopy with a magnetoresistive sensor cantilever, *Appl. Phys. Lett.*, 80, 2713–2715, (2002).
- [43] S. Y. Yamamoto, et al., Scanning magnetoresistance microscopy, *Applied Physics Letters*, Vol. 69, Issue 21, (1996).

- [44] D. K. Petrov, Scanning magnetoresistance microscopy of La 0.67 Sr 0.33 MnO 3 films, Journal of Applied Physics, Vol. 83, Issue 11, (1998).
- [45] T. Takezaki, Magnetic Field Measurement using Scanning Magnetoresistance Microscope with Spin-Valve Sensor, The Japan Society of Applied Physics Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 45, No. 3S, (2006)
- [46] K. N. Vyas, The Scanning TMR Microscope for Biosensor Applications, Biosensors, 5(2), 172-186, (2015).
- [47] F. Richheimer, 3D Magnetic Field Reconstruction Methodology Based on a Scanning Magnetoresistive Probe, Sensors, 18(7), 2049, (2018).
- [48] D.R. Sahoo, et al., Scanning probe microscopy based on magnetoresistive sensing, Nanotechnology, 22, 145501, doi:10.1088/0957-4484/22/14/145501, (2011).

Chapitre 2 : Capteurs magnétiques

I. Effets magnéto-résistifs.....	69
a. Principe de l'effet GMR.....	69
i. Les origines de l'effet GMR.....	71
ii. Configurations CIP / CPP.....	76
b. Autres effets MR.....	76
i. Effet TMR.....	77
ii. AMR.....	78
iii. CMR.....	79
II. Capteurs à magnétorésistance géante GMRs.....	80
a. Fonctionnement des capteurs GMRs.....	80
b. Empilement GMR réel.....	80
i. Couche dure.....	82
ii. Couche libre.....	82
iii. Espaceur.....	84
c. Couplages magnétiques des systèmes multicouches.....	84
i. Couplage magnétostatique.....	85
ii. Couplage direct : couplage d'échange.....	85
iii. Couplage indirect : couplage RKKY.....	87
III. Micro-fabrication d'un capteur magnéto-résistif.....	89
a. Dépôt par pulvérisation cathodique.....	90
b. Motifs micro-GMRs.....	92

i.	Lithographie optique.....	92
ii.	Gravure ionique (Ion Beam Etching : IBE).....	93
iii.	Nettoyage de la résine.....	94
c.	Dépôt des contacts	94
i.	Lithographie optique.....	94
ii.	Pré-gravure	95
iii.	Pulvérisation cathodique.....	95
iv.	Nettoyage de la résine.....	95
d.	Passivation	95
i.	Lithographie optique.....	95
ii.	Dépôt d'isolant	96
iii.	Nettoyage de la résine.....	96
IV.	Caractérisation des capteurs GMRs	97
a.	Mesure R(H)	97
i.	Dispositif de mesure	97
ii.	Evaluation des performances (grandeurs standards)	98
iii.	Grandeurs caractéristiques.....	99
iv.	Mesures caractéristiques.....	101
b.	Mesure de bruit	104
i.	Définition.....	104
ii.	Dispositif de mesure	104
iii.	Données caractéristiques	106
iv.	Défectivité.....	107
v.	Procédure type de mesure de bruit	108

V. Optimisation des propriétés magnétiques des capteurs GMRs.....	111
a. Recherche de l'empilement optimal par simulations macrospin	112
i. Fonctionnement de la simulation macrospin	112
ii. Définition des empilements à tester.....	113
iii. Résultats pleine-couche	117
b. Recherche de l'empilement optimal par mesure des performances.....	119
i. Présentation des échantillons processés	119
ii. Résumés des résultats	121
 Références.....	 128

Chapitre 2 : Capteurs magnétiques

Les capteurs utilisés dans ce projet de recherche sont des capteurs magnétiques, ou plus précisément des capteurs magnéto-résistifs, c'est-à-dire dont la résistance est modifiée en présence d'un champ magnétique. Ces capteurs permettent de détecter de très faibles variations de champ. L'objectif de ce chapitre sera de présenter les différents effets magnéto-résistifs observables dans les matériaux ferromagnétiques, puis de se concentrer sur l'effet GMR (magnéto-résistance géante), pour ensuite présenter le développement, la caractérisation et l'optimisation de ce type de capteurs, effectués au cours de ces travaux de thèse.

I. Effets magnéto-résistifs

a. Principe de l'effet GMR

Ce travail s'inscrit dans le cadre de la recherche en spintronique, qui prend en compte non seulement la charge de l'électron, mais également son spin. Cette thématique de recherche est marquée par la découverte de la magnéto-résistance géante en 1988 par Albert Fert et Peter Grünberg [1], qui consiste à considérer un matériau multicouche constitué d'une alternance de matériaux ferromagnétiques (typiquement du Co ou du Fe) et de matériaux non magnétiques conducteurs (typiquement du Cu ou du Cr) et à observer la variation de la résistance globale du système en fonction des directions d'aimantation des couches ferromagnétiques. L'élément archétype est la GMR vanne de spin (spin valve), cependant l'effet GMR peut être observé dans différentes structures (Figure 2-1) [2].

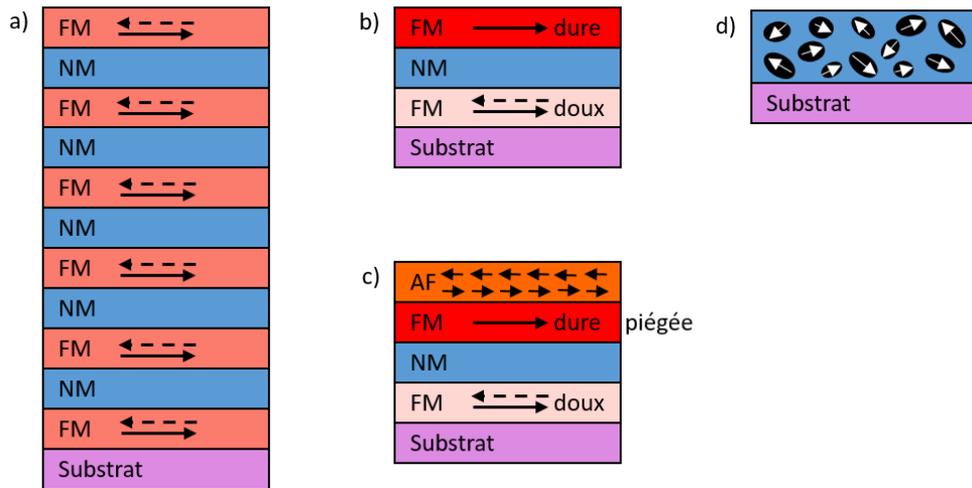


Figure 2-1 : Les différentes structures dans lesquelles on peut observer un effet GMR. (a) multicouche magnétique, (b) pseudo vanne de spin, (c) vanne de spin, (d) couche mince granulaire.

Les dimensions des couches sont de l'ordre de quelques nanomètres en épaisseurs et comprises entre le micromètre et le centimètre latéralement. Dans une multicouche magnétique (Figure 2-1 (a)) on sépare des couches ferromagnétiques par des couches non magnétiques. Grâce au couplage RKKY (cf. II.c.iii.) antiferromagnétique entre les couches magnétiques, les couches ferromagnétiques sont alignées de façon antiparallèle à champ nul, et de façon parallèle à champ de saturation. Dans une structure de type pseudo-vanne de spin (Figure 2-1 (b)), le système multicouche est constitué d'une couche de matériau ferromagnétique dur et d'une couche de ferromagnétique doux, séparées par une couche non-magnétique. En raison des différences de champs coercitifs des couches ferromagnétiques, le retournement des aimantations des couches se produit à des valeurs de champs différentes, et on distingue deux configurations, une antiparallèle et une parallèle. Pour améliorer les performances, on peut piéger la couche dure avec un matériau antiferromagnétique pour rendre la couche plus dure. Ainsi, la couche de ferromagnétique dure possède une direction d'aimantation bloquée, alors que la couche de ferromagnétique doux est libre et peut suivre la direction du champ magnétique appliqué. Il s'agit de la GMR vanne de spin (Figure 2-1 (c)). La dernière structure présentée consiste à incorporer des précipités magnétiques au sein d'un matériau non magnétique conducteur (Figure 2-1 (d)). En l'absence de champ magnétique, les précipités magnétiques forment des granules magnétiques orientées de manière aléatoire. Cependant, en présence d'un champ magnétique, les moments s'orientent suivant la direction du champ appliqué [2].

i. Les origines de l'effet GMR

D'un point de vue global, les origines de la GMR sont expliquées grâce au modèle de Mott qui décrit la conduction dépendante du spin à travers des couches métalliques (Figure 2-2) [3,4]. Ce modèle propose de considérer au sein de l'empilement GMR deux canaux de conduction indépendants, avec une conductivité dépendante de l'angle entre la direction du spin de l'électron dans le canal et celle de l'aimantation \vec{M} de la couche ferromagnétique traversée par l'électron. Par exemple, en prenant comme référence le schéma de la configuration parallèle en Figure 2-2 (a, gauche), les deux canaux de conduction sont celui pour les électrons de spin down \downarrow (antiparallèles à la direction de l'aimantation \vec{M} , en violet) et celui pour les électrons de spin up \uparrow (parallèles à la direction de l'aimantation \vec{M} , en vert). Le processus de diffusion dans les métaux est considéré comme conservant la direction du spin sans retournement de spin (spin-flip) sur une certaine longueur appelée « longueur de diffusion de spin ». Ainsi, il est important que l'épaisseur de la couche non-magnétique choisie soit inférieure à la longueur de diffusion de spin, pour pouvoir considérer que les électrons de spin down et de spin up ne se mélangent pas et restent dans leurs canaux de conduction respectifs sur la distance de diffusion, avec des conceptions électriques parallèles. Par ailleurs, les électrons de spin up et de spin down possèdent des libres parcours moyens très différents, en raison de l'asymétrie de leurs densités d'états au niveau de Fermi (I.a.i.2. Rôle de la structure de bande).

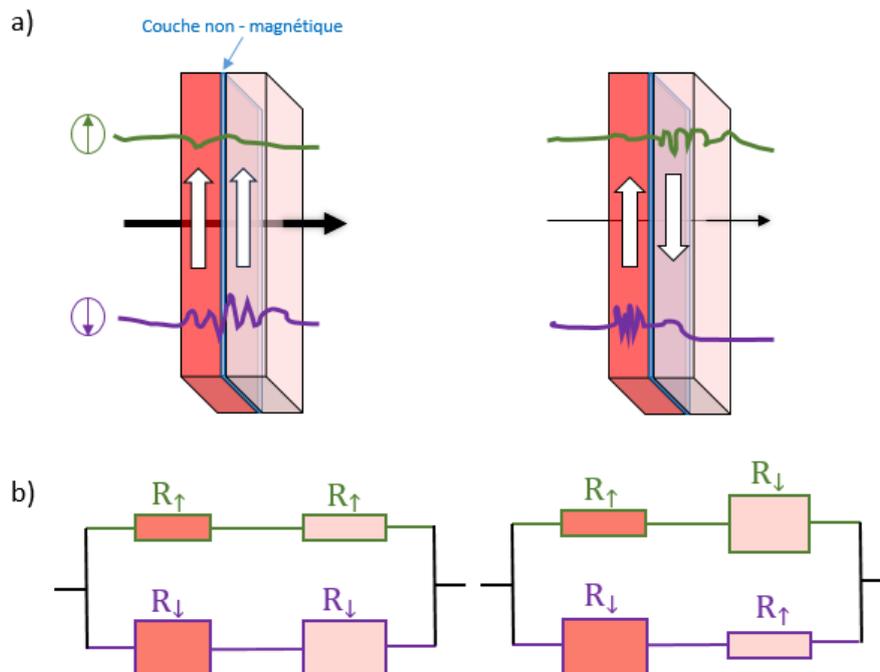


Figure 2-2 : Modèle de Mott sur une vanne de spin (deux couches ferromagnétiques séparées par une couche non-magnétique). La conductivité électrique est représentée schématiquement à l'intérieur des couches (a) et

traduite sous la forme de résistances (b). Les flèches épaisses blanches symbolisent la direction de l'aimantation \vec{M} dans la couche ferromagnétique. Les flèches noires symbolisent le niveau de conductivité à travers la structure : élevée (flèche épaisse) ou faible (flèche fine). Les différentes couleurs, vert et violet, permettent de distinguer les canaux de conduction, spin up et spin down, respectivement.

Ainsi, dans la configuration parallèle (Figure 2-2, gauche), les électrons de spin up (vert) sont alignés parallèlement à la direction de l'aimantation des couches magnétiques, donc ils traverseront la structure sans être diffusés (ou très peu). Il en résulte une résistance faible (R_{\uparrow}). Au contraire, les électrons de spin down (violet) sont alignés antiparallèlement à la direction de l'aimantation, donc ils traverseront la structure en étant fortement diffusés. Il en résulte une résistance élevée (R_{\downarrow}). La conduction se produit en parallèle pour les deux canaux de spin. Aussi, les électrons de spin up étant très conducteurs dans cette structure, la résistance totale de la multicouche en est principalement issue, donc elle est faible.

Dans la configuration antiparallèle (Figure 2-2, droite), les électrons de spin up et down sont alignés parallèlement (spin up) à l'une des couches et antiparallèlement (spin down) à l'autre. Lorsqu'ils sont orientés antiparallèlement à la couche ils sont diffusés, il en résulte une résistance élevée (R_{\downarrow}) pour les deux canaux de conduction. Donc, la résistance globale de la multicouche est élevée.

Pour comprendre de façon plus globale et précise l'effet GMR ainsi que les origines de la conduction dépendante du spin, il faut étudier la structure de bande associée. Finalement, l'effet GMR se matérialise par une résistance équivalente qui traduit les performances de la structure choisie.

1. La conduction dépendante du spin

Le modèle de Mott introduit précédemment, définit la conductivité électrique au sein d'une structure multicouche de type GMR comme dépendante du spin des électrons. Ainsi, la conductivité d'un métal est la somme des conductivités des électrons des canaux de conduction de spin up et de spin down, telle que :

$$\frac{1}{\rho_{\text{tot}}} = \frac{1}{\rho_{\uparrow}} + \frac{1}{\rho_{\downarrow}} \quad (\text{I-1})$$

La conductivité des électrons libres au niveau d'un canal de conductivité (σ_{Drude}) est définie par la formule de Drude : $\sigma_{\text{Drude}} = \frac{e^2 k_F^2}{\pi h 6\pi} \lambda$, avec k_F le moment de Fermi et λ le libre parcours moyen. En raison du principe d'exclusion de Pauli, seuls les électrons qui possèdent une énergie

au niveau de l'énergie de Fermi contribuent à la conductivité, car en dessous de cette énergie les états sont occupés donc les électrons à des états d'énergie plus faible ne peuvent pas gagner en énergie. Ainsi, la section de la surface de Fermi k_F^2 donne le nombre d'électrons contribuant à la conduction. Le libre parcours moyen est égal au produit de la vitesse de Fermi par le temps de relaxation. Ce dernier terme fait apparaître dans son expression la densité d'état électronique à l'énergie de Fermi $n(E_F)$ et le potentiel de diffusion V_{scat} [2].

La dépendance du spin peut avoir diverses origines. Dans les métaux ferromagnétiques, la structure de bandes électronique détermine les propriétés intrinsèques du matériau à l'origine des valeurs de moment de Fermi k_F , de vitesse de Fermi v_F et de densité d'état à l'énergie de Fermi $n(E_F)$. Selon Mott, la polarisation en spin des densités d'état explique les différences de taux de diffusion dans les matériaux ferromagnétiques liées au spin. Par ailleurs, des éléments extrinsèques au métal peuvent avoir une influence sur la diffusion et apparaissent au niveau du potentiel de diffusion. En effet, les défauts, les impuretés et les vibrations du réseau du métal peuvent se comporter comme des diffuseurs d'électrons. Dans ce cas, la diffusion peut dépendre du spin mais aussi de l'environnement de diffusion [2]. Ce qui nous amène à reconsidérer l'approximation faite plus haut, consistant à négliger le spin-flip (le retournement des électrons). En effet, les potentiels de diffusion dépendants du spin pourraient retourner les électrons. Ainsi, le moyen le plus fiable de déterminer la contribution dominante de la dépendance en spin est la structure de bandes polarisée en spin de la couche magnétique.

2. Le rôle de la structure de bandes

Dans les structures GMRs les couches ferromagnétiques utilisées sont des métaux de transitions 3d (Co, Fe, Ni) et leurs alliages (CoFe, NiFe), tandis que les couches non magnétiques utilisées sont du Cr ou des métaux nobles (Cu, Ag et Au) [2]. Il convient d'étudier la structure de bandes électroniques de ces métaux pour comprendre celle des GMRs. Les métaux de transition 3d, présentent des états de valence 4s, 4p et 3d. Les états 4s et 4p créent une bande sp semblable à une bande d'électrons libres, les électrons sp ont une vitesse élevée, une faible densité d'état et ainsi un long libre parcours moyen. En conséquence, ils sont les principaux responsables de la conductivité des métaux 3d. Par ailleurs, la bande d se caractérise par une faible vitesse de ses électrons, une forte densité d'état et ainsi un court libre parcours moyen, responsable d'une mauvaise conductivité. Dans les intervalles d'énergie où les bandes sp et d se croisent, il y a une forte hybridation sp-d, ce qui modifie considérablement la structure de bandes [2]. En raison de la répulsion de Coulomb et du principe de Pauli, les électrons d auront tendance à s'aligner

parallèlement pour ne pas occuper la même orbitale et minimiser la dépense énergétique (comme l'interaction de coulomb est en $\propto 1/r^2$, si r est grand alors l'interaction est petit). Cependant, cela augmente l'énergie cinétique globale. Le critère de Stoner $Jn(E_F) > 1$ régit l'apparition du ferromagnétisme, (J étant la constante d'échange), il est satisfait pour bcc Fe, fcc Co et fcc Ni [2]. La bande d des métaux 3d est séparée par échange, ainsi le nombre d'états occupés est différent pour les électrons de spin up et down, ce qui induit une asymétrie des structures de bandes up et down (Figure 2-3). En dessous de l'énergie de Fermi les électrons de spin up ont une densité d'état majoritaire, ils sont plus nombreux et donc plus mobiles car moins sujet aux spin-flip (la mobilité des électrons est inversement proportionnelle au taux de spin-flip). Les termes d'électrons de « spin majoritaires » et d'électrons de « spin minoritaires » permettent de distinguer deux populations de spin : une majoritaire (spin majoritaires, spin up dans la figure 2-3) et une autre minoritaire (spin minoritaires, spin down dans la figure 2-3). Il en résulte une polarisation en spin liée aux spins majoritaires (polarisation en spin up dans la figure 2-3). Les structures de bandes du Cu et du Co permettent d'illustrer les structures de bandes typiques des espaceurs conducteurs et des métaux 3d ferromagnétiques utilisés dans les GMRs (Figure 2-3).

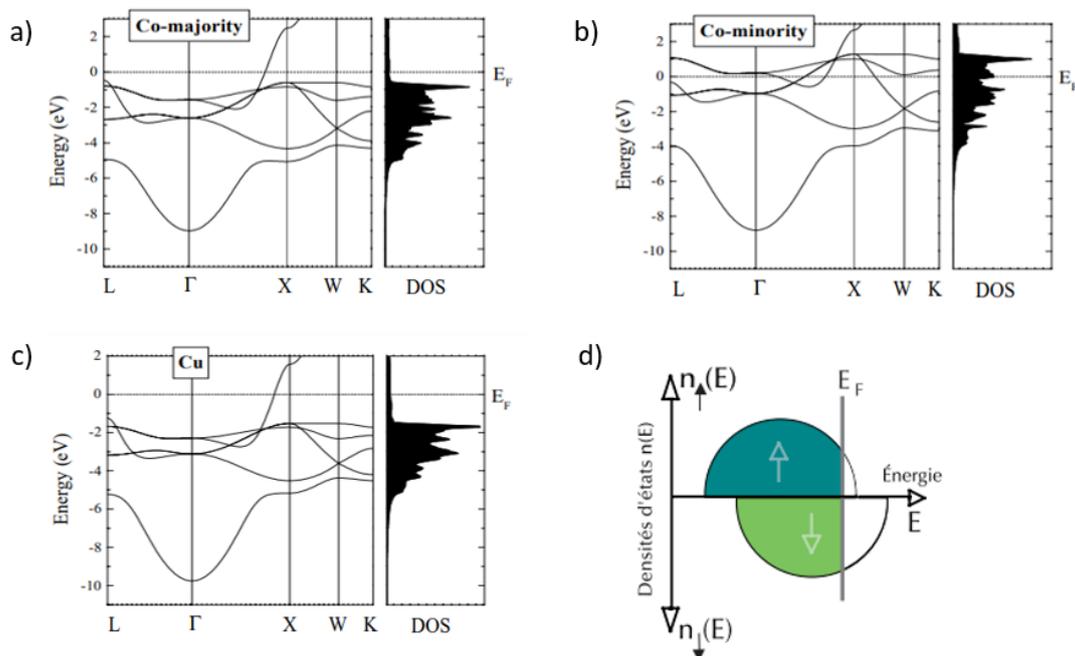


Figure 2-3 : Structure de bande du Co majoritaire (a), du Co minoritaire (b) et du Cu (c) [2]. Schéma du diagramme de densité d'états $n(E)$ des bandes d'énergie pour les électrons de spin majoritaire (\uparrow en bleu) et minoritaire (\downarrow en vert) dans un métal ferromagnétique (par exemple : du Co) (d) [5].

La position de l'énergie de Fermi par rapport aux bandes d permet de déterminer la conductivité de l'élément. En effet, si elles sont entièrement occupées au niveau de Fermi et que le niveau de Fermi se situe dans la bande sp, l'élément sera un très bon conducteur. C'est le cas du Cu (Figure 2-3 (c)). En effet, la vitesse élevée des électrons dans la bande sp et leur faible densité d'états sont à l'origine d'une faible probabilité de diffusion et ainsi d'un libre parcours moyen long, donc d'une très bonne conduction. Dans le cas d'un ferromagnétique 3d on distingue deux structures de bandes différentes pour les spins majoritaires et pour les spins minoritaires, en raison de la séparation des bandes par échange. Pour les spins majoritaires, le niveau de Fermi se situe également dans la bande sp (Figure 2-3(a)) et la bande d est entièrement occupée, il en résulte un très bon conducteur. À l'inverse, pour les spins minoritaires, le niveau de Fermi se situe dans la bande d qui se trouve alors partiellement occupée (Figure 2-3 (b)), il en résulte un mauvais conducteur. En effet, dans les spins minoritaires, on observe une hybridation des bandes sp et d, les bandes spd hybridées ont une forte densité d'état à l'origine d'une probabilité de diffusion élevée, d'un libre parcours moyen court et donc d'une mauvaise conduction. Ainsi, la structure polarisée en spin permet d'expliquer l'asymétrie de spin observée dans la conductivité des métaux 3d.

De plus, la grande similarité des structures de bande du Cu et du Co-majoritaire est responsable de la bonne conduction des spins majoritaires du Co à travers le Cu. En revanche, le décalage de bandes entre le Cu et le Co-minoritaire est responsable d'une mauvaise transmission des Co-minoritaires dans le Cu (Figure 2-3 (a, b)).

Ainsi, la concordance ou la non-concordance entre les structures de bandes des métaux ferromagnétiques et non magnétiques entraîne des potentiels de diffusion dépendant du spin aux interfaces en raison du mélange des atomes, susceptibles de contribuer à l'effet GMR.

3. Modèle de résistance

Le modèle de résistance, introduit en Figure 2-2, permet de traduire la conductivité d'une structure GMR sous la forme d'une résistance globale [6,7]. Dans ce modèle, on peut considérer que chaque couche métallique possède une résistance indépendante. Dans la continuité du modèle de Mott, nous distinguons deux canaux de conduction : un pour les spins parallèles à l'axe d'aimantation principal (spin up) et un pour les spins antiparallèles (spin down). En prenant pour référence la figure 2-2, la résistance de la multicouche constituée de deux ferromagnétiques séparés par un métal non magnétique en configuration parallèle est donnée par :

$$R_P = \frac{2R_{\uparrow}R_{\downarrow}}{R_{\uparrow}+R_{\downarrow}} \quad (I-2)$$

En configuration antiparallèle (Figure 29, droite) la résistance est donnée par :

$$R_{AP} = \frac{R_{\uparrow}+R_{\downarrow}}{2} \quad (I-3)$$

Ainsi, pour une GMR, le rapport de magnétorésistance géante est déterminé par le ratio appelé MR, tel que :

$$MR = \frac{R_{AP}-R_P}{R_{moy}} = \frac{2(R_{AP}-R_P)}{R_{AP}+R_P} \quad (I-4)$$

Si $R_{\uparrow} \ll R_{\downarrow}$ alors $R_P \ll R_{AP}$ et un ratio MR important est alors observé.

ii. Configurations CIP / CPP

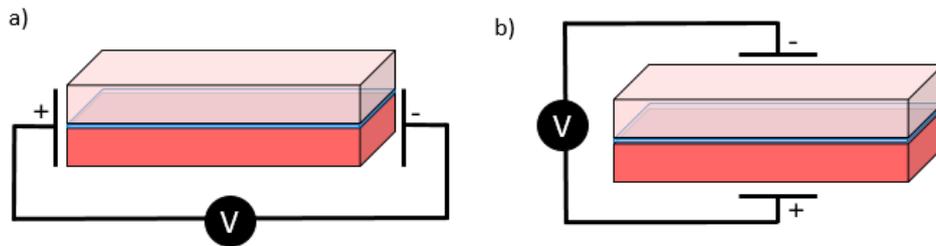


Figure 2-4 : Configurations CIP (a) et CPP (b).

La manière de réaliser la mesure du courant dans la GMR permet de distinguer deux configurations aux performances distinctes [8]. Effectivement, en prenant la mesure du courant dans le plan, on parle de GMR de type CIP (Current In the Plane, Figure 2-4 (a)), alors qu'en prenant la mesure dans la direction perpendiculaire au plan, il s'agit d'une GMR de type CPP (Current Perpendicular to the Plane, Figure 2-4 (b)) [2]. Lors d'une mesure CIP, une partie du courant passe dans les autres couches que l'espaceur, il en résulte un effet de court-circuit de l'effet GMR à l'origine d'une diminution des performances par rapport à une mesure CPP. En pratique, la faible épaisseur de l'empilement GMR rend difficilement réalisable la mesure CPP car il en résulte une résistance très faible. Aussi, la plupart des mesures avec des GMRs, dont celles de cette thèse, sont réalisées en CIP.

b. Autres effets MR

i. Effet TMR

L'effet TMR (Tunnel Magneto-Resistance) est observable sur des configurations dites de « jonction tunnel magnétique » constituée d'électrodes conductrices (couches minces de matériaux ferromagnétiques) séparées par une barrière isolante (typiquement du MgO). Les électrons de conduction (au niveau de Fermi) doivent franchir une barrière énergétique (E_B) définie par la fine couche isolante par effet tunnel. La structure de bandes distingue également deux canaux de spins supposés indépendants pour les spins up et down. De plus, la conduction à travers la barrière isolante est régie par la règle d'or de Fermi qui énonce le principe suivant : « dans le cas d'un transfert d'électrons entre deux électrodes, la densité de courant produite, pour chaque canal de spins, est proportionnelle au produit des densités d'états au niveau de Fermi de l'état initial (électrode de départ) et de l'état final (électrode d'arrivée) ». Il en résulte qu'en configuration antiparallèle le produit des densités d'états initiales et finales multiplie une densité faible par une densité élevée pour les deux canaux de spin (Figure 2-5, gauche). Alors qu'en configuration parallèle, le canal des spins up permet de maximiser se produit en multipliant deux densités d'états élevées, la densité de courant produite par ce canal est donc maximale (Figure 2-5, droite).

Les TMRs sont de très bons capteurs de champs magnétiques, ils permettent d'atteindre des valeurs de sensibilité nettement supérieures à celles des GMRs (MR de l'ordre de plusieurs dizaines de pourcents (voir supérieure à 100%) contre quelques pourcents pour les GMRs). Ils doivent être mesurés en CPP. Cependant, même en configurations comparables, l'effet TMR sera plus performant que l'effet GMR. Cela est dû à la barrière tunnel qui ajoute un filtre de spin supplémentaire, combiné à l'effet des densités d'états aux interfaces.

Cependant, à basse fréquence, le rapport signal/bruit des TMRs est équivalent voir inférieur à celui des GMRs. En effet, cela est dû notamment à l'importance de l'effet TMR qui produit des fluctuations de domaines dans la couche libre, responsables de variations de résistance à l'origine d'un bruit d'origine magnétique. Il peut également y avoir un bruit d'origine électrique, créé par la barrière tunnel.

Dans le cas de mesures à haute fréquence, et donc dans le bruit thermique, leur utilisation est très intéressante. En effet, le bruit en $1/f$ n'est dans ce cas plus présent, donc l'augmentation de la sensibilité peut être utilisée. [2]

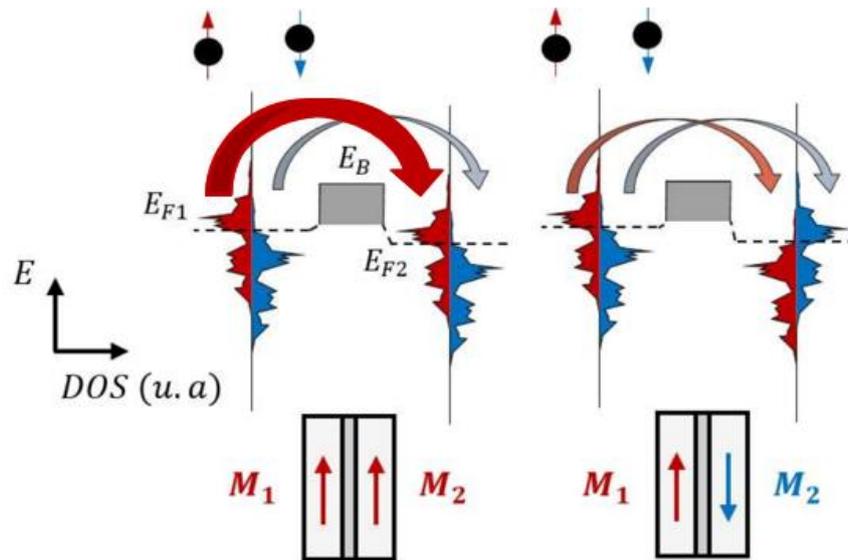


Figure 2-5 : Modèle de conduction dépendante du spin à travers une barrière isolante par effet TMR. Chaque couche ferromagnétique possède son énergie de Fermi E_{F1} et E_{F2} et la barrière tunnel est à une énergie E_B [9].

Les effets GMR et TMR sont observés dans les systèmes multicouches, cependant il existe d'autres effets de magnétorésistance observables à l'échelle d'une couche unique.

ii. AMR

La magnétorésistance a été observée la première fois via la magnétorésistance anisotrope (AMR) par Thompson en 1857 [10]. L'effet AMR se produit dans les matériaux magnétiques, il décrit la dépendance entre la résistivité et l'angle entre la direction du courant électrique et l'aimantation du matériau. L'apparition de cet effet peut également être expliquée comme une conséquence de la structure de bandes. En effet, l'asymétrie des orbites électroniques, entraîne des sections transversales de diffusion différentes pour les électrons conducteurs se déplaçant parallèlement ou perpendiculairement à la direction de l'aimantation. La résistance de la structure change en présence d'un champ appliqué, ce qui permet la détection de champs. Ces capteurs sont majoritairement constitués de couches minces ferromagnétiques, le plus souvent de permalloy [11]. La simplicité de leurs dispositifs les rend attractifs pour les applications industrielles [12]. En revanche, les AMRs possèdent des performances limitées en comparaison aux GMRs ou aux TMRs.

iii. CMR

La magnétorésistance "colossale" (CMR) a été découverte dans des pérovskites de manganite dopées telles que $\text{La}_{3-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ [13] ou $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ [14]. Elle est issue d'une transition métal-isolant au voisinage de la température de Curie. L'effet CMR possède des performances remarquablement intéressantes pour la détection de champs magnétiques élevés (supérieurs à 1 T), il permet de gagner quelques ordres de grandeurs par rapport à l'effet TMR, avec un rapport magnéto-résistif dépassant le millier de pourcent [13,14]. La CMR est donc une bonne candidate pour les capteurs fort champ ou les bolomètres. Cependant, la sensibilité des CMRs est très faible, donc inadaptée à la mesure de champs faibles (inférieurs à 1 T). Par ailleurs, l'utilisation des CMRs nécessite l'application de champs magnétiques importants (de plusieurs Teslas), ce qui rend ce type de capteur difficilement applicable dans l'industrie.

Enfin, les performances typiques des différents effets magnéto-résistifs, pertinents pour la mesure de champs faibles, sont résumées dans le tableau suivant (Figure 2-6).

Capteurs	Gammes de champs (T)	Gammes de fréquences (Hz)	Matériaux
AMR	1 nT – 1 mT	DC – 10 MHz	Ferromagnétique
GMR	30 pT – 10 mT	DC – GHz	Multicouche
TMR	100 pT – 10 mT	DC – GHz	Multicouche

Figure 2-6 : Tableau comparatif des effets magnéto-résistifs pertinents pour la mesure de champs faibles à basse fréquence [15].

Il apparaît que les GMRs et les TMRs possèdent des performances similaires. Il convient de préciser que cela est vrai uniquement à basses fréquences. En effet, pour des dimensions identiques, la détectivité (en $\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$) varie en fonction de la fréquence. Ainsi, les TMRs permettent de gagner un ordre de grandeur de détectivité à haute fréquence, par rapport aux GMRs (Figure 2-7).

Capteurs	Détectivité ($\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$) à une fréquence de 1 Hz	Détectivité ($\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$) à une fréquence de 1 kHz	Détectivité ($\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$) à haute fréquence
GMR (1 mm ²)	30 pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$	10 pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$	10 pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$
TMR (1 mm ²)	100 pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$	3 pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$	1 pT/ $\sqrt{\text{Hz}}$

Figure 2-7 : Tableau comparatif des détectivités (en $\text{T}/\sqrt{\text{Hz}}$) en fonction de la fréquence pour les GMRs et les TMRs [15].

II. Capteurs à magnétorésistance géante GMRs

a. Fonctionnement des capteurs GMRs

L'effet de magnétorésistance géante introduit précédemment est exploité pour réaliser des capteurs magnétiques magnéto-résistifs capables de détecter de très faibles champs magnétiques (typiquement nT) à basse fréquence. La variation de résistance en fonction du champ appliqué est idéalement symétrique et linéaire autour du point de fonctionnement de la mesure. Dans le cadre des études réalisées au cours de ce travail de thèse, les champs mesurés visés sont typiquement de l'ordre du μT (ou inférieurs) et la structure GMR choisie est la vanne de spin (Figure 2-1 (c)). Le point de fonctionnement est situé à champ nul. Pour obtenir une réponse linéaire centrée autour de ce point, une anisotropie perpendiculaire est induite dans la couche libre de sorte qu'à 0 T les directions d'aimantation de la couche dure et de la couche libre soient perpendiculaires (Figure 2-8).

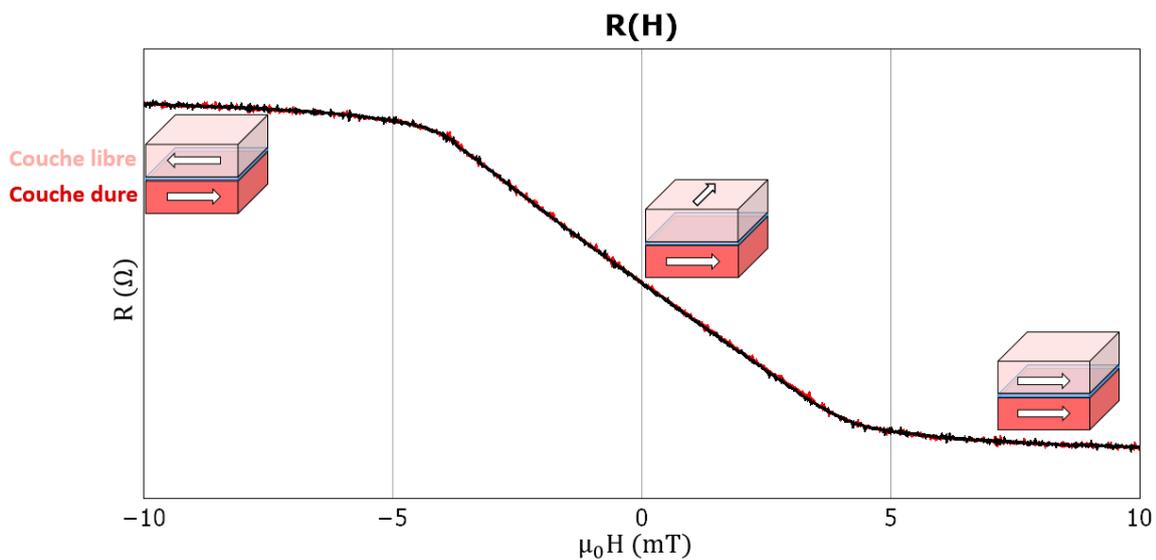


Figure 2-8 : Courbe de $R(H)$ typique d'une GMR vanne de spin avec une saturation maximale de la résistance en configuration antiparallèle et une saturation minimale en configuration parallèle. Les aimantations sont croisées perpendiculairement à champ nul.

b. Empilement GMR réel

Dans la pratique, les films GMRs sont plus complexes que les cas simples introduits précédemment. Ils sont ainsi composés d'un empilement de couches minces qui constituent l'empilement ou « stack » GMR. En effet, plusieurs couches sont nécessaires pour fixer efficacement l'aimantation de la couche dure et induire une anisotropie perpendiculaire dans la couche libre. Les différentes couches permettent de contrôler les propriétés magnétiques en travaillant sur les couplages inter-couches. L'effet GMR est présent en « couche pleine » mais les capteurs sont en pratique micro-fabriqués pour obtenir une réponse adaptée à des besoins spécifiques (résistance, sensibilité, bruit, linéarité) et permettre la prise de contacts afin d'être plus facilement intégrables dans les systèmes des applications visées.

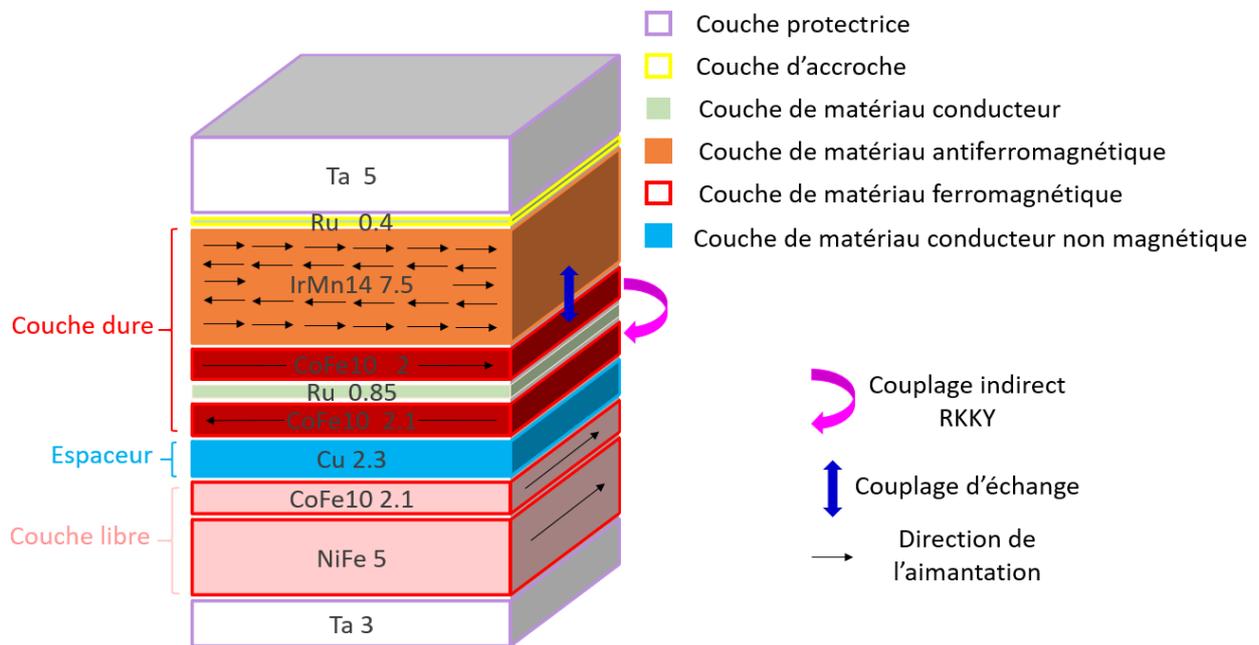


Figure 2-9 : Exemple d'empilement (ou stack) GMR « top » vanne de spin standard.

Selon le positionnement de la couche dure (également appelée couche de référence), il s'agira d'une GMR « top » (Figure 2-9), si elle est au-dessus de l'empilement, ou d'une GMR « bottom », si elle est sur le substrat, en-dessous de l'empilement. Ce choix influencera les conditions de croissance ainsi que les propriétés magnétiques de la GMR.

Une couche de protection en Ta est déposée au sommet de l'empilement et permet de lutter contre l'oxydation. Une couche de Ta est également déposée au-dessus du substrat pour servir d'accroche (Figure 2-9). Ces deux couches peuvent avoir un impact sur la qualité du capteur en influençant la croissance et en modifiant les propriétés de l'empilement.

Les couches fonctionnelles de la vanne de spin sont la couche dure, la couche libre et l'espaceur (Figure 2-9).

i. Couche dure

La couche dure a vocation à conserver sa direction d'aimantation quel que soit le champ extérieur appliqué, situé dans la gamme de champs de travail. Son aimantation est bloquée dans la direction souhaitée par différents procédés.

Dans un premier temps, un antiferromagnétique synthétique (SAF) est constitué à partir de deux couches ferromagnétiques couplées antiferromagnétiquement et séparées par une couche non magnétique conductrice (Figure 2-9) [16]. Dans ces travaux de thèse, le matériau ferromagnétique privilégié est le CoFe10, car il possède une forte polarisation en spin. Tandis que, le matériau utilisé pour l'espaceur du SAF est le Ru (le Ru possède un fort couplage RKKY (cf. II.c.iii.) et une résistivité plus faible que le Cu ce qui limite l'effet de court-circuit de la GMR). Le choix de l'épaisseur de Ru détermine le couplage antiferromagnétique via un couplage indirect de type RKKY. L'intérêt de la structure en SAF est qu'elle permet une compensation des aimantations des couches ferromagnétiques, car elles sont identiques en norme, mais opposées en signe. Il en résulte une aimantation résiduelle négligeable de la couche dure [18]. Ainsi, l'énergie Zeeman étant proportionnelle à l'aimantation, l'impact du champ sur la couche dure est faible (même si bien sûr à fort champ il est possible de « rompre » le SAF). Par ailleurs, la forme en barreau des empilements GMRs entraîne la formation de charges fictives aux extrémités responsables de champs de fuites. Cependant, la structure SAF a tendance à fermer les lignes de champ par compensation.

De plus, la direction d'aimantation de la couche dure est finalement fixée grâce à un recuit d'une heure à 300°, sous un champ de 1 T, appliqué dans la direction qui permet d'orienter le couplage d'échange à l'interface entre le CoFe supérieur du SAF et la couche de matériau antiferromagnétique adjacente (Figure 2-9), de manière à bloquer la direction globale de la couche dure [17].

ii. Couche libre

Au contraire, la couche libre a vocation à s'orienter facilement dans la direction du champ appliqué. Cependant, pour que la réponse du capteur soit linéaire et centrée autour du point de

fonctionnement, il faut qu'à champ nul la couche libre ait une direction d'aimantation orientée perpendiculairement à la direction de la couche dure. L'anisotropie de forme au sein de la couche libre peut être utilisée pour orienter son aimantation dans la direction souhaitée. Selon les propriétés magnétiques visées, la couche libre pourra être renforcée par l'ajout d'autres couches. En effet, dans le cas de l'empilement présenté (Figure 2-9) une couche de NiFe (ferromagnétique doux, sensible aux variations de champ) est associée à une couche de CoFe (ferromagnétique doux également mais plus coercitif et plus polarisé en spin) pour améliorer la sensibilité au champ. Par ailleurs, pour des applications où il est judicieux d'élargir la gamme de linéarité, la couche libre peut être légèrement piégée (Figure 2-10) grâce à une couche de matériau antiferromagnétique complétée par un antiferromagnétique synthétique (piégeage moins fort que celui de la couche dure) [19,20]. En effet, l'anisotropie de forme permet d'introduire une direction préférentielle mais ce n'est pas de façon uni axiale (deux directions possibles). Tandis qu'avec ce type de piégeage la direction préférentielle est uni axiale. La couche libre sera ainsi couplée ferromagnétiquement à une autre couche ferromagnétique séparée par un matériau conducteur non magnétique (Ru). L'épaisseur de Ru permet de contrôler la force du couplage. Pour bloquer la direction de piégeage, la couche ferromagnétique sera couplée par échange avec un matériau antiferromagnétique (PtMn ou IrMn). Cependant, il est à noter que ce type de structure diminue la sensibilité car elle induit une anisotropie importante dans la couche libre. Finalement, la direction d'aimantation est fixée par un 2^{ème} recuit (Figure 2-11) de 10 min à 300° sous un champ de 80 mT (pour ne pas influencer la couche dure) [9].

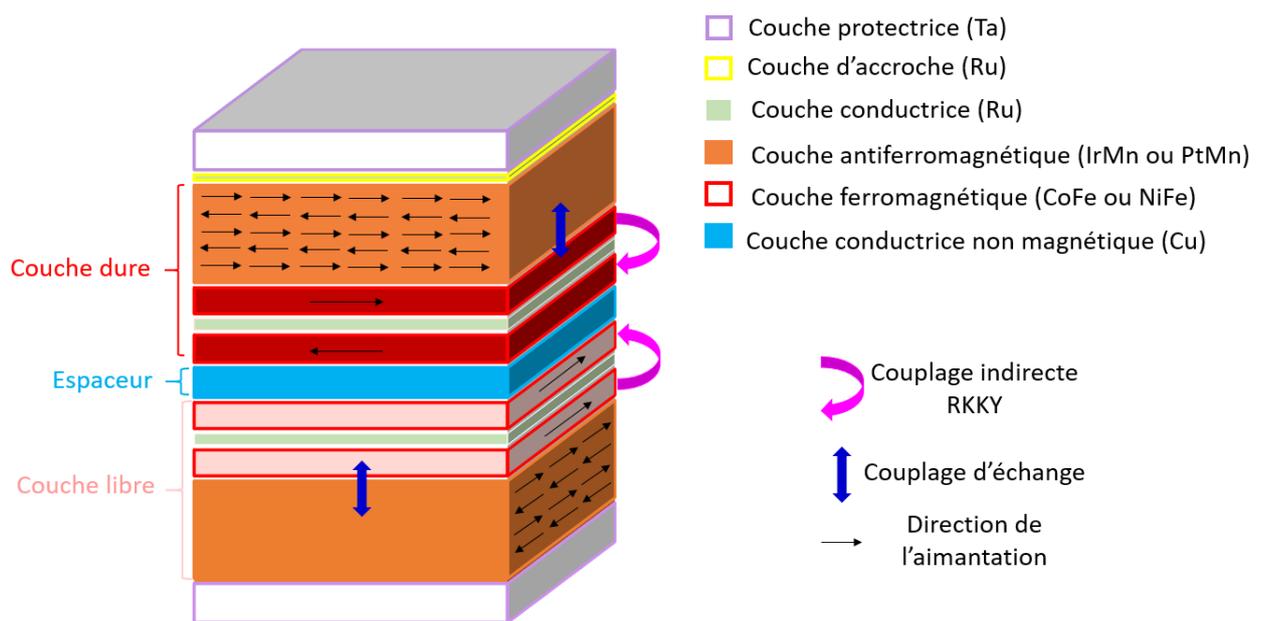


Figure 2-10 : Empilement GMR « top » avec une couche libre piégée.

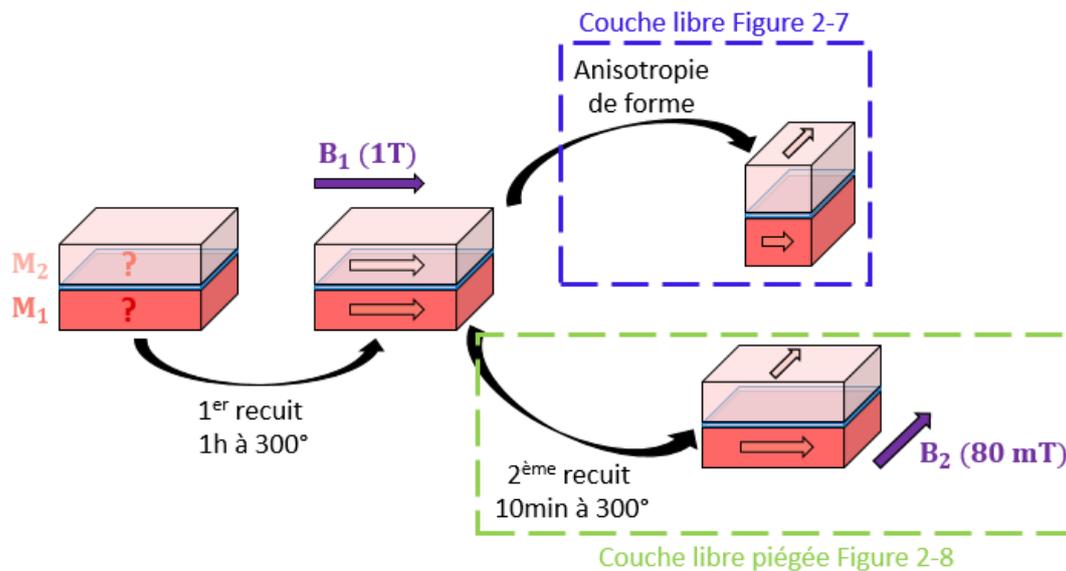


Figure 2-11 : Recuits sous champs successifs. Un premier recuit est réalisé pour fixer l'aimantation de la couche dure (rouge). La couche libre (rose) doit avoir une anisotropie perpendiculaire à champ nul, pour cela si la couche libre est piégée (Figure 2-10) un recuit est réalisé sous champ externe plus faible, sinon si la couche libre n'est pas piégée (Figure 2-9) l'anisotropie de forme d'un barreau suffit. B_1 et B_2 sont les champs externes appliqués de respectivement 1T et 80 mT.

iii. Espaceur

L'espaceur est constitué d'une couche mince (d'environ 2,5 nm) de matériau non magnétique conducteur. L'épaisseur de cette couche est choisie de sorte à permettre un couplage magnétique entre la couche dure et la couche libre suffisamment faible pour que les couches soient considérées comme indépendantes l'une de l'autre. Cependant, l'épaisseur de cette couche doit être suffisamment petite devant la longueur du libre parcours moyen des électrons afin de ne pas perturber l'effet GMR de la vanne de spin. Le matériau conserve ainsi « la cohérence du spin ». Le cuivre est un bon candidat puisque qu'à température ambiante il possède une longueur de cohérence de spin pouvant atteindre la dizaine de nanomètres [9].

Le fonctionnement d'un empilement GMR est régi par des couplages magnétiques qui pilotent le comportement des différentes couches ferromagnétiques, afin de permettre le retournement de la couche libre, proche de champ nul et de la couche dure, à fort champ (Figure 2-15).

c. Couplages magnétiques des systèmes multicouches

i. Couplage magnétostatique

La création d'inhomogénéités d'aimantation et/ou de charges fictives (dé-magnétisantes, par analogie avec l'électrostatique) dans les films minces ferromagnétiques est à l'origine de couplages magnétostatiques. Par exemple, l'accumulation de charges fictives sur les bords des couches ferromagnétiques (à aimantation planaire et aux dimensions latérales réduites) créent des pôles non compensés qui forment des dipôles magnétiques susceptibles d'entraîner un couplage magnétostatique « dipolaire » antiferromagnétique (Figure 2-12, bleu) [21]. Par ailleurs, la rugosité de l'interface couche ferromagnétique / espaceur, entraîne une inhomogénéité de l'aimantation qui crée localement des charges magnétiques générant des champs dipolaires (flèches pointillées), eux-mêmes à l'origine d'un couplage ferromagnétique ou antiferromagnétique, selon la rugosité, entre les couches (Figure 2-12, noir), c'est le couplage de Néel également connu sous le terme d'effet « peau d'orange » [22].

Finalement, il s'agit d'un couplage magnétostatique lorsque les champs de fuites créés par l'aimantation d'un film mince ferromagnétique interagissent avec les aimantations des autres films ferromagnétiques.

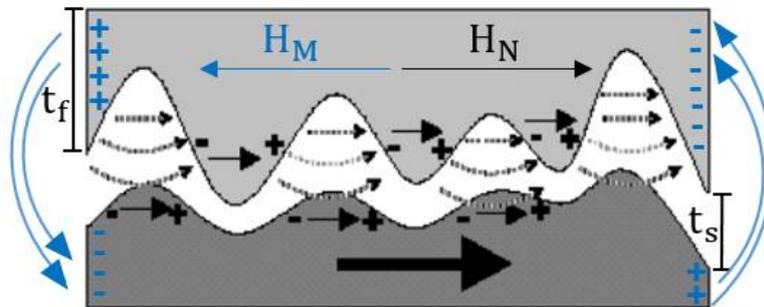


Figure 2-12 : Couplages inter-couches. Couplage magnétostatique dipolaire (en bleu) et couplage magnétostatique de Néel (en noir), H_M est le champ généré par le couplage magnétostatique dipolaire et H_N le champ généré par le couplage magnétostatique de Néel. Les phénomènes à l'interface avec l'espaceur pour la couche libre (gris clair) et la couche dure (gris foncé) sont représentés. [21,22]

ii. Couplage direct : couplage d'échange

Lorsque deux couches magnétiques sont en contact direct, un couplage tend à aligner les aimantations des deux couches parallèlement ou antiparallèlement (en fonction des matériaux), il s'agit du couplage d'échange dû à l'interaction d'échange. Il existe entre deux matériaux ferromagnétiques, mais aussi entre un matériau ferromagnétique et un antiferromagnétique.

À l'interface entre un matériau ferromagnétique (FM) et antiferromagnétique (AFM), ce couplage existe dès lors qu'il y a contact entre les deux couches de matériaux et va agir sur les spins de l'AFM situés à l'interface, pour les aligner suivant la même direction que les spins du FM et ordonner l'AFM en conséquence. Cependant, il est possible d'orienter ce couplage en plusieurs étapes. Tout d'abord, le fait de chauffer l'empilement à une température inférieure à la température de Curie T_C du FM et supérieure à la température de Néel T_N de l'AFM, va permettre de désordonner l'AFM. Dans le même temps, l'application d'un fort champ dans une direction donnée va orienter les spins du FM dans cette direction (Figure 2-13 (i)). Ensuite, après refroidissement en dessous de la température de Néel T_N de l'AFM, le couplage d'échange à l'interface va ordonner l'AFM, avec les spins situés à l'interface alignés suivant la même direction que les spins du FM (Figure 2-13 (ii)).

De plus, le fait de mettre en contact un FM et un AFM permet de bloquer la couche FM en créant une anisotropie unidirectionnelle grâce au couplage d'échange qui favorise une orientation de l'aimantation du FM correspondant à celle du champ appliqué lors du recuit. Donc, le champ nécessaire pour inverser l'aimantation de la couche devra d'abord vaincre le couplage d'échange (Figure 2-13, le cycle d'hystérésis est rectangulaire). Ainsi, un champ additionnel est à ajouter au champ permettant l'inversion d'une couche FM sans interface avec un AFM, ce qui explique le décalage du cycle d'hystérésis du FM (Figure 2-13).

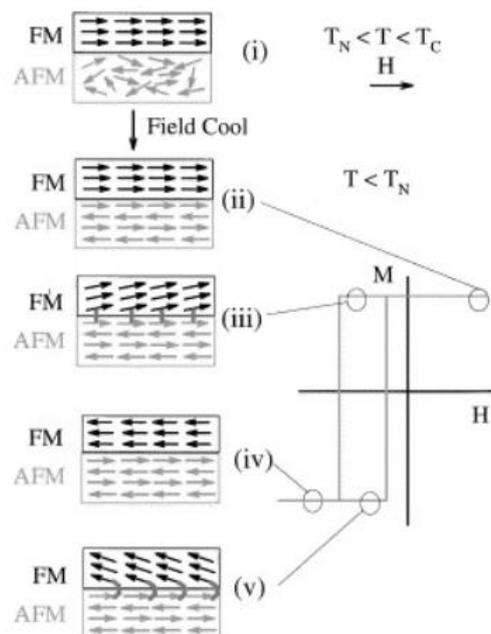


Figure 2-13 : Couplage d'échange à l'interface d'une bicouche FM – AFM à différentes étapes du cycle d'hystérésis de la couche ferromagnétique (i-v) [17].

iii. Couplage indirect : couplage RKKY

Deux couches ferromagnétiques séparées par une couche non magnétique exercent l'une sur l'autre un couplage indirect, fonction de l'épaisseur d'espaceur (t_{NM}). Ce couplage suit une variation sinusoïdale d'amplitude décroissante en fonction de t_{NM} . Ainsi, selon l'épaisseur t_{NM} , le couplage dit RKKY (Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida) favorisera alternativement un couplage ferromagnétique ou antiferromagnétique [23,24] (Figure 2-14). L'épaisseur d'espaceur constitue donc un paramètre crucial dans le développement des capteurs GMRs.

Le couplage des couches ferromagnétique se fait via les électrons de conduction. Le risque de spin-flip augmente avec l'épaisseur t_{NM} . En effet, les électrons de conduction ont d'autant plus de chance de rencontrer un défaut quand l'épaisseur augmente, ce qui explique la diminution de l'amplitude du couplage avec l'augmentation de l'épaisseur.

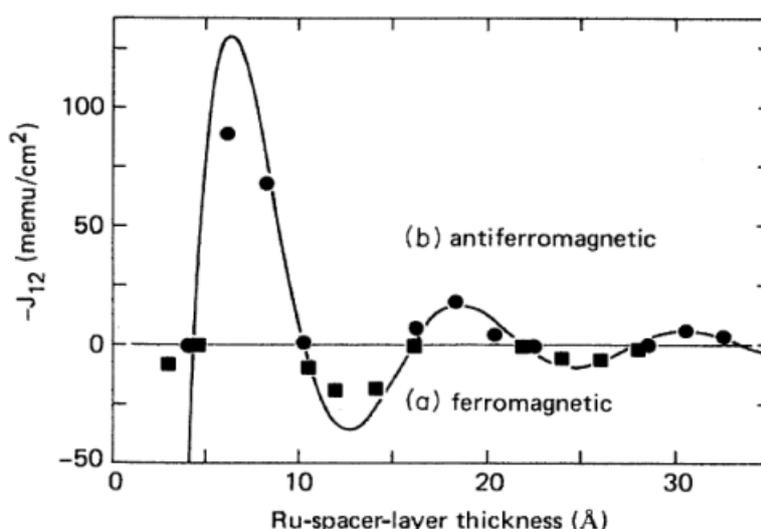


Figure 2-14 : Valeur du couplage RKKY entre deux couches ferromagnétiques (de $Ni_{80}Co_{20}$) en fonction de l'épaisseur de la couche d'espaceur t_{NM} (Ru) [25].

Finalement, les différentes étapes de retournement de la couche libre et de la couche dure sont régies par les couplages magnétiques des systèmes multicouches présentés. Ils sont observables sur la courbe de la réponse complète d'une GMR vanne de spin, consécutive à l'application d'un champ extérieur élevé, appelée « cycle majeur » (Figure 2-15).

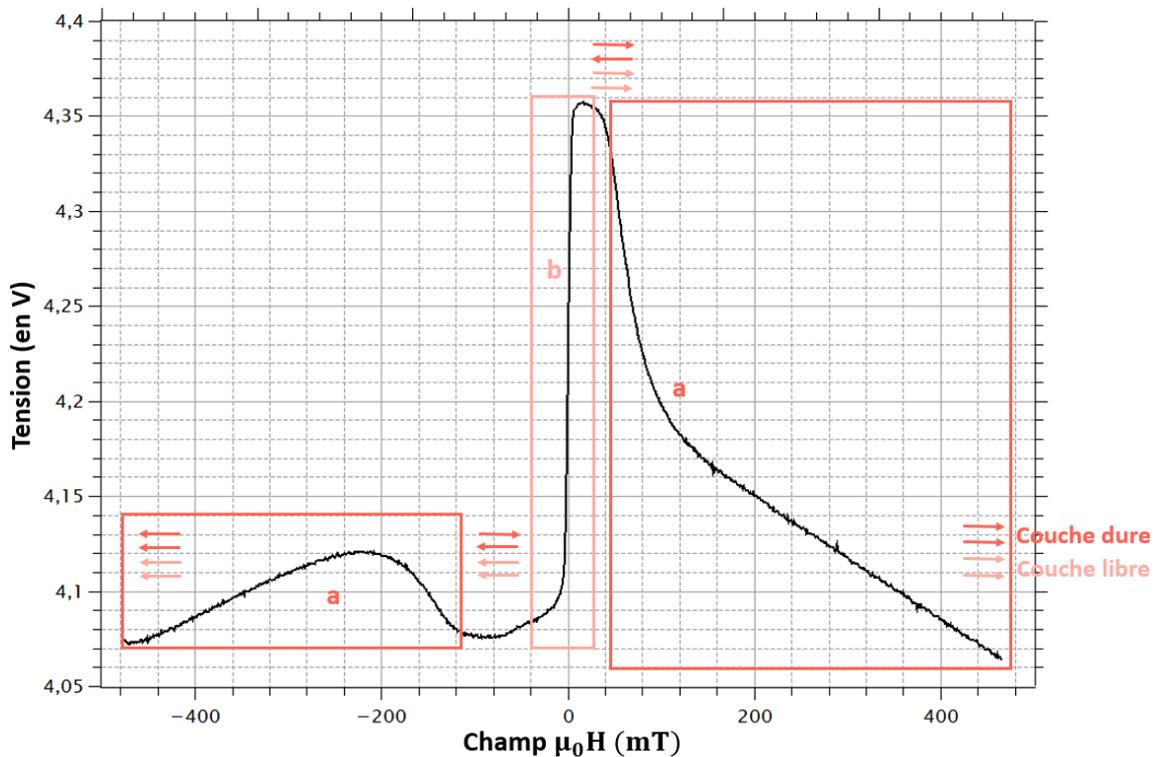


Figure 2-15 : Cycle majeur : réponse complète d'une GMR vanne de spin (du type de celle représenté en figure 2-9) sous l'application d'un champ extérieur dans l'intervalle $[-470 ; 470]$ mT. On mesure la tension (en Volts) en fonction du champ appliqué. Les flèches correspondent aux couches ferromagnétiques de l'empilement (type Figure 2-9), avec du dans le même ordre du bas vers le haut : en rose celles de la couche libre (NiFe[5nm] et CoFe10[2.1nm]) et en rouge celles de la couche dure (CoFe10[2.1nm] et CoFe10[2nm]). Les zones notées (a) correspondent au moment où le SAF de la couche dure se brise à fort champ et où les aimantations des couches ferromagnétiques se retrouvent alignées sous l'effet de l'énergie Zeeman qui devient prépondérante devant le couplage RKKY. La pente autour de champ nul notée (b) correspond au retournement de la couche libre. Le cycle complet balayant de fort champs, observé ici, est appelé « cycle majeur » alors que le cycle balayant des champs faibles de la zone b est appelé « cycle mineur ». Il s'agit du cycle représenté en figure 2-8 qui est le plus souvent mesuré pour étudier les performances des capteurs GMRs.

La courbe du cycle majeur (Figure 2-15) décrit trois étapes. Proche de champ nul, nous retrouvons le cycle mineur qui illustre la réponse du capteur et qui correspond au retournement de la couche libre (flèches roses). À fort champ positif, nous observons la brisure du SAF de la couche dure et les aimantations des couches ferromagnétiques se retrouvent alignées sous l'effet de l'énergie Zeeman qui devient prépondérante devant le couplage RKKY (flèches rouges). De même, à fort champ négatif, mais dans la direction opposée.

III. Micro-fabrication d'un capteur magnéto-résistif

Une fois l'empilement GMR choisi, les couches sont déposées par pulvérisation cathodique sur des wafers en silicium (Figure 2-17) avec 500 nm d'oxyde de silicium isolant thermique, puis traitées en salle blanche par une succession de lithographie UV, de dépôts et de gravures, pour obtenir des puces GMRs (Figure 2-16).

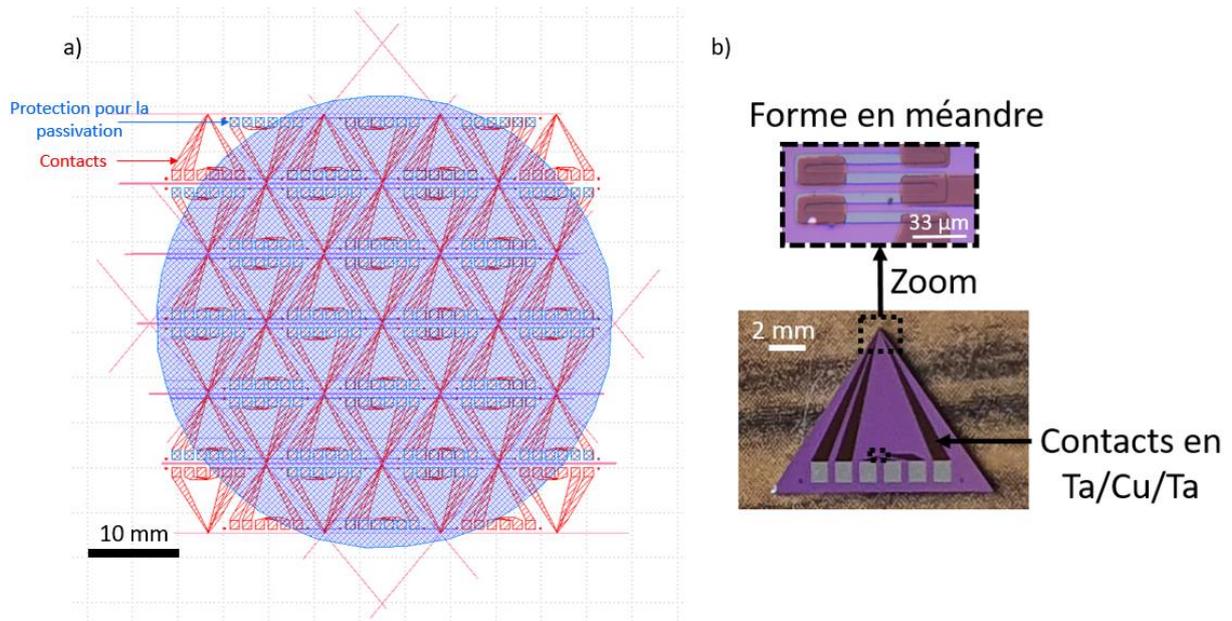


Figure 2-16 : (a) Masque KLayout de la lithographie UV superposant les motifs pour les différentes étapes de lithographie (motifs GMRs (Figure 2-19), contacts (Figure 2-20) et passivation (Figure 2-21), avec de nombreuses puces sur un wafer 2'' (cercle bleu), qui est la taille typiquement utilisée. (b) Résultat d'un processus de micro fabrication de GMR avec la puce en bas et le zoom sur le méandre GMR en haut.

Les étapes de micro-fabrication mises en œuvre pour réaliser les puces GMRs utilisées au cours de cette thèse sont résumées dans la figure suivante (Figure 2-17).

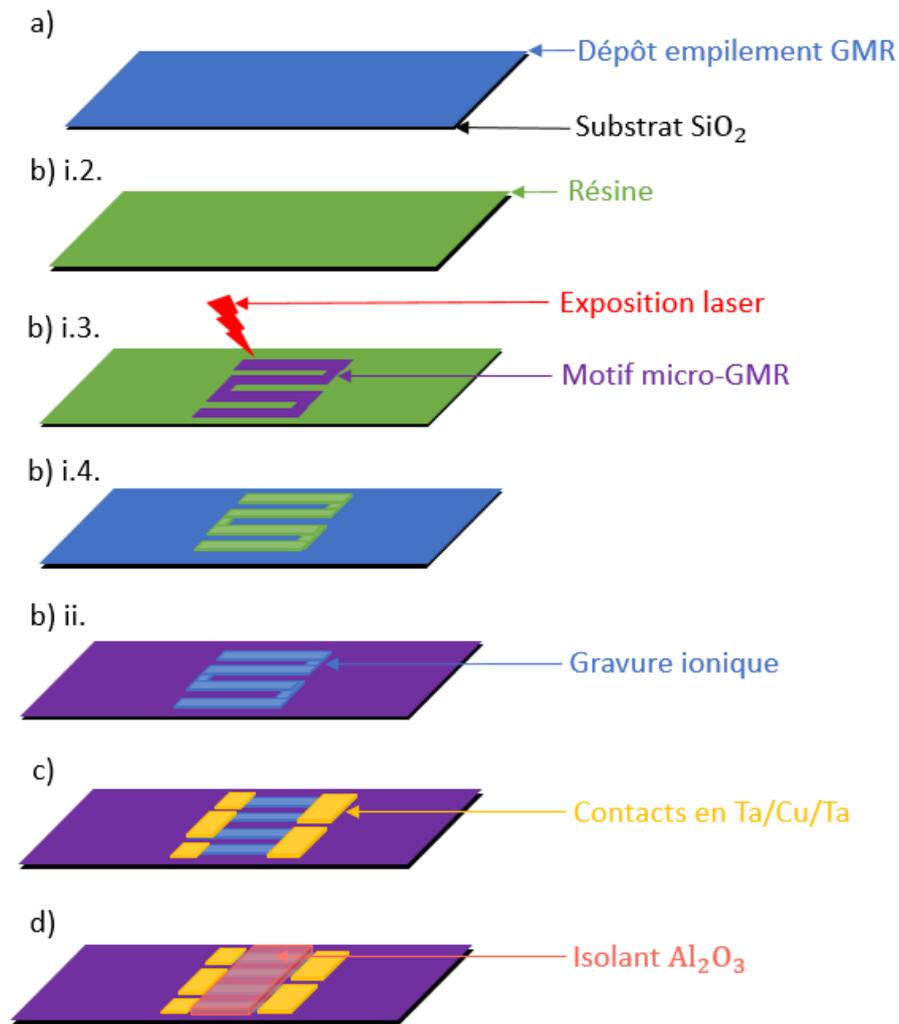


Figure 2-17 : Récapitulatif des étapes de micro-fabrication présentées dans cette partie, la numérotation fait référence au paragraphe associé à l'étape. a) Dépôt de l'empilement GMR par pulvérisation cathodique. b) i.2. Enrésinement avant la lithographie optique. b) i.3. Exposition laser des motifs GMRs par lithographie optique. b) i.4. Développement des motifs GMRs. b) ii. Gravure des motifs GMRs par gravure ionique (IBE) (Masque Figure 2-19). c) Dépôt des contacts (pulvérisation cathodique) (Masque Figure 2-20). d) Passivation (dépôt d'isolant par pulvérisation cathodique) (Masque Figure 2-21).

a. Dépôt par pulvérisation cathodique

La méthode de dépôt par pulvérisation cathodique (sputtering) repose sur le fait d'arracher les particules d'une cathode dans une atmosphère dite raréfiée, c'est-à-dire contenant un gaz à très basse pression (typiquement de l'argon) pour venir les déposer sur une anode sur laquelle le substrat est placé (Figure 2-18). La cathode est constituée de la cible et l'anode du substrat. En

appliquant une différence de potentiel suffisante entre les deux électrodes placées sous vide, une décharge électrique est produite et permet la création d'un plasma constitué de particules chargées et neutres. La différence de potentiel génère un champ électrique induisant un mouvement des particules chargées du plasma (ions Ar^+) qui entrent en collision avec les atomes de la cible qui se retrouvent alors pulvérisés dans toutes les directions et vont pouvoir se condenser et se déposer au niveau du substrat, sur des profondeurs d'une à deux couches atomiques (une légère inter-diffusion est possible aux interfaces en raison de l'énergie importante des atomes qui arrivent sur le substrat). Les électrons secondaires émis par la cible permettent d'entretenir le plasma pendant toute la durée du dépôt. La pulvérisation cathodique permet d'obtenir généralement une meilleure adhésion au substrat (grâce à l'inter-diffusion) que l'évaporation et permettent de déposer différents matériaux, notamment des isolants (même si cela dépend du buffer).

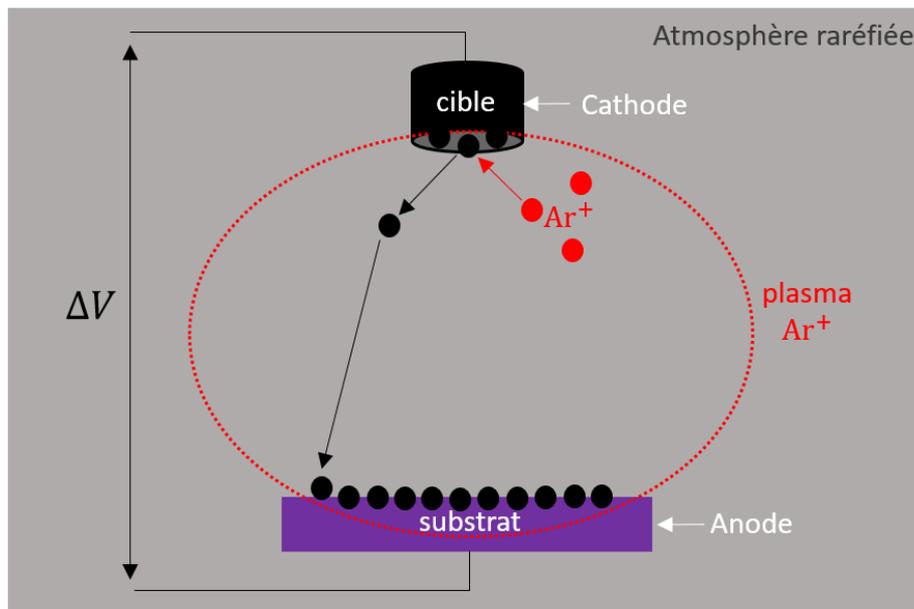


Figure 2-18 : Principe de la pulvérisation cathodique. Les ions Ar^+ du plasma (en rouge) vont arracher les atomes de la cible (en noir) qui seront ensuite éjectés en direction du substrat et déposés à sa surface.

La machine utilisée au laboratoire pour ce type de dépôt est la Rotaris (Singulus Technologies). Le contrôle in-situ de la pression, de la vitesse de dépôt et des conditions de dépôt permet de garantir une précision atomique (les couches déposées sont de quelques nm) dans les épaisseurs des couches déposées, ainsi que l'homogénéité des dépôts sur des surfaces allant jusqu'à une dimension de 8''.

b. Motifs micro-GMRs

i. Lithographie optique

Le processus de lithographie optique permet de transférer les motifs avec une résolution micrométrique d'un masque sur un échantillon, par insolation et développement d'une résine photosensible. Ce procédé se décompose en plusieurs étapes.

1. Nettoyage

Cette étape consiste à préparer l'échantillon, dans l'objectif de maximiser l'adhésion de la résine photosensible. Il s'agit de nettoyer l'échantillon dans un bain d'acétone, puis d'isopropanol, tous deux soumis à des ultrasons et chauffés à 50° pour retirer les poussières et impuretés potentiellement présentes à la surface de l'échantillon.

2. Enrésinement

L'échantillon est positionné sur une tournette, recouvert de quelques gouttes d'une résine photosensible (polymère liquide), mise en rotation pour répartir la résine de façon uniforme sur la surface. La vitesse de rotation est calculée pour obtenir une certaine épaisseur souhaitée (1.3µm pour la résine S1813 @ 4000rpm). La résine est choisie en fonction de l'épaisseur et de la résolution visée pour le motif, ainsi que de son type (positive ou négative). Des résines différentes peuvent être utilisées pour les motifs GMRs et pour les contacts. Pour les motifs GMRs, il est préférable d'avoir une précision importante donc la résine S1813 (Shipley) est un bon choix (Figure 2-17 (ii.1.b.)). L'enrésinement de l'échantillon se termine par un recuit 3 min à 110°, ce qui permet l'évaporation du solvant et le durcissement de la résine.

3. Exposition

Les capteurs GMRs développés pour les sonde 3D sont fabriqués par lithographie laser (µMLA par Heidelberg instruments) (Figure 2-17 (ii.1.c.)). Avec cette technique, il est facile de changer le masque et de l'adapter aux besoins spécifiques de l'étude à chaque nouvelle fabrication. L'alignement se fait via le logiciel et utilise les croix d'alignement présentes sur le masque. Le motif (Figure 2-19) est ensuite transféré par insolation laser sur l'échantillon lors de l'exposition par balayage laser de toute la surface (méthode séquentielle) avec une dose de 115 mJ/cm². Par ailleurs, il est également possible d'utiliser de la lithographie UV qui nécessite un masque physique et utilise une méthode parallèle où toute la surface est exposée en même temps à travers le masque. Cette technique est donc plus rapide, en revanche elle est également

moins flexible (masque physique et non numérique). Une couche de chrome est déposée sur le substrat en quartz pour définir les parties soumises à insolation pendant l'exposition. Pour les masques physiques, un aligneur de type MJB4 réalise le positionnement, la mise en contact du masque et de l'échantillon. Le positionnement de l'échantillon par rapport au masque peut être ajusté suivant trois axes $[x,y,\theta]$. Ensuite, l'aligneur irradie l'échantillon à une longueur d'onde de 365 nm et une énergie de 10 mJ/cm² et définit le motif par insolation.

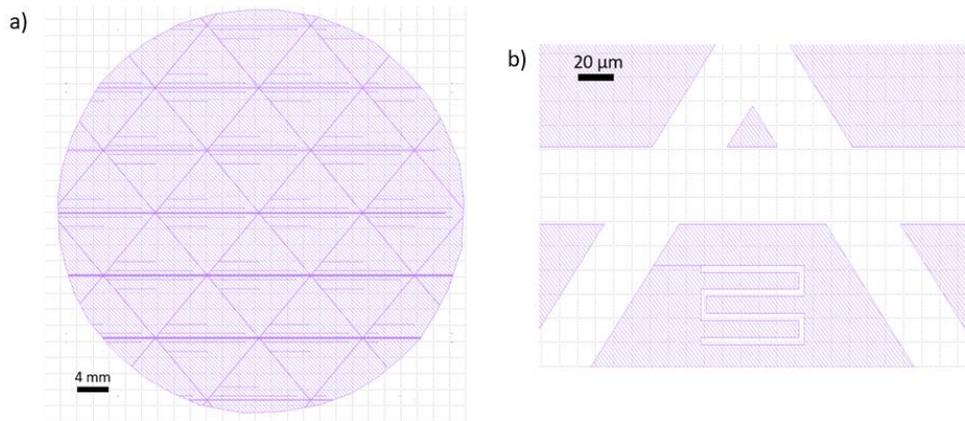


Figure 2-19 : Masque KLayout de la première lithographie correspondant à l'impression des motifs GMRs. (a) Vue globale du masque. (b) Zoom sur la pointe d'une puce avec un motif GMR en méandre.

4. Développement des motifs

La résine est ensuite développée par immersion dans un développeur basique (MF319) pendant environ 45 secondes. La résine utilisée étant positive, cela permet de retirer la résine insolée pour faire apparaître le motif (Figure 2-17 (ii.1.d.)). Ensuite, l'échantillon est plongé dans un bain d'eau dé-ionisée puis recuit pendant une minute à 110° pour fixer la résine non-insolée.

ii. Gravure ionique (Ion Beam Etching : IBE)

La gravure ionique attaque physiquement le substrat qui est placé au niveau de la cathode. Les ions Ar⁺ sont accélérés sur le substrat afin d'éjecter les atomes et réaliser la gravure. L'énergie des espèces ioniques contenues dans le plasma doit rester comprise entre 100 eV et 500 eV pour éviter le risque de dopage (implantation ionique dans l'échantillon). Le mouvement des ions doit être balistique (pour faciliter le lift de la résine et augmenter la vitesse de dépôt) vers l'échantillon (en ligne droite), c'est pour cela qu'il est important de travailler à basse pression (10⁻⁴ mbar). Ce procédé offre une faible sélection chimique puisqu'elle est uniquement « physique » par collision. La gravure peut être suivie par un SIMS (Secondary Ion Mass

Spectrometer), qui permet de suivre les espèces gravées, notamment lors de la gravure de l'espaceur isolant d'une TMR, où l'on recherche à s'arrêter juste après la barrière isolante, avant la couche inférieure, une précision inférieure au nm est donc nécessaire. Pour les motifs GMRs la gravure IBE dure environ 10 min (Figure 2-17 (ii.2.)) à 45° (angle optimisant vitesse de gravure et de dépôt), sous rotation pour homogénéiser la gravure sur l'échantillon et sans refroidissement. Pour des gravures plus longues, des pauses pour refroidir son nécessaire afin de ne pas détériorer la résine.

iii. Nettoyage de la résine

Le nettoyage de la résine consiste à plonger l'échantillon dans un bain d'acétone chauffé et soumis à des ultrasons. Cette dernière étape permet d'éliminer l'excédent de résine pour laisser apparaître les motifs GMRs finaux.

c. Dépôt des contacts

i. Lithographie optique

La première étape du dépôt des contacts est une lithographie optique, suivant le même procédé que pour les motifs GMRs (nettoyage, enrésinement, exposition et développement), mais avec un autre masque (Figure 2-20).

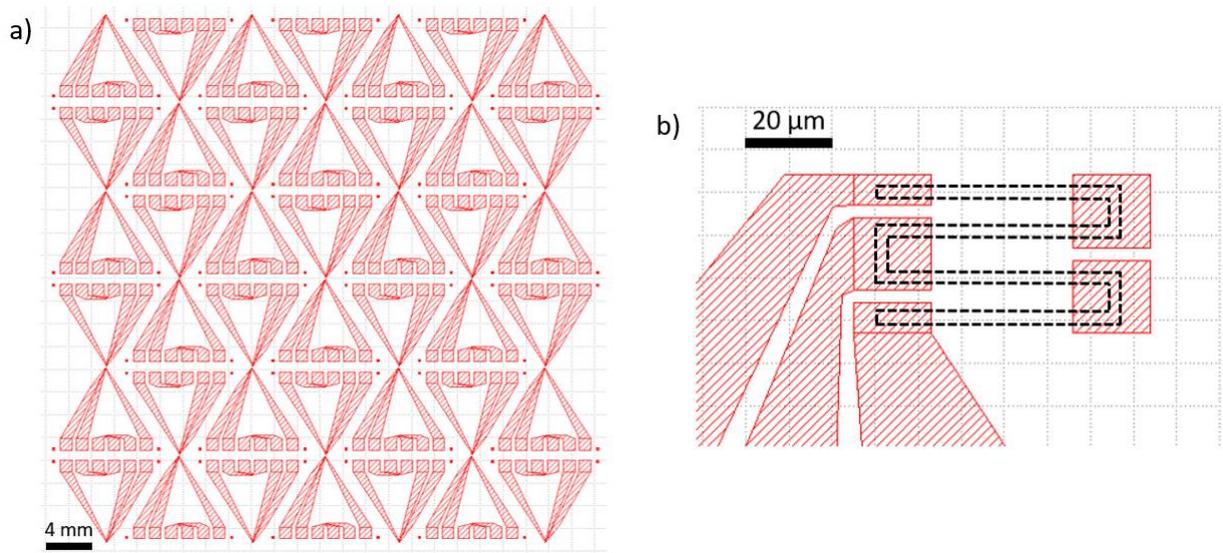


Figure 2-20 : Masque KLayout de la deuxième lithographie correspondant au dépôt des contacts. (a) Vue globale du masque. (b) Zoom sur la pointe d'une puce avec la position de la GMR est figurée en trait noir pointillée.

ii. Pré-gravure

Une étape de pré-gravure ionique in situ (dans le même bâti que les dépôts) est réalisée pour nettoyer l'échantillon des poussières, impuretés et restes de résines potentiels dans le fond des motifs (30 secondes, 90 W, ~7 mA, 10^{-4} mbar). Cette pré-gravure in situ se substitue à l'utilisation d'un plasma O₂ pour nettoyer le fond des motifs.

iii. Pulvérisation cathodique

Les contacts métalliques en Tantale/Cuivre/Tantale (environ 140nm au total) sont déposés par pulvérisation cathodique (Figure 2-18 et Figure 2-17 (iii.)).

iv. Nettoyage de la résine

L'échantillon est à nouveau plongé dans un bain d'acétone chauffé et soumis à des ultrasons afin d'éliminer l'excédent de résine pour laisser apparaître les motifs des contacts.

d. Passivation

La passivation permet de protéger de l'oxydation les motifs GMRs et les contacts déposés dans les étapes précédentes. Pour cela, une couche d'isolant est déposée par évaporation.

i. Lithographie optique

Une lithographie optique est réalisée avec un masque recouvrant l'intégralité du wafer, excepté les contacts (Figure 2-21).

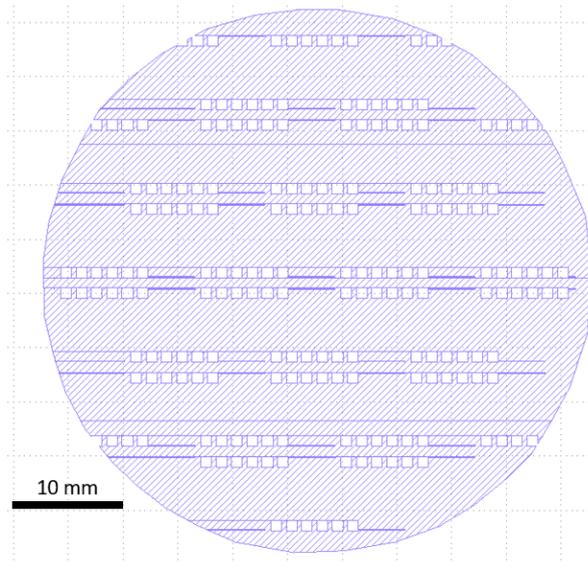


Figure 2-21 : Vue globale du masque KLayout de la troisième lithographie correspondant à l'étape de passivation.

ii. Dépôt d'isolant

1. Pré-gravure

Une étape de pré-gravure est réalisée pour nettoyer l'échantillon des poussières, impuretés et restes de résines potentiels dans le fond des motifs (30 secondes, 90 W, ~7 mA, 10^{-4} mbar). Cette pré-gravure in situ se substitue à l'utilisation d'un plasma O₂ pour nettoyer la surface de la GMR.

2. Pulvérisation cathodique Al₂O₃

L'isolant (Al₂O₃) est déposé suivant le même principe énoncé précédemment (30min) (Figure 2-15 (iii.)).

iii. Nettoyage de la résine

L'échantillon est à nouveau plongé dans un bain d'acétone chauffé et soumis à des ultrasons afin d'éliminer l'excédent de résine pour laisser apparaître les motifs de protection des GMRs et des contacts (à l'exception des contacts qui seront reliés à l'électronique).

IV. Caractérisation des capteurs GMRs

Un capteur GMR se caractérise par sa réponse résistive à l'application d'un champ magnétique extérieur. Le capteur est ainsi positionné au centre d'un champ uniforme créé par deux bobines de Helmholtz pour être caractérisé. Les bobines de Helmholtz sont des solénoïdes alignés selon le même axe et séparés d'une distance choisie par rapport à leur rayon de sorte à être du même ordre de grandeur. La position du capteur au centre des bobines, compte tenu du caractère uniforme du champ appliqué, aura une influence négligeable sur la mesure si elle est sujet à de petites variations de position. Le champ appliqué balaye un intervalle de valeurs (de quelques mT) réparties autour de zéro, dans un sens (des valeurs négatives vers les positives), puis dans l'autre. Cette mesure permet d'observer la réponse linéaire du capteur, ainsi que les états de saturation parallèle et antiparallèle (Figure 2-8).

a. Mesure R(H)

i. Dispositif de mesure

Le dispositif de mesure utilisé est constitué de bobines de Helmholtz, d'une source de courant Kepco pour la création du champ, des capteurs GMRs disposés au centre, d'une alimentation de courant bas bruit dédiée (Keithley), d'un Stanford pour l'amplification et le filtrage passe-bas, d'une carte d'acquisition et d'un ordinateur. L'expérience est pilotée grâce à un logiciel de pilotage (Lazarus) sur ordinateur.

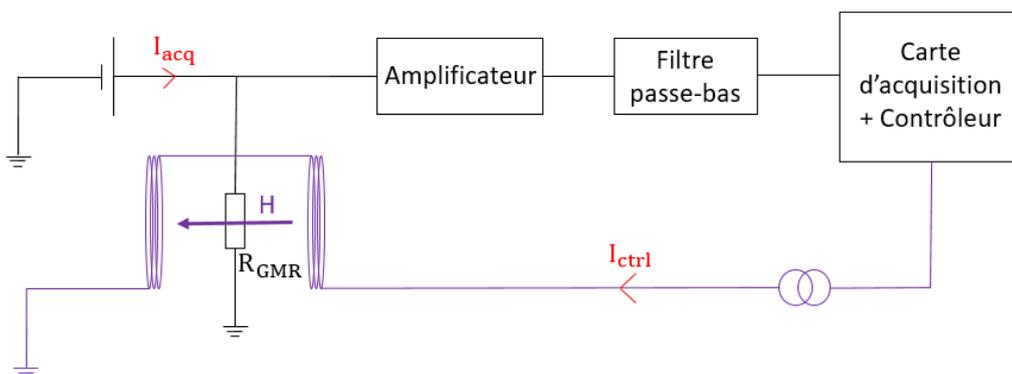


Figure 2-22 : Schéma électronique de la mesure de $R(H)$. Les deux chaînes de mesures sont représentées. La chaîne d'acquisition du signal de la GMR (en noir), amplifié d'un gain entre 1 et 20 puis filtré en passe-bas à

quelques dizaines de Hz pour supprimer la composante secteur à 50 Hz. La chaîne de contrôle du champ généré par les bobines de Helmholtz (en bleu) [9].

ii. Evaluation des performances (grandeurs standards)

L'évaluation des performances d'un système de mesure fait l'objet d'une nomenclature internationale précise en métrologie, énoncée dans l'International Vocabulary of Metrology [26]. Les grandeurs standards définies permettent d'évaluer la qualité d'un dispositif de mesure au regard de l'application visée (Figure 2-23).

Grandeurs standards	Définitions	Schémas	
		faible	élevée
Gamme de fonctionnement ou dynamique de mesure	Différence des valeurs extrêmes mesurables par le capteur. Donne un intervalle de valeurs mesurables.		
Résolution ou limite de détection	La plus faible valeur mesurable par le capteur.		
Sensibilité	La plus faible variation de signal mesurable par le capteur.		
Justesse	La capacité d'une mesure à fournir une valeur mesurée proche de la valeur réelle.		
Fidélité	La capacité d'une mesure à donner le même résultat dans des conditions similaires.	Mesure n°1 Mesure n°2	Mesure n°1 Mesure n°2

Figure 2-23 : Tableau récapitulatif des définitions des grandeurs standards. Les schémas à gauche représentent les mesures attendues pour une certaine configuration, sachant que la mesure typique attendue en conditions optimales est celle représentée pour une sensibilité élevée. Les couleurs symbolisent des valeurs allant de la plus faible (claire) à la plus élevée (foncée).

Des précisions sont à faire concernant les mesures avec des capteurs GMRs, notamment la gamme de fonctionnement fait référence à la gamme de linéarité, la résolution spatiale est la plus faible distance permettant de séparer deux points sur l'image de la mesure (dans le cadre d'une cartographie), la limite de détection désigne la plus faible valeur de champ mesurable et la sensibilité correspond à la pente autour du point de fonctionnement (0 mT) dans la courbe de la résistance en fonction de la variation du champ appliqué.

iii. Grandeurs caractéristiques

L'ensemble des grandeurs caractéristiques de l'étude de la réponse magnétique des capteurs à magnétorésistance géante est déterminé grâce à une mesure RH, typiquement la figure (2-24).

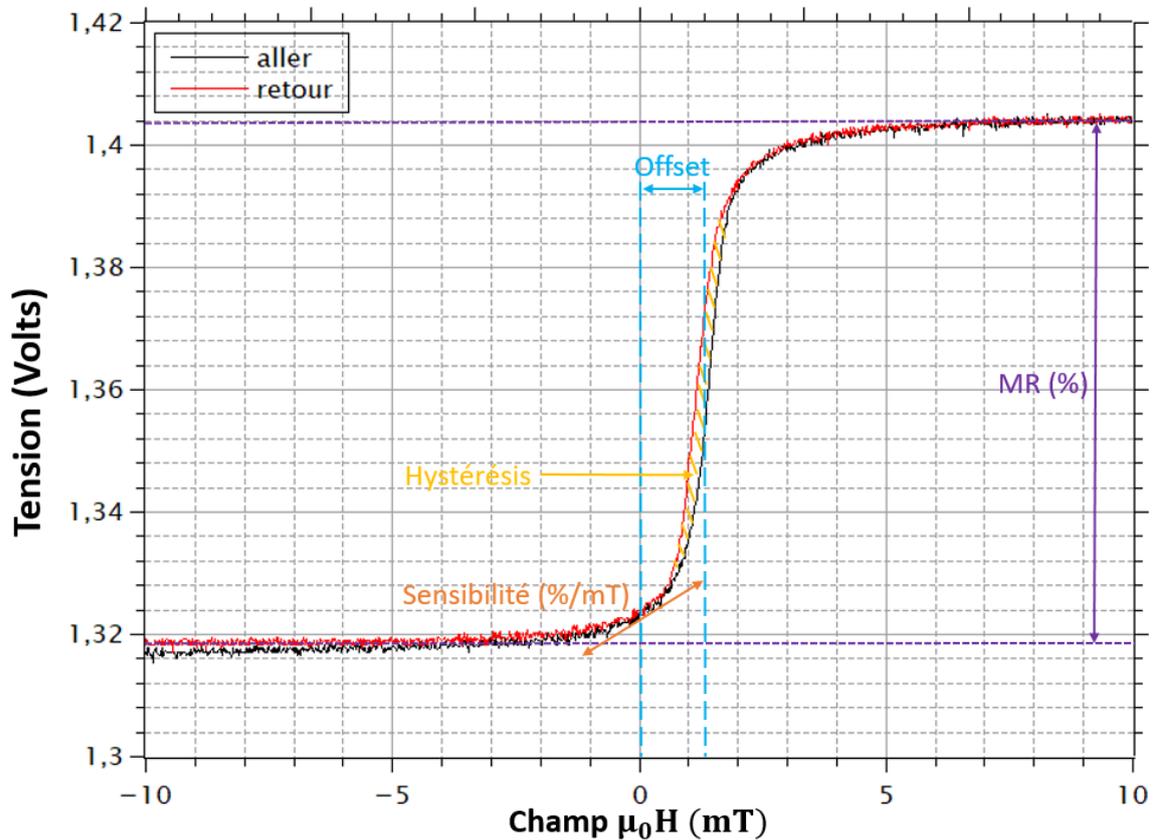


Figure 2-24 : $R(H)$ et grandeurs standards (ici il s'agit plus exactement d'une mesure de la tension en fonction du champ, mais les deux sont utilisées comme référence au même titre à un facteur $\times I$ ou $\times 1/I$ près, avec I le courant). Le courant appliqué est de 0,5 mA. La tension représentée en ordonnée est le résultat d'une amplification de $\times 5$. Le capteur mesuré ici est une GMR sous la forme d'un yoke (cf V.) d'une largeur de $5 \mu\text{m}$, tel que : $MR = 6,34 \%$; $Offset = 1,3 \text{ mT}$; $Sensibilité = 0,5 \%/mT$; $Hystérésis = 0,24 \text{ mT}$.
Remarque : l'oscillation observée est due au bruit de la mesure, il aurait fallu par exemple légèrement augmenter la valeur de courant, du gain ou du filtre pour le diminuer.

1. Magnétorésistance (MR)

Le principal outil de quantification de l'intensité de l'effet de magnétorésistance géante est le calcul de la magnétorésistance (MR). Cette grandeur exprimée en pourcentage décrit l'écart de résistance entre les deux états de saturation, parallèle et antiparallèle, normalisé par la valeur de la résistance mesurée à champ nul. Ainsi, la MR est donnée par l'expression :

$$MR = \frac{R_{\uparrow\downarrow} - R_{\uparrow\uparrow}}{R_{@0T}} \quad (IV-1)$$

En moyenne, les valeurs de MR des capteurs GMRs sont comprises entre 5 et 10%.

Pour les TMR, la différence de résistances est, en général, normalisée par la résistance à l'état de saturation en configuration parallèle.

2. Calcul de la sensibilité

La sensibilité se détermine en prenant la pente autour de champ nul de la courbe de la résistance en fonction du champ appliqué. Pour cela, il convient de réaliser une approximation linéaire de la courbe sur cet intervalle et d'en calculer la pente, typiquement entre -2 et 2Oe, qui correspond à l'intervalle de fonctionnement des GMRs, puisque les champs à détecter sont faibles. Par ailleurs, la sensibilité est une grandeur locale qu'il est possible de calculer en tout point de la courbe, suivant l'expression :

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

Dans le cas où la courbe de R(H) présente un offset (décalage de courbe) significatif, la gamme de linéarité peut se trouver en dehors de la zone de fonctionnement définie pour l'étude. Ainsi, le capteur ne présentera pas de réponse dans les conditions de mesures définies, du moins il ne présentera pas ça réponse optimale. Cependant, il est possible d'approximer la sensibilité sur la gamme de linéarité située dans l'intervalle $H \in [H_1, H_2]$, en utilisant la formule suivante :

$$S(\%/mT) = \frac{2 \cdot 100}{R_1 + R_2} \cdot \frac{R_2 - R_1}{\mu_0 (H_2 - H_1)} \quad (IV-3)$$

La sensibilité d'une GMR est en moyenne comprise entre 1 et 2 %/mT. Concernant les TMR elle peut aller jusqu'à 30 %/mT.

3. Hystérésis

L'hystérésis désigne l'ouverture entre la courbe de R(H) aller (des champs négatifs vers les positifs) et la courbe retour (champs positifs vers négatifs). La création et le déplacement de domaines ont tendance à arrondir les cycles d'hystérésis. Tandis que, l'anisotropie magnéto-cristalline est la principale source de création d'une ouverture de cycle hystérétique, viennent ensuite les autres sources d'anisotropie, telle que l'anisotropie de forme. Par ailleurs, des sauts de type hystérétiques peuvent apparaître au niveau du cycle, dus à la création de domaines responsables du saut et du blocage de l'aimantation dans des états intermédiaires. Un

éloignement de la direction d'aimantation de la couche dure de son axe référence, qui désoriente le couplage d'échange, peut également créer une hystérésis, suite par exemple à un pulse de courant ou à une décharge électrostatique.

Le comportement d'un capteur GMR dépend de son histoire magnétique. Ainsi, l'hystérésis peut avoir des conséquences sur la sensibilité du capteur en fonction de son histoire magnétique. Elle peut également avoir un impact sur le bruit magnétique. L'hystérésis est un paramètre clé pour déterminer la fiabilité d'un capteur et renseigne ainsi sur sa fidélité (Figure 2-23) [27].

4. Offset

L'offset désigne le décalage de la courbe de $R(H)$ par rapport à l'origine. Cet effet trouve son origine essentiellement dans les couplages inter-couches à l'intérieur de l'empilement GMR. Les couplages indirects (par exemple le couplage magnétostatique de type « peau d'orange » entre les deux couches de CoFe autour du Cu (Figure 2-9)) peuvent également créer un offset en décompensant l'empilement, de même que le couplage RKKY. La présence d'un offset peut complètement remettre en question les performances d'un capteur. En effet, en décalant la courbe, l'offset décale la zone de linéarité et ainsi la zone de fonctionnement du capteur, par rapport à la zone de fonctionnement de l'étude. La zone de fonctionnement est définie à quelques Oe autour de zéro champ pour être dans les conditions d'une mesure à température ambiante. Pour les capteurs très sensibles où la gamme de linéarité est très faible, un décalage de quelques Oe peut suffire à les rendre inexploitable.

iv. Mesures caractéristiques

Les capteurs GMRs sont développés pour avoir une sensibilité maximale dans la direction parallèle à la direction de l'aimantation de la couche dure et une sensibilité la plus faible possible dans la direction perpendiculaire. Ainsi, ces deux mesures sont à réaliser pour caractériser les performances.

1. Dans le plan à 0°

La mesure dans le plan à 0° a pour objectif de mesurer les performances du capteur en conditions optimales, c'est-à-dire avec un champ H appliqué dans une direction parallèle à celle de l'axe de sensibilité du capteur (Figure 2-25) et une puce inscrite dans le plan horizontal.

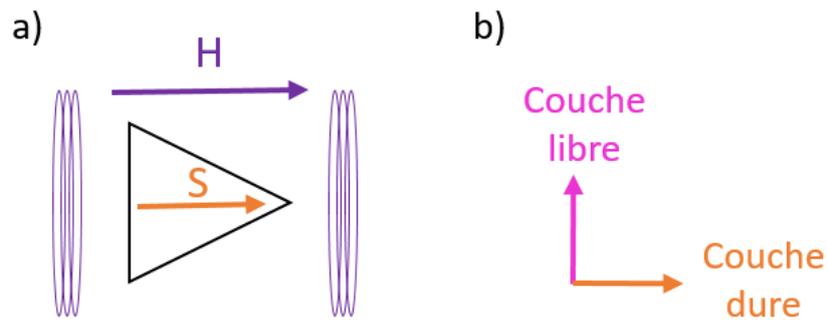


Figure 2-25 : Schéma du positionnement du capteur entre les bobines de Helmholtz (en regardant le support de la sonde 3D par le haut) pour la mesure à 0° , en (a). Le triangle représente la puce contenant les GMRs. La flèche violette représente la direction du champ appliqué. La flèche orange représente la direction de sensibilité du capteur. Les directions associées pour la couche dure et de la couche libre sont représentées en (b).

Dans le cas idéal, cette mesure est supposée donner une courbe de $R(H)$ centrée autour de zéro champ (sans offset), sans hystérésis, avec une MR de l'ordre de [6-7] % et une sensibilité de quelques %/mT (Figure 2-26).

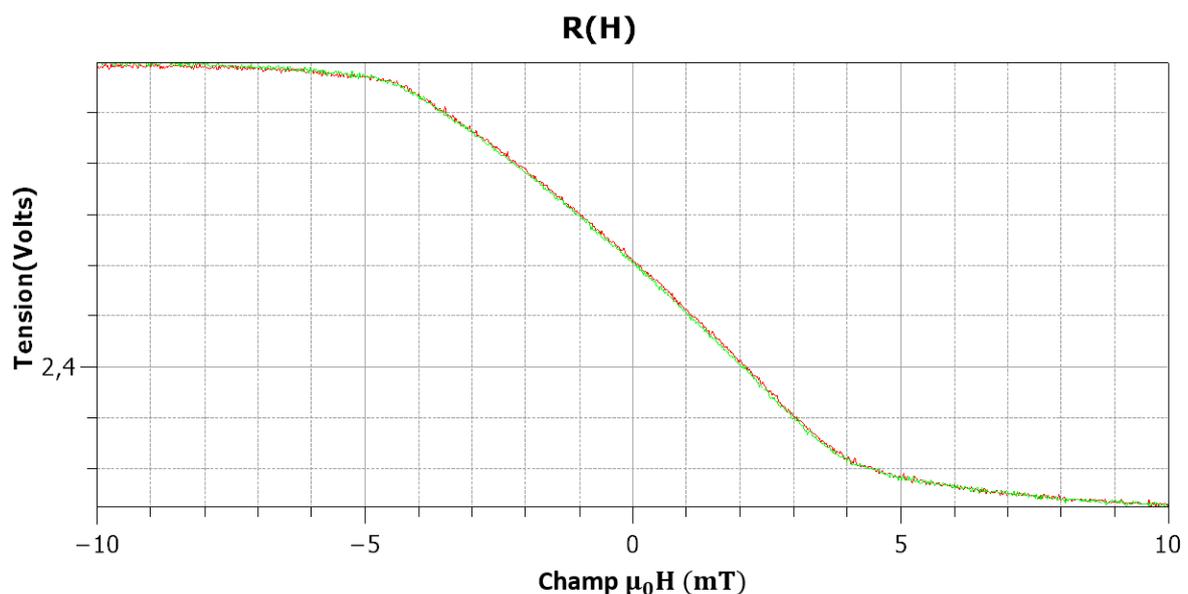


Figure 2-26 : Courbe de la tension aux bornes de la GMR en fonction du champ appliqué avec un courant appliqué de 1 mA et une amplification de $\times 20$. Cette courbe est bien centrée autour de zéro champ avec un offset et une hystérésis négligeable, la MR est de 6,2 % et la sensibilité de 0,65 %/mT (en prenant la moyenne de l'aller et du retour en valeur absolue).

2. Dans le plan à 90°

La mesure dans le plan à 90° , consiste à mesurer la sensibilité du capteur lorsque le champ est appliqué avec un angle de 90° par rapport à son axe de sensibilité. Pour cela, la sonde est

disposée sur le même support que pour la mesure à 0° , tourné de 90° au centre des bobines de Helmholtz (Figure 2-27).

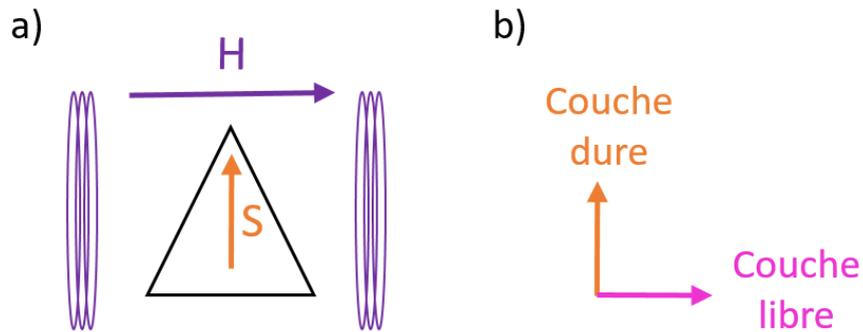


Figure 2-27 : Schéma du positionnement du capteur entre les bobines de Helmholtz (en regardant le support de la sonde 3D par le haut) pour la mesure à 90° , en (a). Le triangle représente la puce contenant les GMRs. La flèche violette représente la direction du champ appliqué. La flèche orange représente la direction de sensibilité du capteur. Les directions associées pour la couche dure et de la couche libre sont représentées en (b).

Pour cette mesure, la sensibilité mesurée doit être proche de zéro et la forme du cycle attendue est dite « en papillon » avec deux pics proches de champs nul (Figure 2-28) qui correspondent au renversement abrupt de la couche libre.

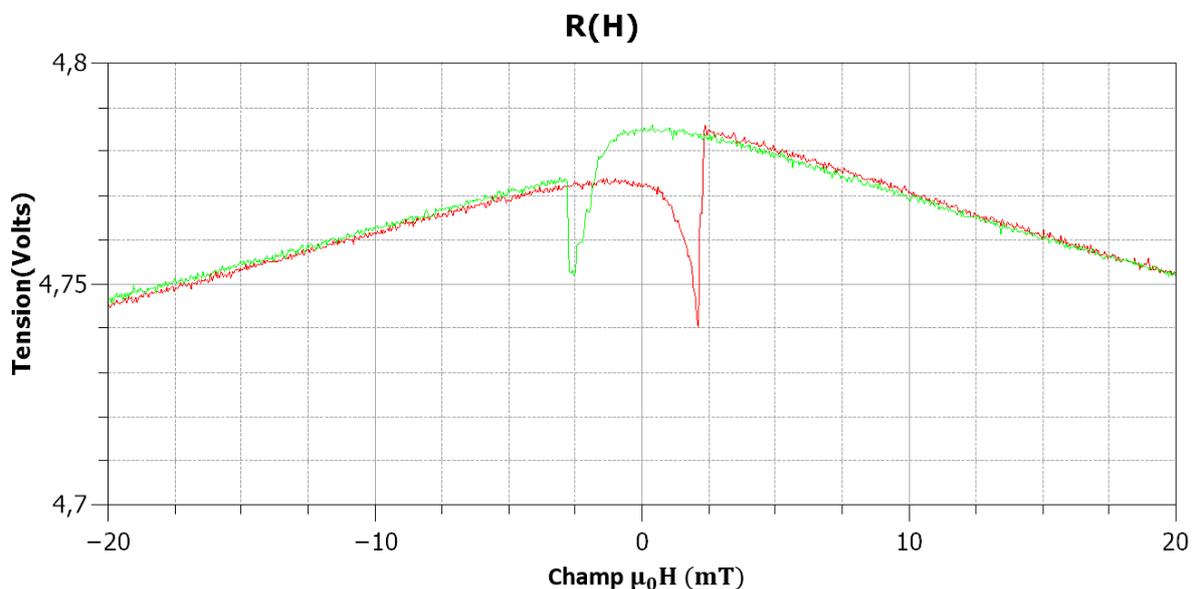


Figure 2-28 : Courbe de la tension au borne de la GMR en fonction du champ appliqué avec un courant appliqué de 1 mA et une amplification de $\times 20$. Cette courbe est bien centrée autour de zéro champ avec une sensibilité de $0,021 \%/mT$ (en prenant la moyenne de l'aller et du retour en valeur absolue).

b. Mesure de bruit

i. Définition

Le bruit désigne, dans un dispositif de mesure, l'ensemble des signaux parasites qui viennent s'ajouter au signal d'intérêt et en perturber le traitement. Il s'agit d'une limite physique à l'étude de signaux. Il peut avoir un impact sur les grandeurs standards de métrologie résumées en Figure 2-23. Ainsi, il est crucial de comprendre les mécanismes responsables de son apparition afin d'adapter le dispositif de mesure en conséquence. Le bruit lié à l'électronique (amplificateurs, filtres, capteurs, etc.) ne peut pas être supprimé. Cependant, le bruit environnant, lié aux perturbations extérieures, peut se mesurer et ensuite se soustraire à la mesure avec un gradiomètre.

Le bruit se mesure par le biais de sa puissance totale qui occupe toute la gamme de fréquence. Aussi, il est nécessaire de passer dans le domaine de Fourier pour son étude. La densité spectrale de puissance (DSP), notée S_V^2 exprimée en V^2/Hz et correspondant au niveau de bruit, permet de caractériser le bruit d'un système et peut être pris comme raccourci de langage. La puissance totale correspond à l'aire sous la courbe de $S_V^2(\omega)$, tel que :

$$S_V^2(\omega) = \lim_{T \rightarrow +\infty} \frac{2\pi}{T} |V_T(\omega)|^2 \quad (IV-4)$$

Avec, la pulsation du signal $\omega = 2\pi f$, la mesure de la fenêtre temporelle T et la transformée de Fourier du signal de bruit en tension V_T , sur l'intervalle $[0 ; T]$.

Par ailleurs, si le bruit résulte de diverses sources, la DSP totale correspond à la somme des DSP de sources individuelles, tel que :

$$S_V^{2\text{totale}} = \sum_i S_V^{2i} \quad (IV-5)$$

Le bruit dans les mesures avec des capteurs magnéto-résistifs peut trouver son origine dans diverses sources [28,29], certaines d'origine magnétique et d'autres d'origine électronique. Par exemple le bruit thermique (cf. iii.1) est principalement d'origine électronique, tandis que le bruit en $1/f$ (cf. iii.2) et le bruit RTN (cf. iii.3) peuvent être d'origine magnétique. Par ailleurs, ces bruits peuvent avoir différents comportements en fréquence et être soit dépendant soit indépendant de la fréquence.

ii. Dispositif de mesure

La mesure réalisée pour caractériser le bruit des capteurs GMRs est une mesure de la variation de résistance.

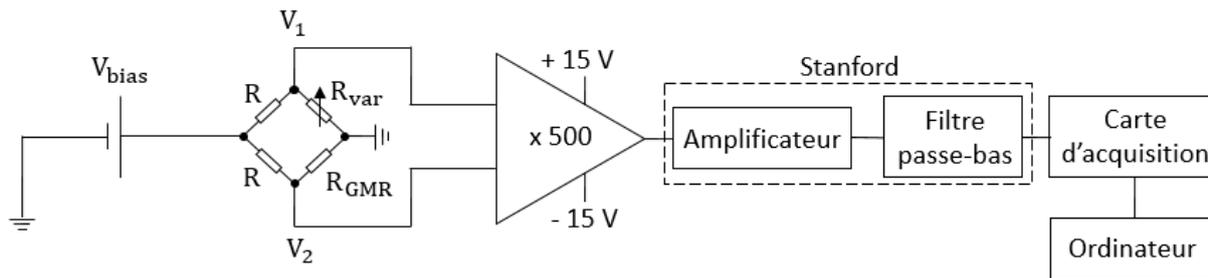


Figure 2-29 : Schéma du dispositif de mesure bas bruit. Le signal est amplifié sur deux étages, d'abord de 500 par un amplificateur INA bas bruit, puis par un amplificateur-filtre Stanford. La fréquence de coupure du filtre passe-bas est de quelques kHz.

Le dispositif de la mesure (Figure 2-29) est constitué du capteur GMR intégré dans un pont de Wheatstone alimenté par une source électrochimique (une pile ou une batterie), non connectée au secteur pour ne pas ajouter un bruit supplémentaire. Le pont est ainsi composé de la GMR de résistance moyenne R_{GMR} , de deux résistances fixes R et d'une résistance variable R_{var} permettant d'équilibrer le pont et ainsi d'observer les variations de résistance autour d'une valeur nulle. Cela permet de supprimer la composante DC pour pouvoir observer uniquement les fluctuations du bruit et maximiser l'amplification du signal. La différence de potentiel $\Delta V = V_2 - V_1$ en sortie du pont s'exprime :

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

Le signal est ensuite amplifié avec un gain de 500, grâce à un amplificateur de type bas bruit INA 103. Puis amplifié à nouveau et filtré par un Stanford avec une fréquence de coupure de quelques kHz en passe-bas. Ainsi, l'essentiel de l'amplification du signal est amplifié avec un bas bruit par le première étage d'amplification, si bien qu'ensuite les bruits liés au deuxième étage d'amplification et au filtre sont négligeables par rapport au signal déjà amplifié. Finalement le signal est envoyé à la carte d'acquisition qui le transmet à l'ordinateur.

Le dispositif de mesure est installé dans une chambre blindée, constituée d'un empilement de couches de mu-métal et d'aluminium, afin d'atténuer respectivement les basses et les hautes fréquences magnétiques des champs parasites extérieurs [30].

Finalement, le bruit mesuré peut fournir des données caractéristiques de la mesure, telles que : le bruit thermique, le 1/f et le RTN.

iii. Données caractéristiques

1. Bruit thermique

Le bruit thermique, désigne le bruit dit « blanc », indépendant de la fréquence [29]. Le bruit thermique est également appelé bruit Johnson en référence au premier scientifique à l'avoir observé en 1927 [31]. L'année suivante Nyquist propose son interprétation [32]. Il est créé par une fluctuation en tension, correspondant à la fluctuation des porteurs de charge sous l'effet de l'agitation thermique. Ainsi, il est directement lié à la résistance du capteur. La DSP associée à ce bruit s'écrit :

$$S_v^{\text{th}^2}(\omega) = 4k_B TR/\Delta\omega \text{ (IV-7)}$$

Avec, la résistance R, la température T et la constante de Boltzmann $k_B = 1,38 \times 10^{-23} \text{J} \cdot \text{K}^{-1}$.

Par exemple pour une résistance de 1 k Ω à une température T = 300K, $S_v^{\text{th}} \approx 4 \text{ nV} \cdot \text{Hz}^{-1}$.

2. Bruit en 1/f

Le bruit en 1/f est propre aux mesures à basse fréquence. Aussi, s'agit-il, comme son nom l'indique, d'un bruit qui décroît quand la fréquence augmente, suivant une loi de puissance de fréquence $1/f^\beta$ (β étant un exposant typiquement de l'ordre de 1). Ce bruit est mesuré dans l'essentiel des systèmes fluctuants. En dessous de la fréquence de coupure, il prédomine dans les capteurs magnéto-résistifs et représente un obstacle majeur à leur performance. Il est créé par une fluctuation de la résistance [33] liée à la perturbation du nombre ou de la mobilité des électrons, aussi est-il observable uniquement en présence d'un courant appliqué à travers le capteur. Il peut être d'origine électrique ou magnétique (principalement magnétique dans les GMRs). Par exemple, il peut être expliqué par la présence de défauts à l'intérieur du matériau ou la création et la fluctuation de parois de domaines magnétiques. La formule phénoménologique proposée par Hooge [34] décrit l'évolution de la DSP de bruit en 1/f selon l'expression :

$$S_v^2(f)/V_{\text{GMR}}^2 = \gamma_H/n_C \cdot V \cdot f \text{ (IV-8)}$$

Avec, la tension appliquée aux bornes du capteur V_{GMR} , la fréquence f, la densité de porteurs de charge n_C , le volume V et le paramètre de Hooge γ_H .

3. RTN

Le bruit télégraphique aléatoire (RTN : Random Telegraph Noise) ou bruit « pop-corn » résulte des fluctuations entre deux niveaux d'énergies. Il est majoritaire dans les capteurs magnétorésistifs de taille suffisamment petite pour que les défauts individuels dominent, où il est principalement créé par des défauts dans la couche libre, à l'origine de différents niveaux d'énergie accessibles pour le système. Ainsi, le bruit en $1/f$ pourrait finalement résulter d'une multitude de bruits RTN répartis sur une bande de fréquence (inférieure à f_c) et une gamme d'énergie donnée [28].

De nombreux paramètres peuvent avoir un impact sur l'accessibilité des états d'énergie, et donc sur le bruit RTN. Notamment, la densité de courant dans le capteur, la température, les anisotropies, ou encore l'histoire magnétique du capteur [35]. De même que le bruit en $1/f$, le bruit RTN représente un obstacle majeur aux performances des capteurs magnétorésistifs.

Finalement, la DSP de chaque régime RTN, dans le domaine fréquentiel, prend la forme de la lorentzienne suivante :

$$S_v^{RTN^2} = \frac{S_c^2}{1 + (f/f_c)^2} \text{ (IV-9)}$$

Avec, la fréquence de coupure du bruit $f_c = 1/t_c$ (t_c est le temps de relaxation des fluctuations). S_c est la composante RTN du bruit indépendante de la fréquence lorsque $f/f_c \ll 1$. A l'inverse, lorsque $f/f_c \gg 1$, la DSP décroît suivant f_c^{-2} .

Remarque : L'application d'un champ peut permettre de stabiliser les domaines magnétiques et diminuer les bruits $1/f$ et RTN d'origine magnétique.

iv. Défectivité

La défectivité (D) désigne le rapport entre la densité spectrale de puissance en tension S_v (en V/\sqrt{Hz}) et la sensibilité S (en V/T).

$$D = S_v/S \text{ (IV-10)}$$

La plage de détection des capteurs GMRs est essentiellement limitée par le rapport signal/bruit (SNR) plutôt que par le niveau du signal [36]. Ainsi, la limite de détection (en T) correspond à la valeur de champ magnétique pour laquelle le rapport signal sur bruit vaut 1, en intégrant sur une bande fréquence de 1 Hz.

La détectivité d'un capteur est mesurable directement à partir du montage de la Figure 47, auquel est ajouté une bobine à l'intérieur de laquelle est placé le capteur. La bobine est alimentée par un courant alternatif d'amplitude et de fréquence connue afin de connaître la valeur du champ magnétique généré selon l'axe sensible du capteur en fonction du courant qui parcourt la boucle.

Finalement, un pic en tension apparaît à la fréquence du signal sur la courbe de bruit (Figure 2-30). La valeur du champ magnétique appliquée étant connue, la sensibilité est ainsi calculée en divisant la valeur à ce pic par la tension d'alimentation du capteur et par le champ, puis d'appliquer un facteur correctif selon le pont de Wheatstone utilisé, pour obtenir une sensibilité en $V/V_{\text{alim}}/T$. Enfin, il suffit de diviser la courbe de bruit par cette valeur pour obtenir la courbe de détectivité.

v. Procédure type de mesure de bruit

Les mesures de bruit peuvent être utilisées en complément des mesures $R(H)$ pour calculer la sensibilité des capteurs GMRs. Le dispositif de mesure utilisé est celui présenté en figure 2-29. Finalement, l'objectif de ces mesures est de mesurer les variations de résistance des capteurs en réduisant au maximum les sources de bruit extérieures.

Dans un premier temps, il s'agit de vérifier l'absence de boucle de masse et/ou d'autres perturbations présentes à l'intérieur du circuit, susceptibles de gêner la mesure. Pour cela, il faut vérifier que le bruit en $1/f$ suit bien une augmentation linéaire avec la tension d'alimentation. De plus, il est important de s'assurer que le bruit blanc mesuré est bien composé du bruit thermique (lié au capteur) et du bruit électronique (lié au premier étage d'amplification).

Ainsi, le bruit du même capteur est mesuré pour trois tensions d'alimentation différentes (0 mV, 100 mV et 200 mV). Les mesures sont représentées en figure 2-30. La mesure à 0 mV correspond au bruit du pré-amplificateur. Finalement, nous observons comme attendu une augmentation du bruit en $1/f$ proportionnelle à la tension d'alimentation.

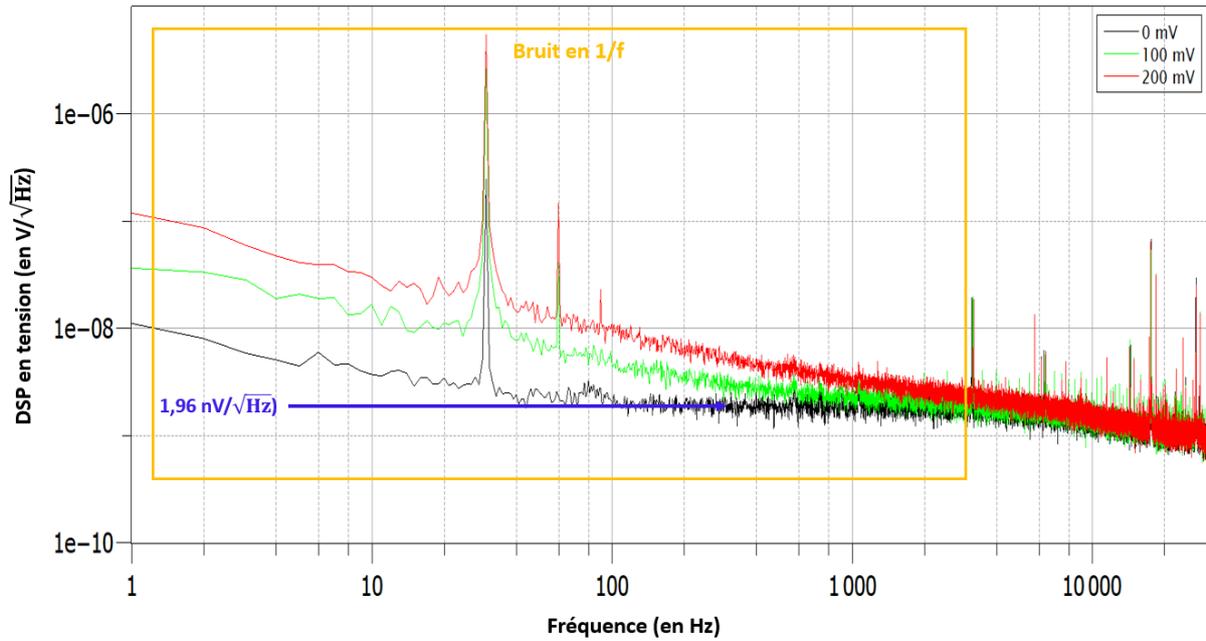


Figure 2-30 : Bruit pour différentes tensions d'alimentation (0 mV, 100 mV et 200 mV) en fonction de la fréquence.

Lorsque la mesure est réalisée dans le bruit blanc, le capteur GMR de résistance 1 k Ω introduit un bruit estimé à 4 nV.Hz⁻¹ à température ambiante, correspondant au bruit thermique. Cependant, à l'entrée du préamplificateur bas bruit INA, il faut ajouter le bruit électronique lié au premier étage d'amplification. Finalement, le bruit total est de la forme :

$$\sqrt{S_v^{totale^2}} = \sqrt{S_v^{th^2} + S_v^{elec^2}} \quad (IV-11)$$

Avec, $S_v^{th^2}$ et $S_v^{elec^2}$ exprimés en $\frac{V^2}{Hz}$, tels que : $S_v^{th^2} = 4k_BTR$ et $S_v^{elec^2} = 1 \text{ nV}/\sqrt{Hz}$ (INA 103)

Ce qui donne pour un capteur de résistance $R = 384 \Omega$ à température ambiante (300K) :

$$S_v^{totale} = \sqrt{4k_BTR + (10^{-9})^2} \quad (IV-12)$$

$$S_v^{totale} = 2,71 \frac{nV}{\sqrt{Hz}} \quad (IV-13)$$

En normalisant par le gain total de la chaîne d'amplification et en se plaçant sur le plateau thermique de la courbe expérimentale du bruit mesuré pour une tension d'alimentation nulle (Figure 2-30), le bruit expérimental obtenu est cohérent avec les valeurs théoriques :

$$S_{v,exp}^{totale} = 1,96 \frac{nV}{\sqrt{Hz}} \quad (IV-14)$$

Remarque : Nous observons une remontée de la courbe à 0mV de la figure 2-30 (cf. zone encadrée en jaune), il s'agit du bruit en 1/f lié à l'électronique de mesure. Un changement de pente sur les courbes apparaît à 3kHz et est dû au filtre passe bas utilisé.

Dans un deuxième temps, il s'agit de mesurer la sensibilité du capteur. Pour cela, le capteur est placé au centre d'une bobine carrée parcourue par un courant sinusoïdal de 10 mA et de fréquence 30 Hz. Le champ magnétique généré est de 850 nT rms. La mesure de la densité spectrale de puissance (en V/\sqrt{Hz}) d'un capteur GMR (empilement : type Figure 2-9) pour une tension d'alimentation de 200 mV est représentée en Figure 2-31.

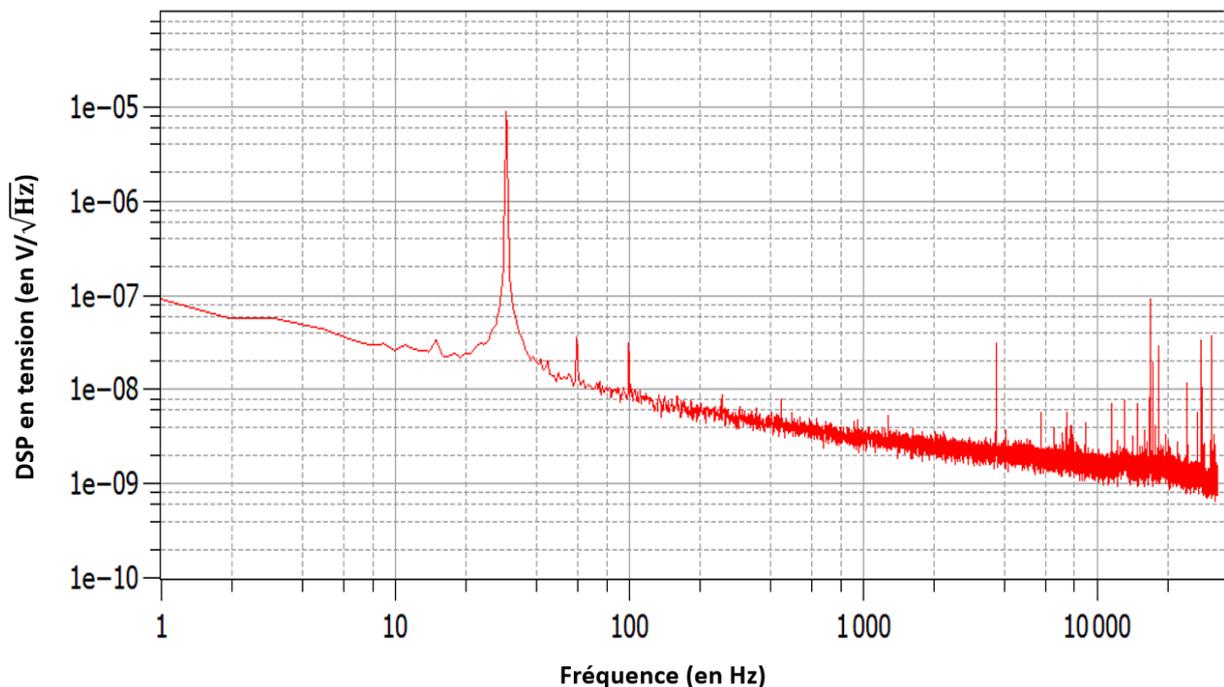


Figure 2-31 : Courbe de bruit d'un capteur GMR (empilement : type Figure 2-9) pour une tension de 200 mV. Un champ de 850 nT rms est appliqué au moyen d'une bobine carrée parcouru d'un courant sinusoïdal d'intensité 10 mA et de fréquence 30 Hz (responsable du pic à 30 Hz des courbes).

Ainsi, la sensibilité est égale à la valeur du bruit à 30 Hz divisée par la tension d'alimentation de la GMR, par le champ au centre de la bobine et par le facteur correctif pour un quart de pont [37]. Tel que, le facteur correctif pour un quart de pont est :

$$\frac{M-1}{M} \text{ (IV-15)}$$

$$\text{Avec : } M = \frac{R_{\text{var}} + R_{\text{GMR}}}{R_{\text{GMR}}} \text{ (IV-16)}$$

Finalement, il suffit de diviser la courbe de bruit d'un capteur par sa sensibilité (en $V/V_{\text{alim}}/T$) pour obtenir sa courbe de détectivité (Figure 2-32).

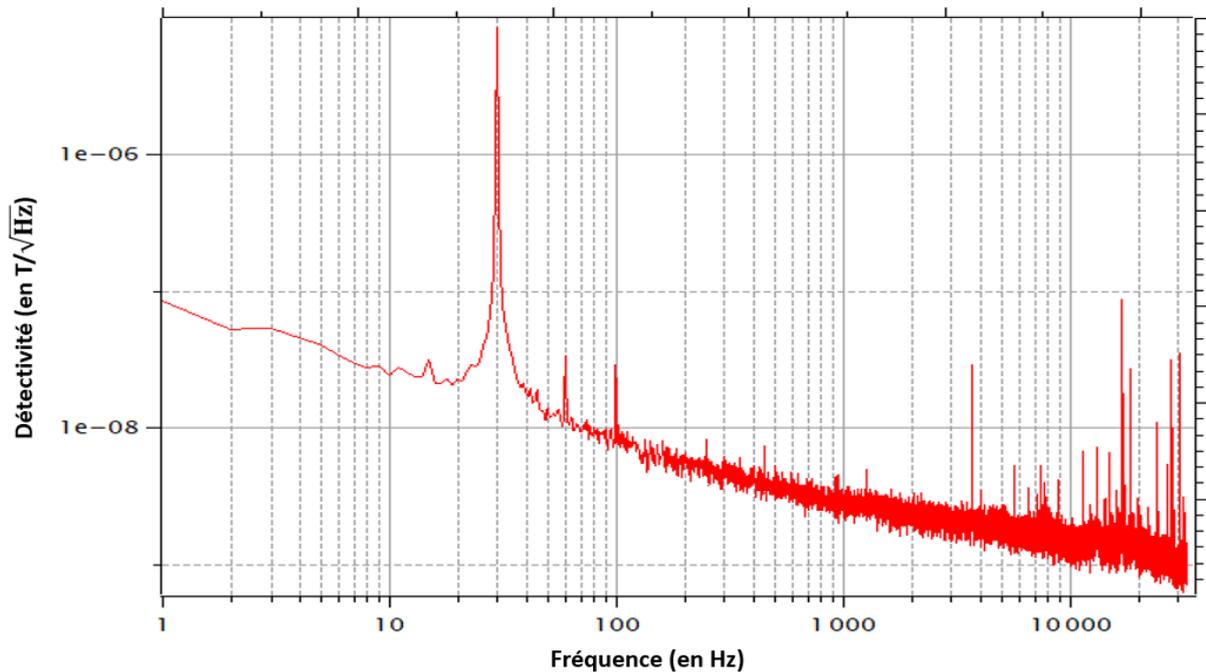


Figure 2-32 : Courbe de détectivité associée à la mesure de bruit du capteur GMR en Figure 2-31.

V. Optimisation des propriétés magnétiques des capteurs GMRs

L'intérêt premier des capteurs GMRs dans ce projet est qu'ils possèdent une très bonne sensibilité, planaire et unidirectionnelle, orientée de la base vers la pointe de la puce. Ainsi, en les disposant à 0° , 90° et en les surélevant d'un angle donné (choisi en fonction du poids que l'on souhaite donner à la composante z par rapport aux composantes x et y), grâce à un support pyramidal, il est possible de mesurer les trois composantes (x, y et z) des champs magnétiques de fuite émis par un matériau. Dans cette thèse, l'angle d'inclinaison de la pyramide choisi est de 26° , de manière à ce que la sensibilité le long de z soit égale à la moitié de la sensibilité le long des axes x et y ; afin d'obtenir une reconstruction complète du champ en disposant les puces GMRs sur les quatre faces de la pyramide.

Ce travail de thèse s'inscrit dans la continuité du travail de thèse de Fawaz Hadadeh [38], qui a travaillé avec des capteurs GMRs, disposés sur les faces d'un support pyramidal (un capteur par face), à 0° , 90° et surélevés par l'angle d'inclinaison de la pyramide ; pour obtenir une mesure complète des trois composantes des champs magnétiques de fuite émis par un matériau. Ce travail a fourni des résultats intéressants, notamment la cartographie magnétique 3D d'un billet d'un dollar aimanté [39]. Dans le cadre de mon travail de thèse, l'objectif est d'améliorer les performances de cette sonde en travaillant avec davantage de capteurs, en optimisant l'instrument de mesure global et en développant une méthode de reconstruction magnétique 3D fiable. En effet, il s'agit de reprendre l'idée de travailler avec un support pyramidal et de disposer les capteurs sur les trois faces (ou sur les quatre, trois faces sont suffisantes, la quatrième permet d'avoir une redondance) ; pour accéder à l'information 3D, mais cette fois-ci non pas avec un seul capteur par face, mais avec quatre : deux au niveau de la pointe et deux au niveau de la base. Ainsi, avec cette version optimisée de la sonde, les objectifs de mon travail de thèse sont multiples : optimiser les sensibilités des capteurs, supprimer les perturbations externes, contrôler la distance pointe-échantillon, développer une méthode de reconstruction précise par calculs numériques et enfin développer les applications d'intérêt.

Le premier objectif énoncé, à savoir l'optimisation des sensibilités des capteurs, fera l'objet de cette partie. En effet, afin de garantir la fiabilité de la reconstruction magnétique 3D, il est essentiel de travailler avec des capteurs aux propriétés optimales ; c'est-à-dire avec une sensibilité unidirectionnelle dans le plan, une MR maximisée, un offset et une hystérésis minimisés. Pour cela, différents empilements GMRs ont été testés, d'abord en pleine-couche, puis après le procédé de micro-fabrication.

a. Recherche de l'empilement optimal par simulations macrospin

i. Fonctionnement de la simulation macrospin

Afin de prédire les résultats des mesures pour différents empilements GMRs, un programme de simulation de leur comportement a été développé par un étudiant de l'ENS en stage de M1, Bastien Gély. Le système choisi pour le développement de cet outil est le logiciel Lazarus utilisant le langage Pascal et particulièrement performant pour la création d'interfaces graphiques et en termes de temps de calcul. Cette simulation utilise le modèle Macrospin. Ainsi, en considérant des aimantations uniformes dans les films, il s'agit d'une minimisation locale de l'énergie magnétique totale du système, en se plaçant dans le repère représenté en figure 2-33

et en prenant en compte les énergies et couplages définis plus haut, à savoir le couplage Zeeman, l'anisotropie de forme, le couplage dipolaire, le couplage d'échange, le couplage RKKY, l'effet peau d'orange, l'anisotropie magnéto-cristalline et l'anisotropie de surface (en particulier l'anisotropie magnétique perpendiculaire : Perpendicular Magnetic Anisotropy, qui sera développée dans le chapitre 3).

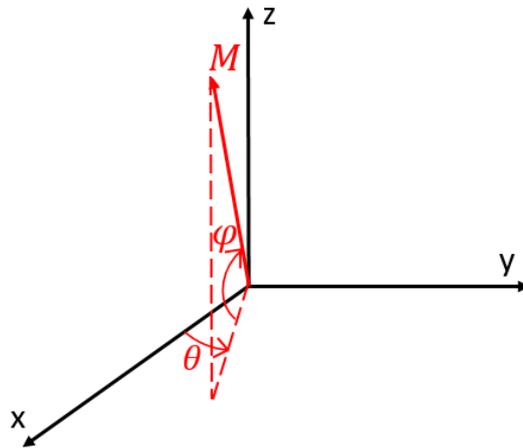


Figure 2-33 : Système de coordonnées utilisé pour représenter les aimantations. Selon le modèle macrospin, la norme de l'aimantation est fixe et est égale à l'aimantation à saturation, cependant sa direction varie et peut être totalement déterminée par deux angles. Les échantillons développés au laboratoire possèdent une géométrie planaire (suivant le plan (x,y)), ce qui implique que les dimensions selon x et y sont très grandes devant la dimension selon z , donc le premier angle (θ) est choisi pour caractériser l'aimantation suivant le plan et le deuxième angle (φ) pour caractériser l'aimantation hors du plan.

ii. Définition des empilements à tester

L'empilement habituellement utilisé au laboratoire correspond à celui de la figure 2-9, à la différence près que l'épaisseur d'espaceur en cuivre était de 2,9 nm. Cependant, des mesures ont permis de mettre en évidence la présence d'un problème de sensibilités sur les derniers échantillons de cet empilement déposés au laboratoire.

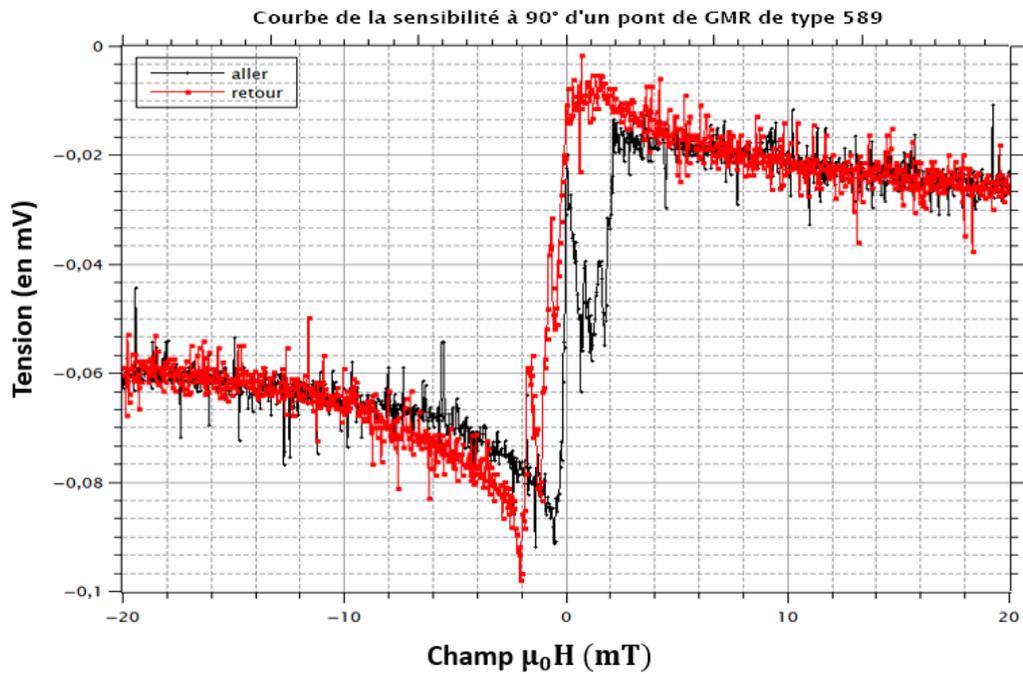


Figure 2-34 : Courbe de la sensibilité à 90° (définie Figure 2-27) d'un pont de GMR de type 589, la sensibilité ainsi obtenue est comprise entre -3.5 et -2 %/mT (valeurs aller et retour respectivement), en prenant la pente entre -0.2 mT et 0.2 mT.

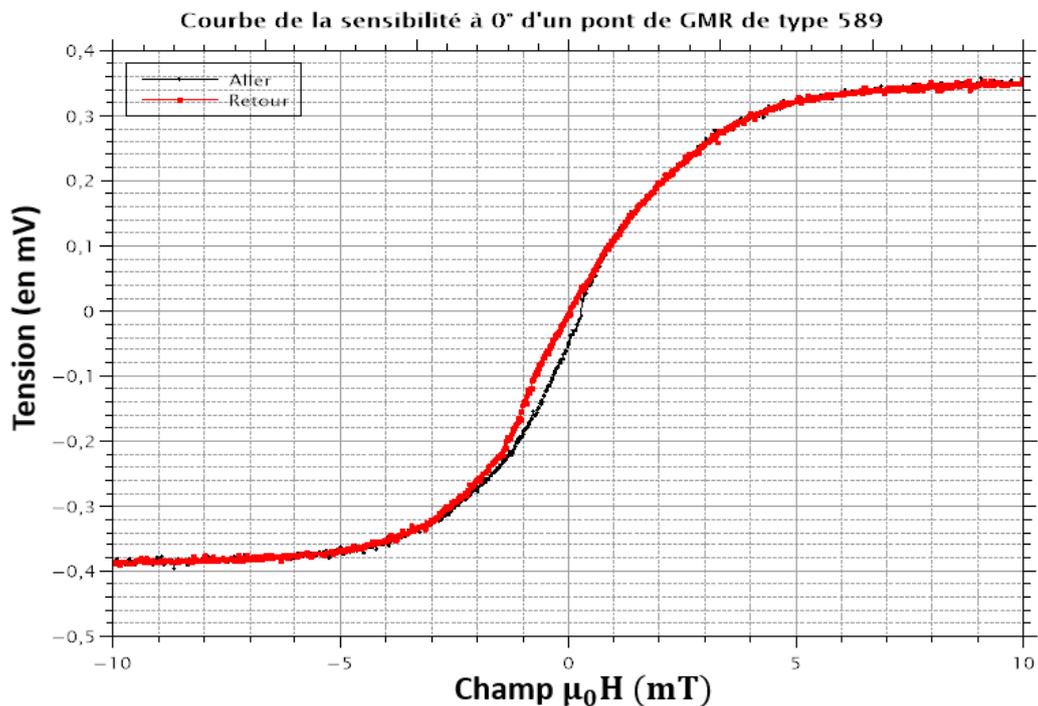


Figure 2-35 : Courbe de la sensibilité à 0° (définie Figure 2-25) du pont de GMR de type 589 précédent, la sensibilité ainsi obtenue est comprise entre -3 et -2.76 %/mT (valeurs aller et retour respectivement), en prenant la pente entre -0.2 mT et 0.2 mT.

En effet, comme l'illustrent les figure 2-34 et 2-35, les sensibilités mesurées ne répondent pas au caractère unidirectionnel requis. La pente marquée autour de champ nul démontre une sensibilité importante du capteur GMR lorsque le champ est appliqué à 90° de l'axe supposé être l'axe de sensibilité défini (Figure 2-34). De plus, les sensibilités mesurées selon l'axe de sensibilité sont inférieures ou proches des sensibilités mesurées suivant la direction perpendiculaire.

Aussi, pour palier à ce problème, il s'agit de s'intéresser au renversement de la couche libre. En effet, les pics observés autour de champ nul dans la figure 2-34, résultent d'un renversement cohérent de la direction de la couche libre qui passe par une orientation à 90° de sa position initiale qui se manifeste par l'apparition d'un pic. Pour que la couche libre se renverse sans passer par cette position, il faut que le retournement de l'aimantation se produise par nucléation de domaines, avec une aimantation dans la direction opposée à celle initiale, qui se propagent dans l'ensemble de la couche. Cependant, la présence de domaines peut rajouter du bruit.

Différents facteurs peuvent intervenir sur le renversement de la couche libre, notamment l'épaisseur d'espaceur (Cu). En effet, cela joue sur le couplage entre la couche dure et la couche libre, mais aussi sur l'effet peau d'orange et le couplage RKKY. Aussi, différents empilements GMRs ont été déposés et leur réponse RH a été mesurée en « pleine couche » (c'est-à-dire avant le process de micro-fabrication), pour les deux directions de sensibilité (parallèle (Figure 2-39 (a)) et perpendiculaire (Figure 2-39 (b)) à la direction de sensibilité). Les résultats obtenus (Figure 2-39 (a, b)) ont ensuite été superposés aux résultats de simulations macrospin associés à chaque mesure (Figure 2-36). Cette superposition des mesures et des simulations a permis de fournir une estimation du couplage indirect de chaque empilement testé (Figure 2-37). Il apparaît que le couplage indirect dépend de l'épaisseur d'espaceur (Cu).

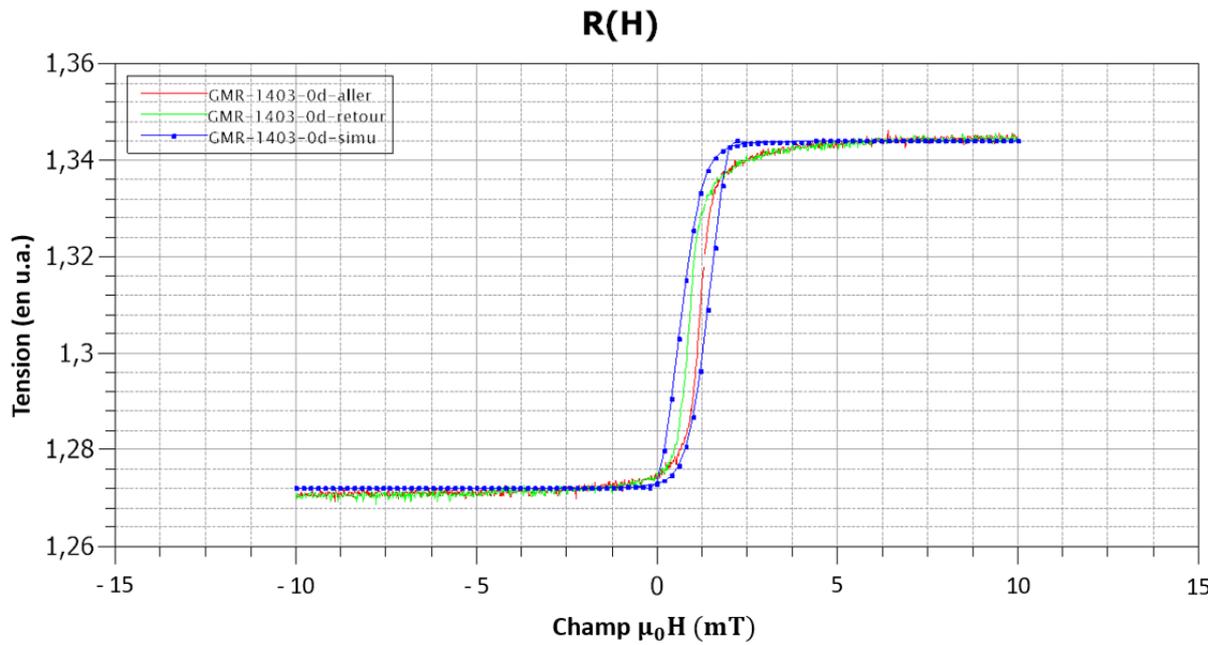


Figure 2-36 : Exemple de superposition d'une mesure de réponse RH pleine-couche (à 0°), avec la simulation associée pour un empilement donné (ici 1403). Remarque : la réponse RH ici est une mesure de la tension (en unité arbitraire (u.a.) car elle ne prend pas en compte le gain ni le courant d'alimentation) en fonction du champ appliqué.

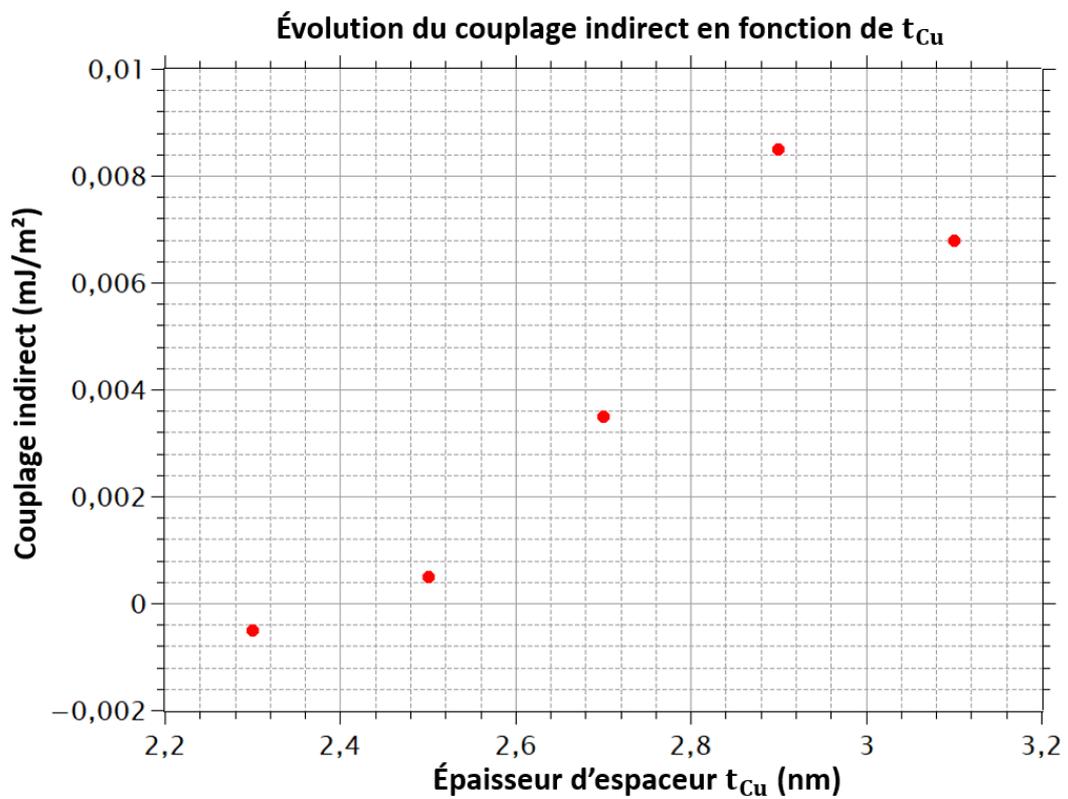


Figure 2-37 : Courbe des couplages indirects estimés en fonction de l'épaisseur d'espaceur t_{Cu} (2.3 nm, 2.5 nm, 2.7 nm, 2.9 nm, 3.1 nm) par superposition des données de simulation macrospin et de mesures « pleine-couche ».

Ainsi, nous avons choisi d'étudier différents empilements afin de tester différentes épaisseurs de cuivre et étudier l'évolution des grandeurs caractéristiques (sensibilités, MR, hystérésis et offset).

De plus, l'épaisseur de CoFe de la couche dure en contact avec le Cu peut également être modifiée pour décompenser le SAF de la couche dure. Il convient donc de tester pour différentes épaisseurs de CoFe (2,3 nm et 1,9 nm au lieu de 2,1 nm).

Par ailleurs, il est également possible de travailler avec une couche libre légèrement piégée (Figure 2-10). Cela permet notamment de diminuer les champs de fuite car la couche libre et la couche dure se compensent.

L'empilement initial sera utilisé comme témoin. Les empilements GMRs choisis pour l'étude sont présentés dans le tableau en figure 2-38.

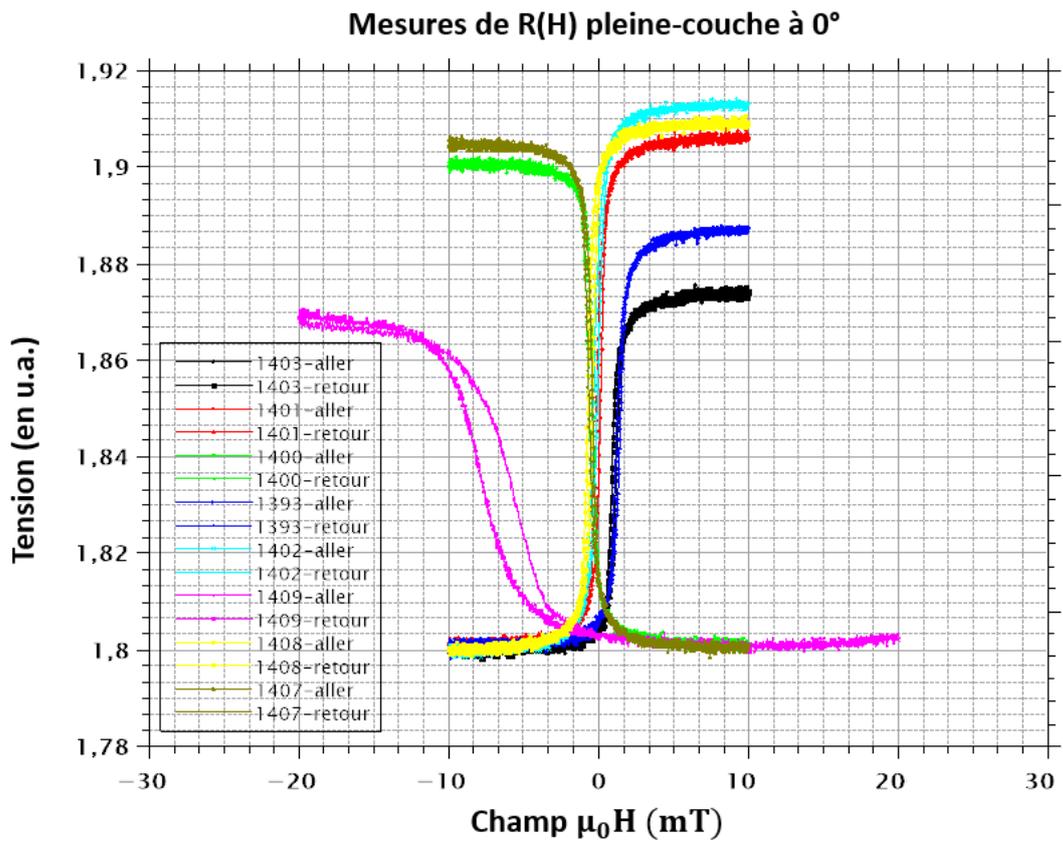
Nom du stack GMR	Stack GMR
1393	Témoin. [Ta(3nm)/NiFe(5nm)/CoFe10(2.1nm)/Cu(2.9nm)/CoFe10(2.1nm)/Ru(0.85nm)/CoFe10(2nm)/IrMn (7.5nm)/Ru(0.4 nm)/Ta(5 nm)]
1400	Idem 1393 avec $t_{Cu} = 2,7$ nm
1401	Idem 1393 avec $t_{Cu} = 2,5$ nm
1402	Idem 1393 avec $t_{Cu} = 2,3$ nm
1403	Idem 1393 avec $t_{Cu} = 3,1$ nm
1407	Idem 1393 avec t_{CoFe} de la couche dure en contact avec $t_{Cu} = 2,3$ nm
1408	Idem 1393 avec t_{CoFe} de la couche dure en contact avec $t_{Cu} = 1,9$ nm
1409	Idem 1393 avec couche libre piégée avec un SAF : CoFe10(2,1 nm)/Ru(2,6 nm)/CoFe10(2,1 nm)

Figure 2-38 : Composition des empilement testés, t_{Cu} fait référence à l'épaisseur d'espaceur en cuivre et t_{CoFe} à celle de CoFe de la couche dure en contact avec l'espaceur.

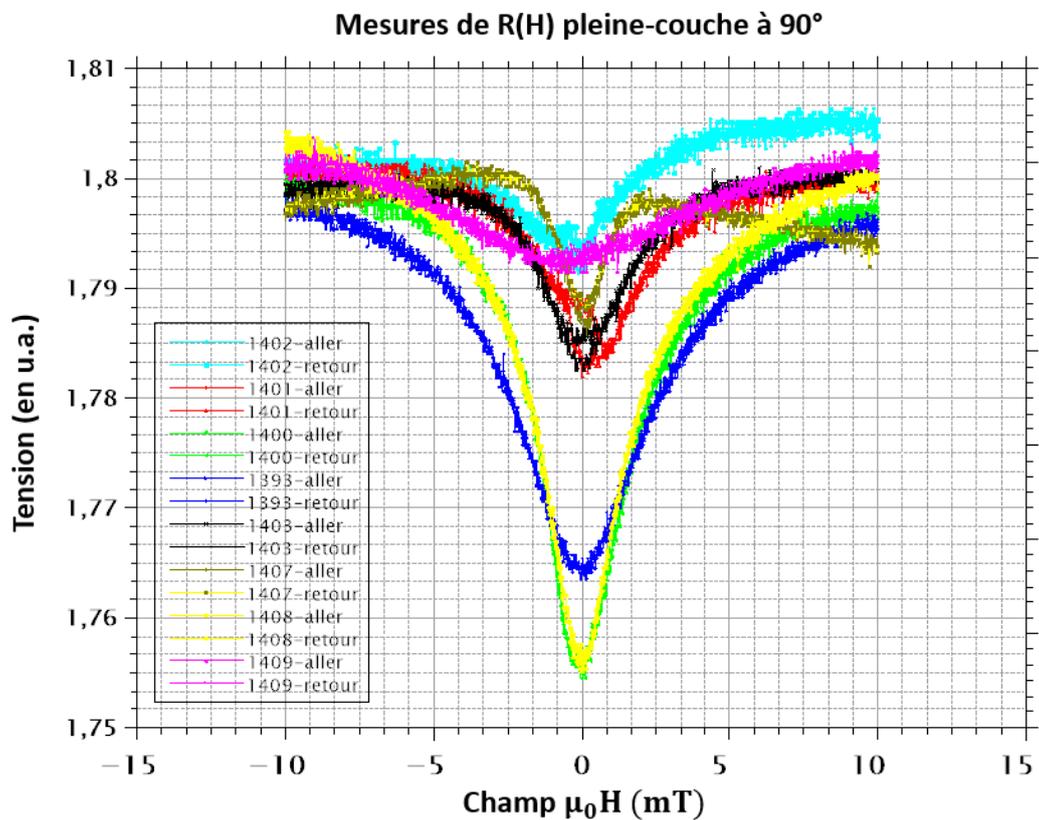
iii. Résultats pleine-couche

Les premiers résultats pleine-couche fournissent des résultats intéressants et cohérents avec les simulations macrospin. Ils sont résumés dans la figure 2-39, qui révèle des performances particulièrement intéressantes pour les empilements 1401 et 1402 (respectivement $t_{Cu} = 2,5$ nm et $t_{Cu} = 2,3$ nm) pour lesquels la MR est maximale et l'offset minimal.

a)



b)



c)

Nom du stack GMR	MR (en %)	Offset (en Oe)	Hystérésis (en Oe)
1393	6,34	13,8	2,4
1400	6,75	-4,19	2,8
1401	7	0,8	2,4
1402	7,26	-1	2,4
1403	5,65	11,2	2,8
1407	6,64	-4,7	2,2
1408	6,76	-4,7	3
1409	3,21	-64,4	19,6

Figure 2-39 : Résumé des résultats pleine-couche. Les mesures des réponses RH de chacun des empilements ont été superposées pour la configuration à 0° (cf Figure 2-25) (a) et pour la configuration à 90° (cf Figure 2-27) (b). Les performances obtenues sont résumées dans un tableau récapitulatif (c). Remarque : la réponse RH ici est une mesure de la tension (en unité arbitraire (u.a.) car elle ne prend pas en compte le gain ni le courant d'alimentation) en fonction du champ appliqué.

Prenons les couches 1401 et 1402 comme point de comparaison avec les autres empilements. D'abord, pour les autres épaisseurs de t_{Cu} nous observons que la MR diminue et que l'offset augmente. Par ailleurs, les échantillons 1407 et 1408 permettent d'analyser l'influence de l'augmentation ou la diminution de l'épaisseur de CoFe en contact avec la couche dure. Il en résulte dans les deux cas une légère diminution de la MR et une augmentation de l'offset. Finalement, l'échantillon 1409 avec la couche libre piégée présente un offset trop grand devant la gamme de linéarité de la GMR pour avoir une réponse fonctionnelle en pratique.

La sensibilité étant dépendante de la largeur du motif GMR processé, nous l'étudierons qu'après process.

b. Recherche de l'empilement optimal par mesure des performances

i. Présentation des échantillons processés

Le masque choisi pour cette étude présente des motifs GMRs, appelés yoke, de différentes largeurs comme l'illustre la photo du masque KLayout de la figure 2-40. À noter que les méandres utilisés pour les sondes 3D correspondent à un enchaînement de yokes permettant d'avoir deux capteurs à la suite.

Remarque : Le rapport d'aspect des différents yokes de la figure 2-40 est fait de telle sorte que les yokes possèdent les mêmes résistances.

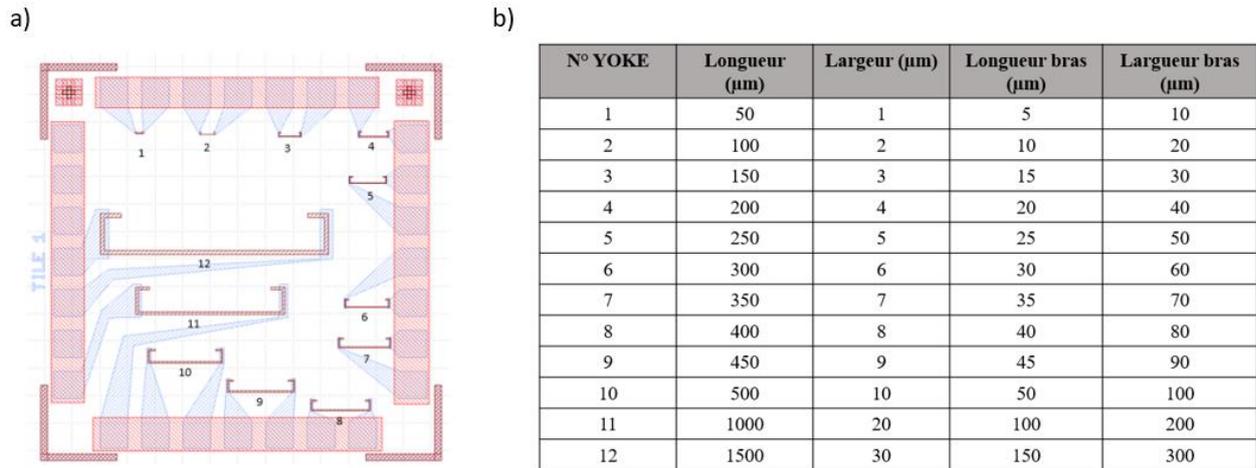


Figure 2-40 : Motifs GMRs processés. (a) Masque KLayout avec des yokes de dimensions différentes allant du plus petit au plus grand. (b) Tableau des dimensions des yokes du masque.

Ensuite, les puces GMRs sont disposées sur un support de type QFN (Figure 2-41) pour pouvoir être mesurées en R(H) avec le même dispositif présenté en Figure 2-22.

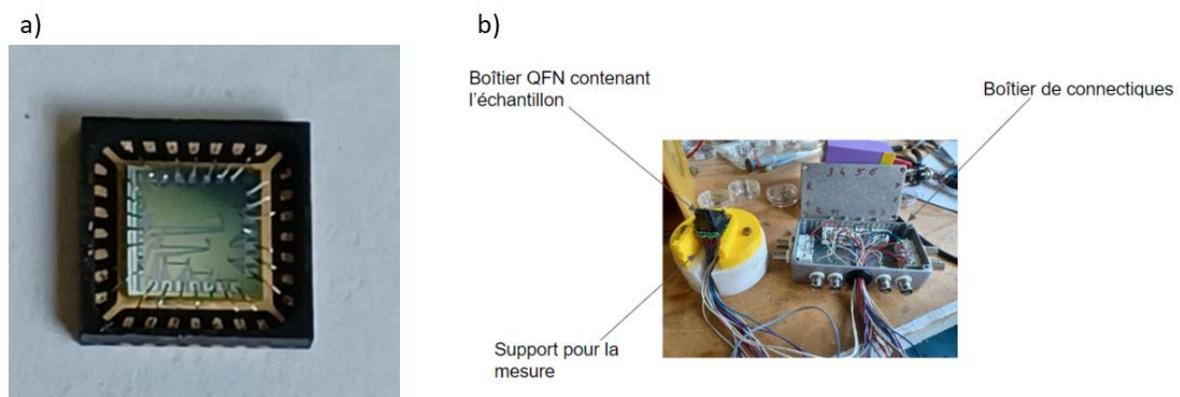


Figure 2-41 : Support QFN et complément au dispositif de mesure R(H). (a) Puce GMR montée sur un support de type QFN. Les contacts sont réalisés par microsoudures. (b) Dispositif d'intégration à la mesure de R(H) avec le boîtier QFN à l'intérieur duquel est placée la puce GMR et qui fait la connexion des contacts avec le boîtier de

connectique qui permet de mesurer les capteurs un par un. Le support jaune permet de maintenir le boîtier QFN (et ainsi la puce GMR) à plat.

ii. Résumés des résultats

Dans la pratique, les masques typiques utilisés pour les GMRs de sonde 3D possèdent une largeur de motif de 3 μm . Aussi, les résultats présentés sont ceux obtenus pour des yokes de cette largeur. Par ailleurs, certains paramètres tels que la sensibilité entretiennent une relation de proportionnalité avec les dimensions de la GMR.

L'étude réalisée s'intéresse aux principaux paramètres clés de la performance d'un capteur GMR. À savoir, la sensibilité, la MR, l'offset et l'hystérésis. Il s'agit de déterminer l'empilement permettant de concilier tous ces paramètres.

Le premier paramètre étudié est la sensibilité. En effet, pour assurer le caractère unidirectionnel des capteurs, il faut que la sensibilité mesurée selon l'axe sensible (dite sensibilité à 0°) soit très grande devant la sensibilité mesurée en appliquant le champ à 90° de l'axe sensible (dite sensibilité à 90°). Ainsi, la courbe du ratio des sensibilités à 90° sur celle à 0° (Figure 2-42) permet de mettre en avant les meilleurs empilements, c'est-à-dire ceux pour lesquels le ratio est le plus proche de zéro.

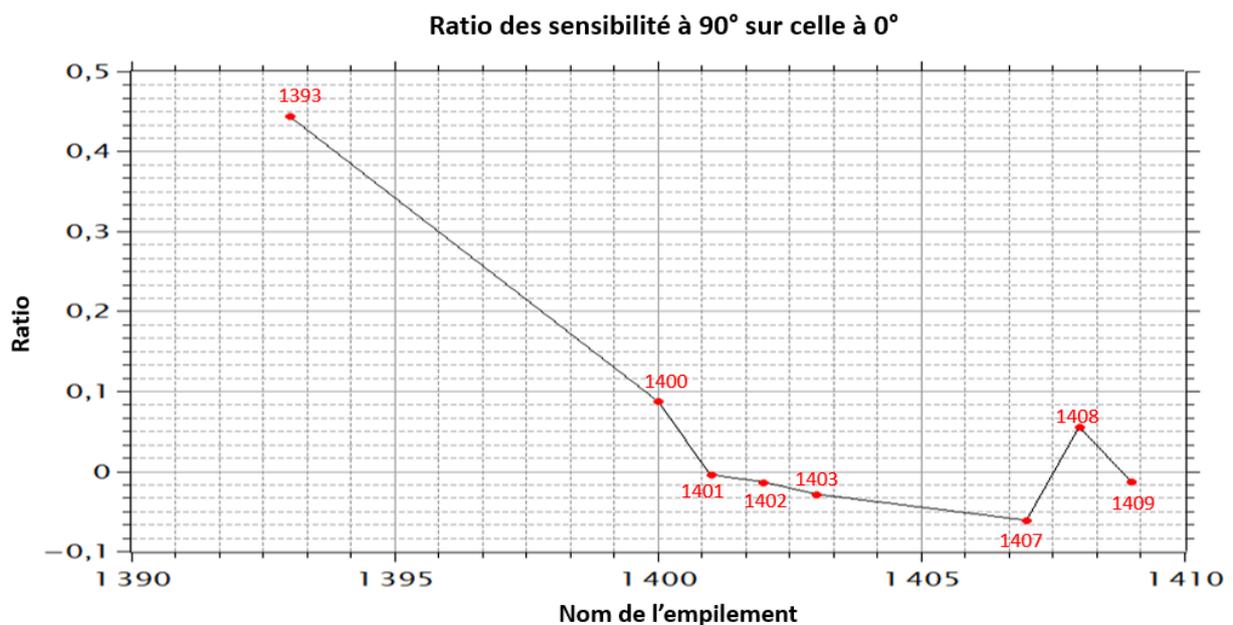


Figure 2-42 : Courbe de l'évolution du ratio des sensibilités à 90° sur celles à 0° pour les différents empilement GMR étudiés.

Ainsi, les empilements avec les ratios les plus proches de zéro sont : 1401, 1402 et 1403. De plus, nous observons que l'empilement témoin correspondant à l'ancien empilement de référence, maximise le ratio, ce qui rejoint les résultats présentés en figures 2-34 et 2-35.

Désormais, étudions l'évolution de la MR en fonction de l'empilement (Figure 2-43).

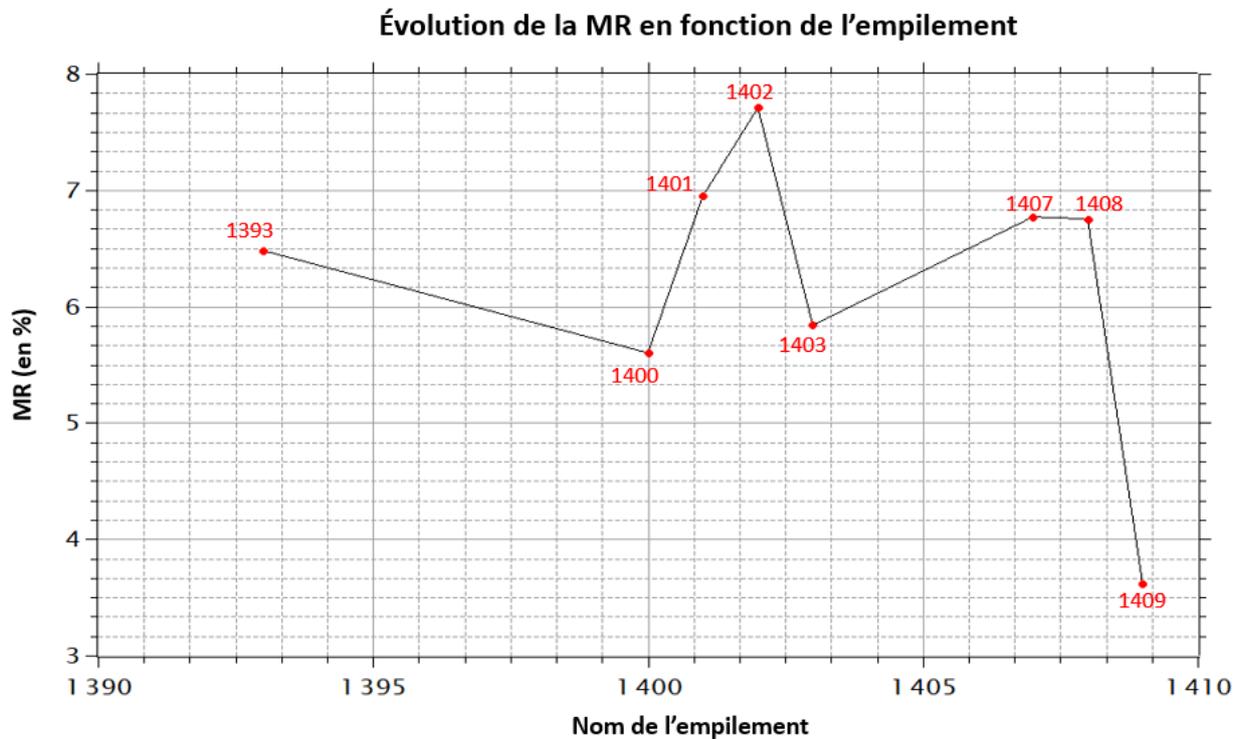


Figure 2-43 : Évolution de la MR en fonction de l'empilement.

La courbe de la figure 2-43 met en évidence un pic de la MR pour l'empilement 1402 qui avoisine les 8% de MR. Ce résultat confirme ceux obtenus en mesures pleine-couche (Figure 2-39) pour lesquels le 1402 permettait également de maximiser la MR. Le 1401, le 1407 et le 1408 donnent également une MR intéressante proche de 7%.

Cependant, un bon ratio des sensibilités et une bonne MR ne suffisent pas à définir un empilement GMR optimal et fonctionnel. En effet, un capteur peut maximiser ces paramètres tout en présentant un offset et/ou une hystérésis le rendant inutilisable dans la pratique. Un capteur avec un offset trop important ne sera pas fonctionnel pour des mesures en courant continu où il s'agit de mesurer de très faibles champs de fuite magnétiques (typiquement de l'ordre du μT) émis par un matériau de façon spontanée (sans champ appliqué), puisqu'il ne sera pas situé dans sa zone de fonctionnement. De plus, un capteur possédant une trop grande hystérésis de sa réponse magnétique autour de champ nul possédera par exemple des sensibilités trop différentes selon le sens du champ mesuré ou encore aura des zones de fonctionnement

trop décalée en champ selon le sens du champ mesuré. Un capteur GMR doit pouvoir détecter de très faibles champ magnétiques quel que soit leur sens.

Ainsi, l'offset mesuré doit être proche de champ nul (Figure 2-44). Ce paramètre garantit le centrage de la réponse linéaire du capteur autour de champ nul.

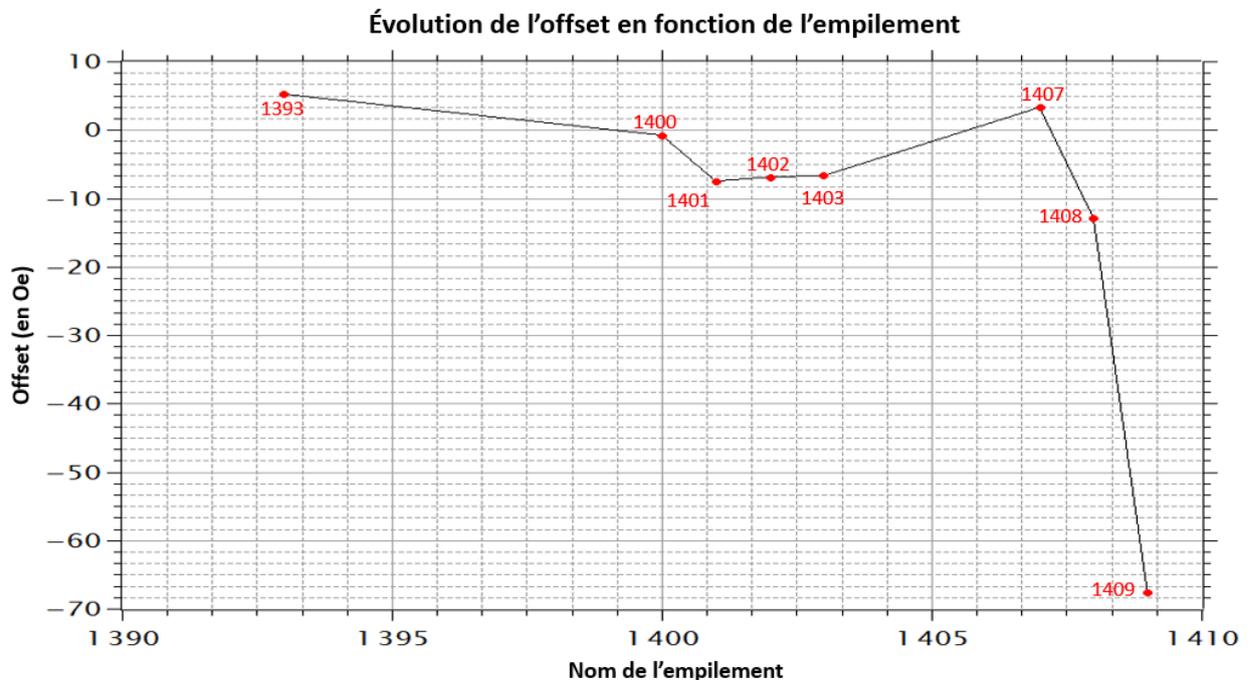


Figure 2-44 : Évolution de l'offset en fonction de l'empilement.

La courbe de l'évolution de l'offset en fonction de l'empilement en figure 2-44 révèle des offsets minimisés pour les échantillons 1400, 1401, 1402 et 1403. Le 1400 étant celui pour lequel l'offset est le plus proche de zéro. Ces résultats sont relativement cohérents avec les résultats obtenus en pleine-couche (Figure 2-39).

Finalement, l'hystérésis mesurée doit également être le plus proche de zéro pour maximiser la performance des GMRs. La courbe de l'hystérésis en fonction de l'empilement est représentée en figure 45.

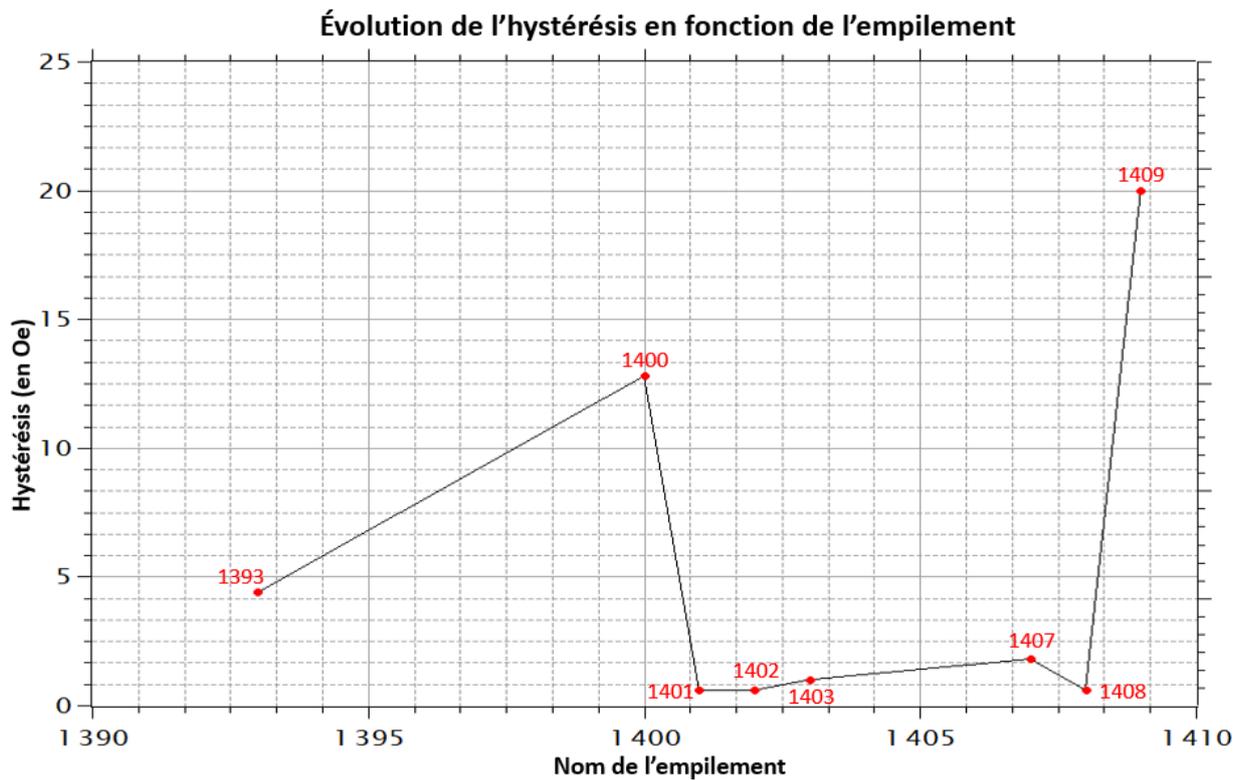


Figure 2-45 : Évolution de l'hystérésis en fonction de l'empilement.

Comme l'illustre la courbe de la figure 2-45, les empilements permettant d'avoir une hystérésis le plus proche possible de zéro sont : 1401, 1402, 1403, 1407 et 1408.

Finalement, il apparaît que les seuls empilements parvenant à concilier tous ces paramètres sont les empilements 1401 et 1402. De plus, l'empilement 1402 semble maximiser les performances concernant la MR, et donne des résultats très proches du 1401 pour le ratio des sensibilités, l'offset et l'hystérésis. Les performances des empilements sont résumées dans le tableau de la figure 2-46.

Stack	MR (en %)	Sensibilités (en $V/V_{\text{alim}}/T$)			Offset (en Oe)	Hystérésis (Oe)
		Sensibilité à 0°	Sensibilité à 90°	Rapport $90^\circ/0^\circ$		
1393	6.48	13.37	5.94	0.4	5.20	4.40
1400	5.60	8.10	0.71	0.09	-0.80	12.80
1401	6.95	10.68	-0.05	-0.004	-7.50	0.60
1402	7.71	12.45	-0.17	-0.01	-6.90	0.60
1403	5.84	-7.28	0.21	-0.03	-6.70	1.00
1407	6.77	-10.90	0.67	-0.06	3.30	1.80
1408	6.75	10.14	0.56	0.05	-12.90	0.60
1409	3.62	-7.21	0.10	-0.01	-67.60	20.00

Figure 2-46 : Tableau récapitulatif des performances des empilements étudiés. L'empilement surligné en vert est celui retenu pour la suite : le 1402 avec une épaisseur de cuivre de 2,3 nm. Remarque : $10\%/mT = 1 V/V_{\text{alim}}/T$.

Pour conclure, cette étude a permis de définir l'empilement optimal pour les mesures de sonde 3D, il s'agit du 1402 représenté en figure 2-9.

Les capteurs magnéto-résistifs et plus particulièrement les capteurs à magnétorésistance géante ont été choisis pour le développement du scanner magnétique à sonde locale 3D pour leur très bonne sensibilité de l'ordre du nT/\sqrt{Hz} , leurs dimensions micrométriques permettant d'atteindre des résolutions de l'ordre de la dizaine de microns et de les intégrer facilement dans un dispositif de mesures à balayage, mais aussi pour l'accessibilité à leurs propriétés via l'empilement, qui les rends très modulables et adaptables aux applications visées. En effet, nous avons vu dans ce chapitre que l'effet GMR appliqué aux capteurs magnétiques est régi par un ensemble de couplages magnétiques directs, indirects ou intrinsèques qui permettent d'avoir une couche dure dont l'aimantation est fixée et une couche libre dont l'aimantation peut suivre celle du champ appliqué avec une réponse linéaire centrée autour de champ nul avec une gamme de linéarité plus ou moins large selon les besoins de l'étude. Aussi, nous avons vu qu'il est possible de jouer sur l'épaisseur d'espaceur pour modifier le mode de renversement de la couche libre et améliorer le caractère unidirectionnel de la sensibilité des capteurs. Cela nous a permis de déterminer un nouvel empilement optimal pour ce projet, permettant de maximiser la sensibilité suivant l'axe de référence, de minimiser celle suivant l'axe perpendiculaire et de maximiser le ratio MR. De plus, nous avons vu que les perturbations extérieures sont à l'origine d'un bruit environnement, susceptible de nuire à la mesure. La compréhension des mécanismes

responsables de l'apparition de ce bruit permet d'adapter le dispositif de mesure en conséquence.

Dans le chapitre suivant, nous présenterons comment les capteurs GMRs ainsi développés sont intégrés dans un dispositif de mesure à balayage pour concevoir un scanner magnétique à sonde locale 3D capable de cartographier les trois composantes du champ magnétique de fuite émis par un matériau.

Références:

- [1] M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen van Dau, F. Petroff, P. Eitenne, G. Creuzet, A. Friederich, and J. Chazelas, “Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices”, *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 61, No. 21, 2472, (1988).
- [2] E.Y. Tsymbal and D.G. Pettifor, *Perspectives of Giant Magnetoresistance*, Solid State Physics, Department of Materials, University of Oxford, Parks Road, Oxford OX1 3PH, UK, DOI: 10.1016/S0081-1947(01)80019-9, (2001).
- [3] N. F. Mott and H.H. Wills, *The Electrical Conductivity of Transition Metals*, Proceedings of The Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, DOI:10.1098/RSPA.1936.0031, (1936).
- [4] B. Dieny, Giant magnetoresistance in spin-valve multilayers, *J. Magn. Magn. Mater.*, Vol. 136, p. 335–359, (1994).
- [5] J-P. Hulin et al., *Reflet de la physique, Dossier spintronique, Dossier_spintronique-Reflets_de_la Physique*, ISSN : 1953-793X – e-ISSN : 2102-6777, (2012).
- [6] J. Mathon, Theory of magnetic multilayers. Exchange interactions and transport properties, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 100, p. 527-543, (1991).
- [7] J.Mathon, *Contemp.Phys*, Vol. 32, p. 143-156, (1991).
- [8] T. Valet et A. Fert, Theory of the perpendicular magnetoresistance in magnetic multilayers, *Physical Review B*, Vol. 48, No. 10, (1993).
- [9] Julien Moulin, Thèse « Microscopie magnétique locale par intégration de nanocapteurs magnétorésistifs », Université Paris-Saclay, (2020).
- [10] H. Ebert , J. Banhart, et al., dans *Encyclopédie des matériaux : science et technologie*, (2001).
- [11] A. Bartok, L. Daniel, A. Razek, Un modèle multi-échelle pour les capteurs AMR à couches minces, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, (2012).
- [12] Lisa Jogschies, Daniel Klaas, et al., Recent Developments of Magnetoresistive Sensors for Industrial Applications Rahel Kruppe, *Sensors*, doi:10.3390/s151128665, (2015).
- [13] M. Baldini et al, Origin of colossal magnetoresistance in LaMnO₃ manganite, *PNAS*, Vol. 112, No. 35, (2015).

- [14] P D Battle et al, Colossal magnetoresistance, *J. Phys.: Condens. Matter*, Vol. 8, L427, (1996).
- [15] Claude Fermon, *Nanomagnetism: Applications and Perspectives*, Series “Nanotechnology Innovation & Applications”, Vol. 9, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, (2017).
- [16] J. L. Leal et M. H. Kryder, Spin valves exchange biased by Co/Ru/Co synthetic antiferromagnets, *J. Appl. Phys*, 83, 3720–3723, (1998).
- [17] J. Nogués et I. K. Schuller, Exchange bias, *J. Magn. Magn. Mater*, 192, 203–232, (1999).
- [18] L. Thomas, M. G. Samant, and S. S. P. Parkin, Domain-Wall Induced Coupling between Ferromagnetic Layers, *Phys. Rev. Lett.*, 84, 1816, (2000).
- [19] A. V. Silva et al., Linearization strategies for high sensitivity magnetoresistive sensors, *Eur. Phys. J. Appl. Phys.*, 72, 10601, (2015).
- [20] J. Moulin et al., Optimizing magnetoresistive sensor signal-to-noise via pinning field tuning, *Cond-Mat Physicsphysics*, ArXiv190904531, (2019).
- [21] Michel Hehn, thèse « Magnétisme et transport polarisé en spin : de la couche mince aux dispositifs à électronique de spin », Université Henri Poincaré - Nancy I, (2004).
- [22] B. D. Schrag et al., Néel “orange-peel” coupling in magnetic tunneling junction devices, *Appl. Phys. Lett.*, 77, 2373–2375, (2000).
- [23] P. Bruno and C. Chappert, Ruderman-Kittel theory of oscillatory interlayer exchange coupling, *Phys. Rev. B*, 46, 261, (1992).
- [24] P. Bruno, Theory of interlayer magnetic coupling, *Phys. Rev. B*, 52, 411, (1995).
- [25] S. P. Parkin and D. Mauri, “Spin engineering: Direct determination of the ruderman-kittel-kasuya-yosida far-field range function in ruthenium,” *Physical Review B*, vol. 44, pp. 7131–7134, (1991).
- [26] P. De Bièvre, *The International Vocabulary of Metrology: “VIM”*. Accreditation Qual. Assur. 17, (2012).
- [27] L. Huang et al., Noise suppression and sensitivity manipulation of magnetic tunnel junction sensors with soft magnetic Co_{70.5}Fe_{4.5}Si₁₅B₁₀ layer. *J. Appl. Phys.*, 122, 113903, (2017).

- [28] B. Raquet, *Electronic Noise in Magnetic Materials and Devices in Spin Electronics* (eds. Ziese, M. & Thornton, M. J.), Springer Berlin Heidelberg, 232–273, doi:10.1007/3-540-45258-3_11, (2001).
- [29] C. Fermon et M. Pannetier-Lecoer, *Noise in GMR and TMR sensors in Giant Magnetoresistance (GMR) Sensors*, doi:10.1007/978-3-642-37172-1_3, (2013).
- [30] I. Altarev et al., *A magnetically shielded room with ultra low residual field and gradient*, *Review Of Scientific Instruments*, 85, 075106, (2014).
- [31] J.B. Johnson, *Thermal Agitation of Electricity in Conductors*, *Nature*, 119, 50-51, (1927).
- [32] H. Nyquist, *Thermal Agitation of Electric Charge in Conductors*, *Phys. Rev.*, 32, 110, (1928).
- [33] R.F. Voss et J. Clarke, *Flicker (1/f) noise: Equilibrium temperature and resistance fluctuations*, *Phys. Rev. B*, 13, 556–573, (1976).
- [34] F.N. Hooge, *1/f noise*, *Phys. BC*, 83, 1, 14–23, (1976).
- [35] J. Scola et al., *Noise in MgO barrier magnetic tunnel junctions with CoFeB electrodes: Influence of annealing temperature*, *Appl. Phys. Lett.*, 90, 252501, (2007).
- [36] C. Reig, S. Cardoso et S. Mukhopadhyay, *Giant Magnetoresistance (GMR) Sensors - From Basis to State-of-the-Art Applications*, Springer, (2013).
- [37] E. Montebancho, A. Solignac, C. Chopin, J. Moulin, P. Belliot, N. Belin, P. Campiglio, C. Fermon, M. PannetierLecoer, *Normalization and correction factors for magnetic tunnel junction sensor performances comparison*, *IEEE Sensors J.*, Vol. 21, No. 14, pp. 15993–15998, (2021).
- [38] Fawaz Hadadeh, *Thèse « 3D Probe for Magnetic Imaging and Non-destructive Testing »*, Université Paris Saclay, (2018).
- [39] F. Hadadeh, A. Solignac, M. Pannetier-Lecoer, N. Sergeeva-Chollet, and C. Fermon, *3D Magnetic Imaging With GMR Sensors*, *IEEE SENSORS JOURNAL*, Vol. 19, No. 22, (2019).

Chapitre 3 : Le scanner magnétique à sonde locale 3D

I.	Présentation de l'instrument.....	132
a.	La sonde 3D.....	132
i.	Capteurs	132
ii.	Support pyramidal	135
iii.	Montage d'une sonde 3D.....	135
b.	Electronique de mesure	137
c.	Logiciel d'instrumentation	139
d.	Contrôle de la hauteur	140
i.	Dispositif interne	140
ii.	Dispositif externe.....	141
iii.	Dispositifs logiciels	144
e.	Les dispositifs de mesure sonde 3D.....	146
i.	Imageur magnétique SPEC.....	147
ii.	Imageur magnétique GET	148
iii.	Contrôle non destructif	149
II.	Contraintes expérimentales.....	150
a.	Les perturbations	150
i.	L'environnement	151
ii.	La température	151
b.	Suppression des dérives	151
i.	Gradiomètre	151
ii.	Pont de Wheatstone	152
iii.	Configuration utilisée pour la sonde 3D.....	155

c. Résultats	159
Annexe 1 : Calcul de la tension de sortie d'un pont complet de Wheatstone.....	162
Références.....	164

Chapitre 3 : Le scanner magnétique à sonde locale 3D

Les deux premiers chapitres ont permis d'introduire les notions fondamentales utilisées dans ce travail de thèse et nécessaires à sa compréhension, le premier de manière globale en définissant le cadre de l'étude et le deuxième de façon spécifique en se concentrant sur les capteurs GMRs. Le travail sur les capteurs GMRs réalisé pendant cette thèse est motivé par un objectif précis : la réalisation d'un scanner magnétique à sonde locale 3D. En effet, il s'agit de créer une sonde constituée de capteurs GMRs et capable de mesurer localement les trois composantes des champs de fuite émis par un matériau en scannant sa surface. Pour cela, un instrument de mesure est développé au laboratoire, constitué d'une sonde 3D contenant les capteurs GMRs et intégrable à un dispositif de mesure à balayage ou scanner.

I. Présentation de l'instrument

Ainsi, le principal constituant du scanner magnétique est la sonde 3D. Elle est constituée de capteurs GMRs disposés sur des « puces GMRs », elles-mêmes disposées sur un support pyramidal. Une électronique de mesure adaptée a été développée pour traiter le signal reçu par les capteurs. Un logiciel d'instrumentation a été mis en place pour permettre le pilotage du balayage ainsi que l'acquisition du signal. Enfin, un travail a été réalisé pour apporter un contrôle de la hauteur.

a. La sonde 3D

i. Capteurs

1. Puces GMR

La sonde 3D est constituée de 3 ou 4 puces sur lesquelles se trouvent les capteurs GMRs (Figure 3-1). Les puces sont de formes triangulaires afin d'être disposées sur chacune des faces d'un support pyramidal. En effet, nous avons vu dans le chapitre précédent que les capteurs GMRs

sont sensibles de façon planaire et unidirectionnelle, ainsi le fait de les disposer, à 0°, à 90° et de les surélever avec un support pyramidal (Figure 3-4), permet d'accéder à la mesure des trois composantes des champs magnétiques de fuite émis par un matériau à l'issue du balayage de sa surface.

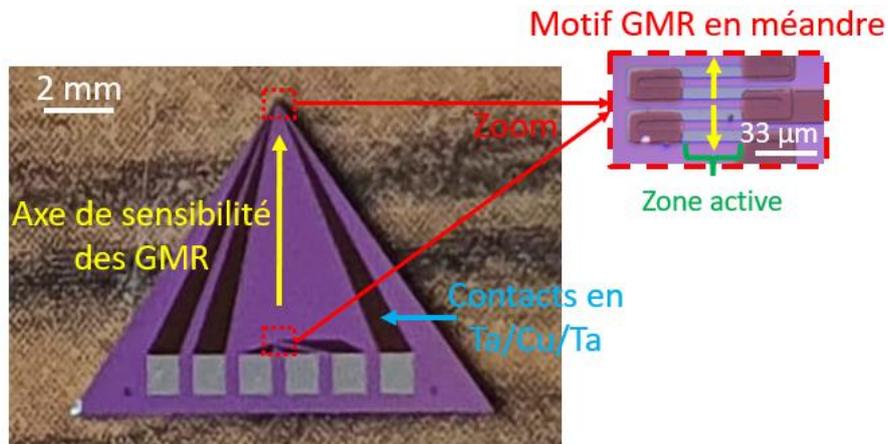


Figure 3-1 : Puce GMR sonde 3D. La puce est de forme triangulaire et contient en tout quatre capteurs GMRs, deux au niveau de la pointe et deux plus éloignés. Les GMRs sont sous la forme d'un motif en méandre contenant deux capteurs GMRs avec des directions de sensibilités opposées (la raison de ces sensibilités opposées sera détaillée en II).

Chaque puce contient au total quatre capteurs : deux au niveau de la pointe, destinés à être au plus proche du matériau à mesurer et deux autres plus éloignés, destinés à supprimer les perturbations liées à l'environnement (cela sera développé en II). De plus, des contacts en Ta/Cu/Ta permettent de faire le lien entre les zones actives des méandres et le reste de l'électronique de mesure. La forme en méandre est choisie car cela permet d'avoir deux capteurs GMRs à la suite avec une zone de détection carrée, ce qui sera utile pour le traitement des dérives (II), mais aussi car cette structure permet de limiter la formation de domaines à saturation. Par ailleurs, la longueur totale de la zone active de chaque capteur détermine la valeur de sa résistance.

2. Optimisations

Les puces GMRs sont dessinées sur le logiciel Klayout puis réalisées par lithographie laser comme décrit dans le chapitre précédent (Figure 2-18). Ainsi, le masque peut être mis à jour et optimisé à chaque nouvelle réalisation si besoin. La dernière version du masque utilisée pour le montage des sonde 3D (Figure 3-2) permet de diminuer la distance capteur-pointe, en positionnant tous les contacts du même côté. Cependant, ce masque est encore améliorable car il possède des contacts très proches de la bande de découpe (à 1.8 µm de la première ligne de

découpe, sachant que la bande de découpe est de $30\ \mu\text{m}$), ce qui représente un danger de court-circuit.

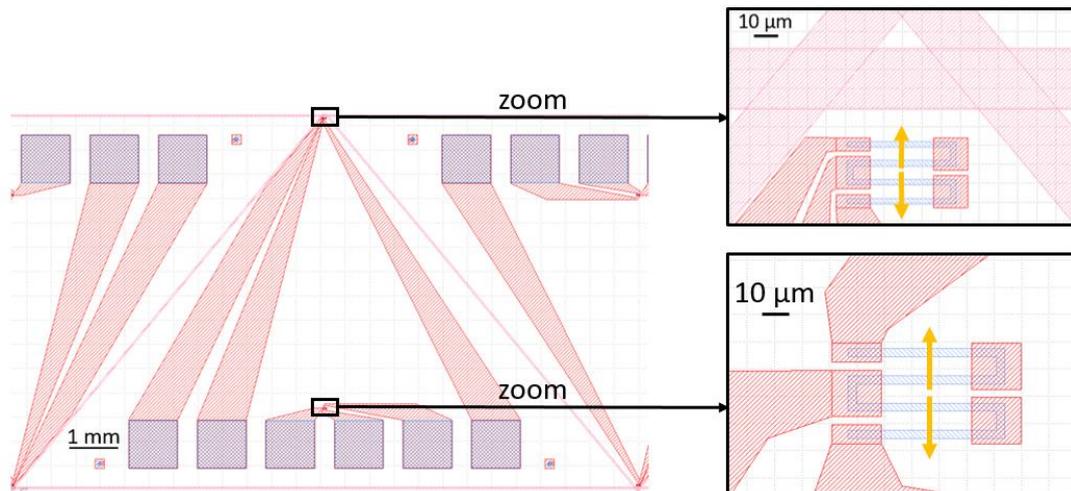


Figure 3-2 : Masque Klayout de la sonde 3D et zooms sur les méandres situés au niveau de la pointe (la distance capteur-pointe est de $70\ \mu\text{m}$) et de la base de la puce GMR. Les flèches jaunes indiquent les directions de sensibilité des capteurs.

Une solution pour se rapprocher au maximum de la pointe peut être de retourner le méandre (Figure 3-3). Cependant, même après surélévation par le support pyramidal, le capteur ne sera pas sensible suivant z mais uniquement suivant x ou y (selon sa position sur la pyramide). Ce type de puce peut être utilisé en complément d'autres puces, par exemple avec deux puces classiques (type Figure 3-2) et deux puces à méandres retournés (type Figure 3-3), pour minimiser la contribution de la composante z , qui a tendance à écraser les contributions des composantes x et y . De plus, le fait de prolonger les méandres (Figure 3-3) permet de limiter la formation de domaines magnétiques.

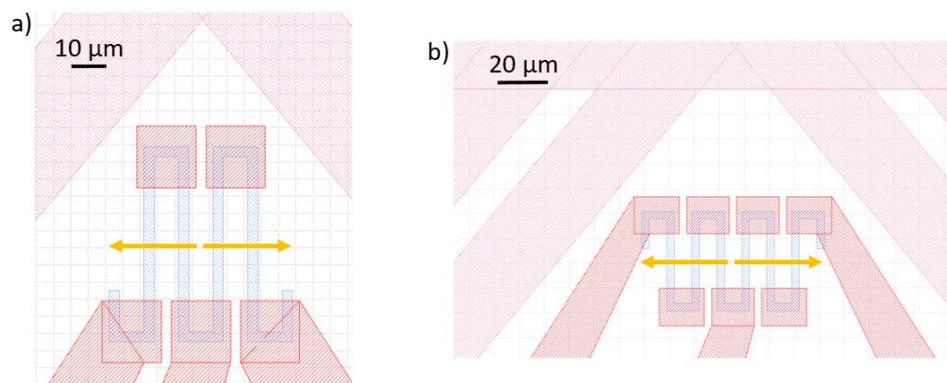


Figure 3-3 : Masques Klayout de la sonde 3D (zoom sur le méandre situé au niveau de la pointe de la puce GMR) avec une distance capteur-pointe de $30\ \mu\text{m}$ (a) et de $60\ \mu\text{m}$ (b). Les flèches jaunes indiquent les directions de sensibilité des capteurs.

ii. Support pyramidal

Les capteurs GMRs sont disposés sur un support pyramidal afin de reconstruire l'information 3D (Figure 3-4) [1]. En effet, comme expliqué dans le chapitre précédent, les capteurs GMRs possèdent une sensibilité planaire dans une direction. Ainsi le fait de les disposer à 0° , 90° et de les surélever de 26° grâce au support pyramidal permet de mesurer les trois composantes des champs de fuites émis par un matériau en scannant sa surface. L'angle d'inclinaison de la pyramide de 26° est choisi de manière à ce que la sensibilité le long de l'axe z soit égale à la moitié de la sensibilité le long des axes x et y. Ainsi, si la sonde est constituée de quatre puces, deux d'entre elles seront sensibles selon x et $\frac{1}{2}$ de z, et les deux autres seront sensibles selon y et $\frac{1}{2}$ de z. Ce qui au total permet d'avoir une redondance pour les trois composantes. Le support pyramidal est imprimé en résine par impression 3D UV par photo-polymérisation (ELEGOO Imprimante 3D LCD UV). Cette impression limite pour l'instant la précision sur le positionnement des puces sur la pyramide.

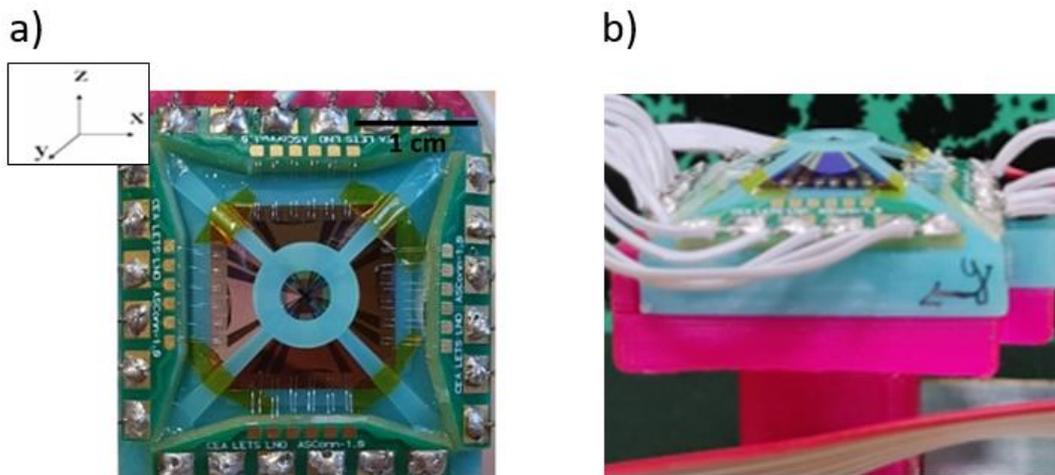


Figure 3-4 : Photographie de la sonde 3D avec les puces GMRs montées sur le support pyramidal avec une vue de haut d'une sonde 3 (a) et une vue de profil (b).

iii. Montage d'une sonde 3D

Le montage d'une sonde 3D s'articule en différentes étapes présentées en Figure 3-5.

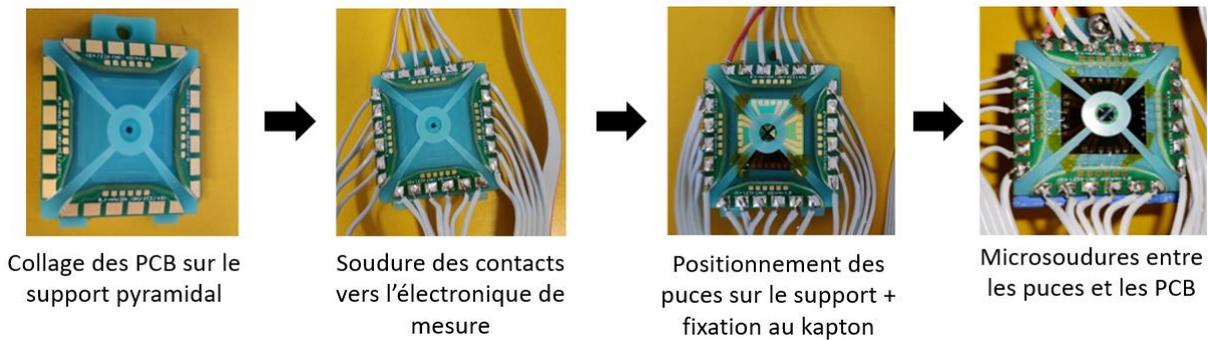


Figure 3-5 : Étapes du montage d'une sonde 3D.

Tout d'abord, il s'agit de coller les PCB sur le support pyramidal. Pour cela, une faible quantité de colle Araldite est appliquée sur le dessous de chaque PCB, qui est ensuite posé sur le support au niveau de la base de chaque face de la pyramide. Il est important de patienter quelques heures que la colle sèche pour pouvoir manipuler le support. Ensuite, il faut souder les contacts vers l'électronique de mesures. Ainsi, une nappe est utilisée et il est essentiel de faire attention à l'ordre de soudure sur le support qui doit correspondre à l'électronique à laquelle la sonde sera connectée. En tenant le support avec l'emplacement pour la vis positionné vers le haut, le marqueur rouge peut être pris comme point de repère et doit se trouver tout à gauche. Par ailleurs le positionnement des puces sur le support est facilité par la présence d'encoches qui ont été ajoutées pour permettre un pré-positionnement des puces via le support (Figure 3-6). Cela permet également d'apporter un contrôle des décalages entre les puces. Cependant, ce pré-positionnement n'est pas suffisant. En effet, la sonde va être positionnée pointe vers le bas pendant la mesure, donc les puces sont susceptibles de bouger. C'est pour cela que la fixation est complétée au kapton. L'intérêt du kapton est qu'il offre une fixation amovible des puces, ce qui permet de pouvoir changer une puce si nécessaire, sans la casser (ce qui est impossible dans le cas d'une fixation à la glue ou à l'Araldite). Finalement, la dernière étape consiste à connecter les capteurs des puces aux PCB via des microsoudures afin de faire le lien avec l'électronique de mesure.

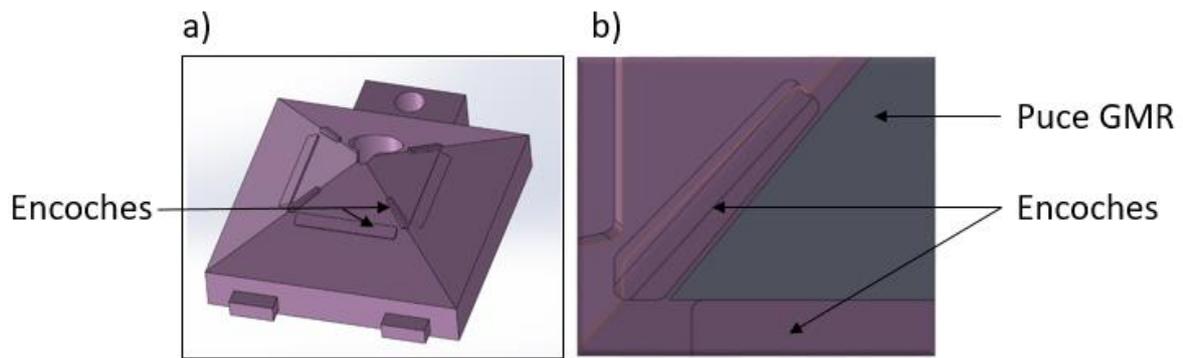


Figure 3-6 : (a) Vue 3D du support pyramidal sur le logiciel de Design des supports. (b) Zoom sur les encoches et le positionnement des puces GMRs par rapport aux encoches.

Le schéma détaillé des éléments constitutifs d'une sonde 3D montée est présenté en figure 3-7.

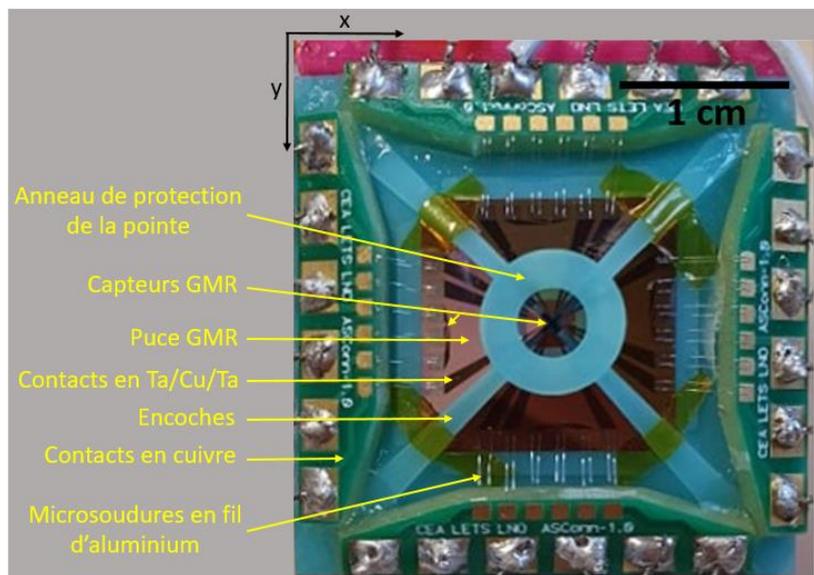


Figure 3-7 : Schéma détaillé des éléments constitutifs d'une sonde 3D.

b. Electronique de mesure

La première mesure à réaliser est la mesure de la résistance des capteurs afin de vérifier que les capteurs sont fonctionnels. Pour cela un boîtier a été réalisé (Figure 3-8) et permet de mesurer les résistances des capteurs séparément via des connecteurs BNC. La sonde est connectée au boîtier et les capteurs de chaque puce sont mesurables indépendants en utilisant des BNC différentes. Par convention les puces et les capteurs sont numérotés de 1 à 4 (Figure 3-9), la

vis peut être prise comme point de repère, tel que la puce sur cette face de la pyramide est le numéro 4. Ensuite, se trouvent les puces 3, 2 et 1, en suivant le sens des aiguilles d'une montre. Cette convention est suivie pour le développement des boîtiers électroniques.



Figure 3-8 : Boîtier électronique de mesure des résistances des capteurs GMRs. La sonde est connectée au boîtier par un connecteur Sub-D à 25 voies, les résistances des capteurs peuvent ainsi être mesurées en sortie des BNC. Ce boîtier permet également de mesurer la $R(H)$ et le bruit (cf Chapitre 2.III.a. et b.).

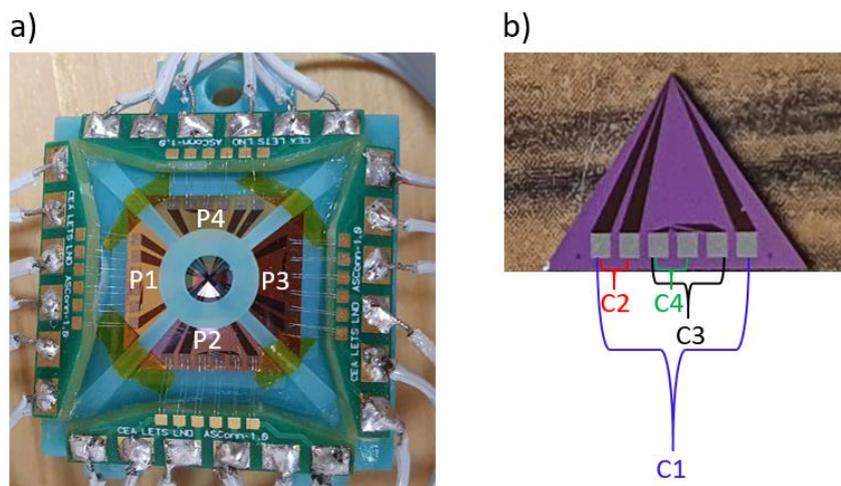


Figure 3-9 : Schéma des conventions prises pour numéroter les puces (a) et les capteurs (b). Cette convention est utilisée dans tous ces travaux de thèse. Par ailleurs, deux étages de capteurs sont à distinguer : les capteurs situés au niveau de la pointe des puces, dits proches et notés « p » et les capteurs au niveau de la base des puces, plus éloignés notés « l ».

Ensuite, il s'agit de réaliser la mesure permettant d'utiliser la sonde 3D pour scanner la surface d'un échantillon et recueillir le signal enregistré par les capteurs afin de le traiter et d'en déduire une mesure quantitative des champs de fuite émis par l'échantillon. Pour cela, il faut une source

pour l'alimentation des GMRs (soit de courant type Keithley, soit une pile), une amplification, un filtrage et une acquisition vers l'ordinateur.

De plus, les capteurs (lointains et proches) sont intégrés au sein de deux demis ponts de Wheatstone pour limiter les perturbations liées à l'environnement et à la température (ce développement sera détaillé en II de ce chapitre). Le signal est ensuite pré-amplifié ($G = 100$), amplifié ($G = 10$), puis filtré (fréquence de coupure = 3 kHz), avant d'être acquis au moyen d'une carte d'acquisition issue du commerce (National Instrument), puis transmis à l'ordinateur. Le schéma de fonctionnement est représenté en figure 3-10.

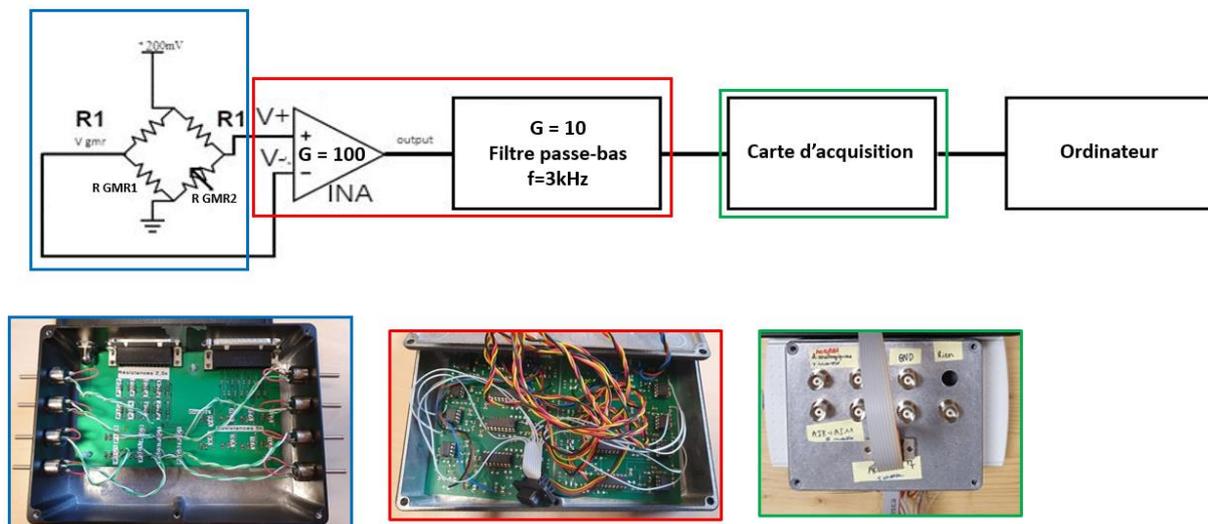


Figure 3-10 : Schéma de fonctionnement de la mesure. Les photos des boîtiers électroniques sont associées aux blocs de la chaîne de mesure.

c. Logiciel d'instrumentation

Afin de scanner la surface d'un échantillon, la sonde est positionnée sur un bâti fixe et l'échantillon à mesurer est positionné sur une plaque pilotée par des moteurs à trois axes : x, y et z. Les moteurs sont contrôlés par un logiciel d'instrumentation qui permet de lancer un scan en spécifiant la hauteur, les positions de début et de fin de scan, ainsi que le pas souhaité. Une fonction d'acquisition du signal et de conversion en fichier .txt complète ce logiciel. De plus, des fonctions permettent également un affichage des profils de scans et des cartographies directement sur le logiciel.

Le programme de pilotage a été codé en utilisant le langage de programmation Pascal avec le logiciel Lazarus. Cet outil a été choisi car il est spécifiquement dédié à la réalisation d'interfaces graphiques et possède un certain nombre de fonctionnalités pré-implémentées facilitant la programmation, en comparaison à Python. De plus, le temps de calcul, pour ce type de développement, est plus faible sur Lazarus que sur Python.

d. Contrôle de la hauteur

Lors du scan d'un échantillon il est essentiel de maîtriser la hauteur de scan pour différentes raisons. En effet, les capteurs proches sont à environ $70\ \mu\text{m}$ de la pointe des puces en position horizontale (Figure 3-2), mais sur le support pyramidale la distance entre les capteurs proches et la pointe est d'environ $53\ \mu\text{m}$ (pour un angle d'inclinaison de 26°). Aussi, le moindre impact peut menacer leur intégrité. De plus, l'échantillon peut ne pas être plan sur toute sa surface et la distance sonde-échantillon peut être amenée à varier au cours du scan, ce qui peut entraîner un contact non souhaité entre la pointe et l'échantillon et casser les capteurs proches. La mesure précise de la hauteur de scan tout au long du scan est également un paramètre important pour la reconstruction des champs car leur valeur dépend grandement de la hauteur des capteurs par rapport à l'échantillon.

Ainsi, différentes solutions sont proposées : un contrôle mécanique de la hauteur grâce à un anneau de protection de la pointe de la sonde (Figure 3-11), un contrôle optique avec un interféromètre laser, ou encore un contrôle de contact en utilisant un diapason.

i. Dispositif interne

1. Anneau de protection

Ce dispositif vient s'inscrire dans le prolongement du support pyramidal. Quatre bras partent des quatre coins de la pyramide pour surélever un anneau à une hauteur de $50\ \mu\text{m}$ au-dessus de la pointe (Figure 3-11). Ainsi, il est possible de réaliser le scan d'un échantillon en étant en contact avec l'anneau sans endommager la pointe. Pour faciliter le mouvement de l'anneau sur l'échantillon une solution peut être d'appliquer une huile amagnétique sur l'échantillon et utiliser un système de scanner adapté (contrôlant la force avec laquelle la sonde est en contact

avec la surface). Dans la pratique, il est préférable de maintenir un espace d'environ $10\ \mu\text{m}$ entre l'anneau et l'échantillon afin d'amortir ses éventuels défauts de planéité.



Figure 3-11 : Vue 3D du support pyramidal avec un anneau de protection au-dessus de la pointe.

Les avantages de ce dispositif sont qu'il est simple à mettre en place et propose une protection efficace de la sonde 3D. Cependant, il nécessite un système de scan adapté pour tenir compte des défauts de planéités potentiels (travail en cours avec l'équipe de Nicolas Geyskens de la DT INSU et son étudiant en alternance Labasse Berthe).

ii. Dispositif externe

1. Interféromètre laser

L'interféromètre laser utilisé au laboratoire est un optoncdt de μpsilon , il s'agit d'un outil de mesure dimensionnel très précis avec une résolution de $0,0015\%$ (datasheet). Le faisceau incident émis par le laser est réfléchi par la surface de l'échantillon sur un capteur CCD (Figure 3-10). La position du faisceau réfléchi sur le capteur permet de déterminer la distance parcourue par le faisceau incident. En effet, le capteur CCD convertit le signal électrique détecté en une distance. L'interféromètre laser possède un intervalle de fonctionnement de $[0 ; 2]$ mm, où la variation de la tension par rapport à la hauteur est linéaire (Figure 3-12).

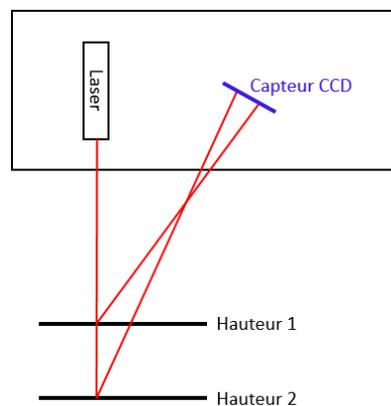


Figure 3-12 : Schéma de fonctionnement d'un interféromètre laser.

Afin de contrôler la hauteur de la sonde par rapport à l'échantillon, l'interféromètre laser a été fixé au bâti sur lequel est la sonde 3D. Une autre version de support pyramidal (Figure 3-13) possède un trou libre pour le passage des faisceaux incident et réfléchi.

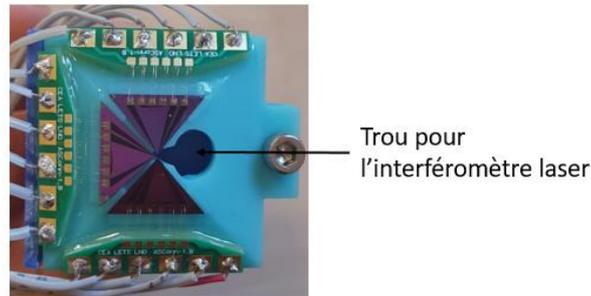


Figure 3-13 : Positionnement du trou pour le passage des faisceaux de l'interféromètre laser sur le support pyramidal.

La tension aux bornes de l'interféromètre a été mesurée pour différentes distances échantillon-interféromètre, la caractéristique obtenue est présentée en Figure 3-14 [2]. Les tensions sont enregistrées par la carte d'acquisition. Afin de régler le 0 au sommet de la sonde, une calibration est nécessaire. Cependant, le trou du laser n'est pas au sommet de la sonde. Par conséquent, il ne mesure pas exactement la hauteur au même endroit que les capteurs. Il faut donc prendre en compte ce décalage dans la reconstruction des champs pour obtenir la hauteur effective de scan des capteurs.

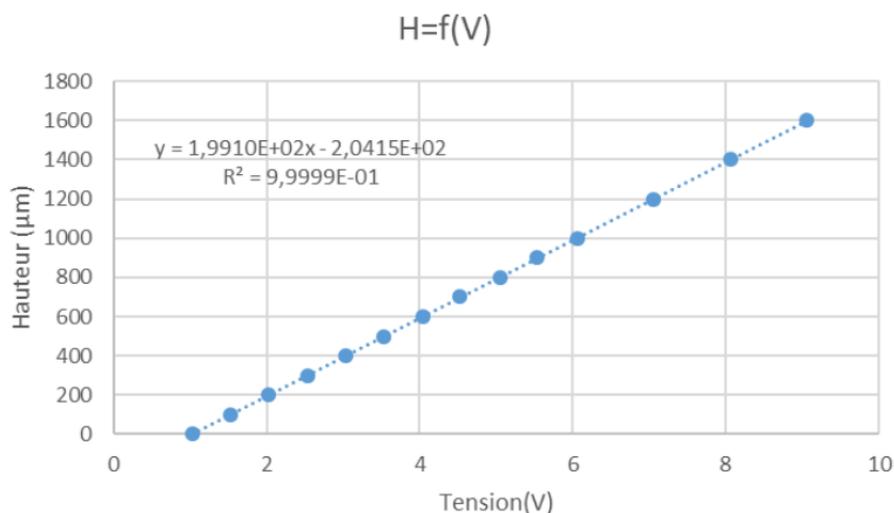


Figure 3-14 : Courbe caractéristique de la tension (volts) en fonction de la hauteur (µm). La gamme de linéarité est située dans l'intervalle [0 ; 2] mm. Au-delà de cette zone, un phénomène de saturation apparaît, ce qui nous donne une valeur de tension inexploitable.

Finalement, l'interféromètre laser propose un contrôle de la hauteur théoriquement précis, qui perd nettement en précision dans la pratique. L'impossibilité d'intégrer le dispositif, trop volumineux, au niveau de la pointe, pour mesurer la hauteur réelle de scan, introduit une incertitude non négligeable dans le calcul de la hauteur. De plus, une dérive en température peut être observée et modifier la pente de la caractéristique, ce qui demande une calibration régulière afin de corriger les coefficients de linéarités [2].

2. Diapason de quartz

Le diapason de quartz se caractérise par sa fréquence de résonance relativement stable dans le temps (environ 32 750 Hz). Très utilisé dans l'horlogerie et l'électronique, il entre en oscillation lorsqu'il est alimenté à sa fréquence de résonance par un Générateur Basse Fréquence (GBF). Cependant, à l'approche d'une surface, l'amplitude de vibration sera modifiée en raison de forces supplémentaires liées aux interactions élémentaires présentement (les interactions de Van der Waals et électrostatiques). Ainsi, il est possible d'accéder à la distance diapason-surface en mesurant la variation d'amplitude par l'intermédiaire de la tension aux bornes du diapason avec un lock-in qui extrait le signal à la fréquence de résonance du diapason. La courbe de l'évolution de la tension aux bornes du diapason en fonction de la distance est représentée en Figure 3-15, il apparaît que le diapason n'est pas sensible aux interactions surfaciques jusqu'à environ 4 μm de la surface. Au-delà, une chute de la tension est observée jusqu'à une tension seuil constante lorsqu'il y a contact entre le diapason et la surface, jusqu'à cassure du diapason.

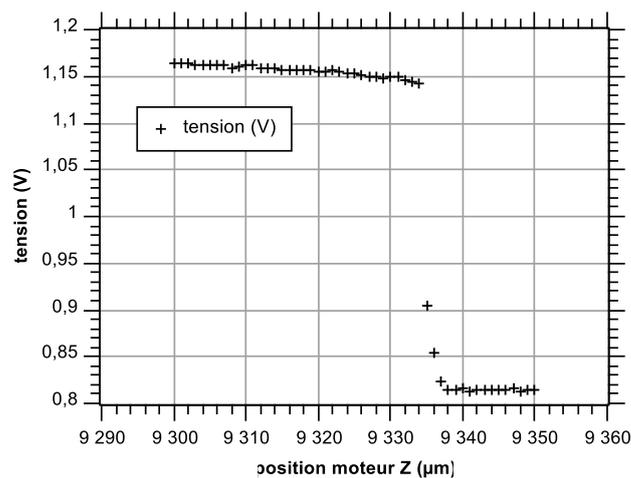


Figure 3-15 : Courbe d'approche retrait du diapason, réponse du diapason en fonction de la position du moteur suivant l'axe z [2].

Contrairement à l'interféromètre laser, il est possible de coller le diapason au plus près des capteurs. En effet, un petit trou est laissé au centre de la pyramide pour faire passer un fil d'aluminium d'un diamètre de 32 μm collé au diapason.

En plus d'apporter un contrôle de la hauteur, permettant la réalisation de mesures au plus près de l'échantillon (quelques microns), le diapason permet aussi de protéger les capteurs. L'utilisation d'une fibre optique de faible diamètre est également envisageable [2].

3. Caméra

La hauteur de balayage peut également être estimée grâce à une caméra placée à 90° du plan de l'échantillon (Figure 3-16) et à la prise d'images à différentes hauteurs. En effet, par mesure en pixels de la distance capteurs-échantillon à une hauteur connue, et produit en croix avec le nombre de pixel à la hauteur de balayage. Cette méthode sera davantage développée dans le chapitre 4 (I.b.(iv)). Il s'agit de la méthode couramment utilisée.

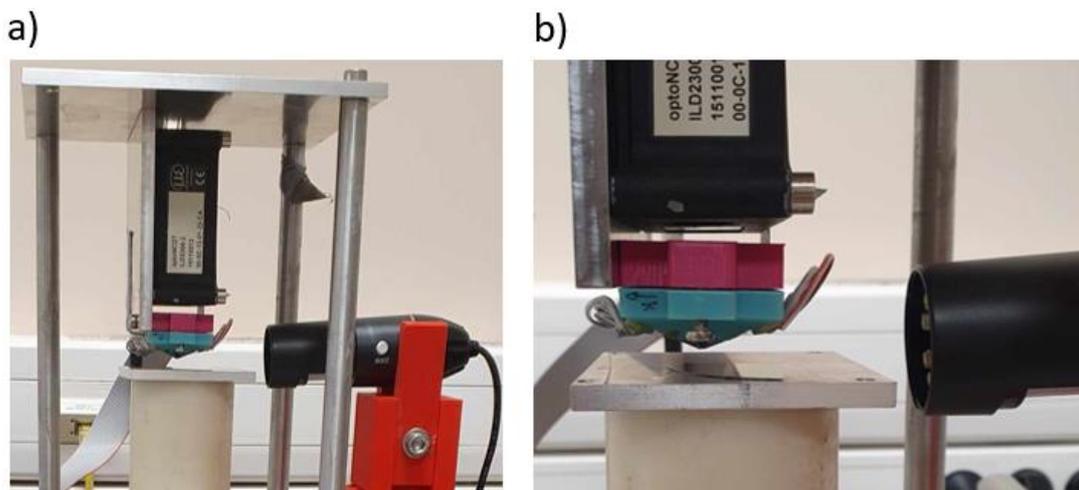


Figure 3-16 : Photographie de la caméra : vue globale (a) et zoomée (b).

iii. Dispositifs logiciels

1. Asservissement avec un PID

En raison des défauts de planéité de l'échantillon il est important d'avoir un dispositif capable de compenser les variations de hauteur relative pour maintenir une distance capteurs-échantillon constante tout au long du scan. Une solution peut être de mettre en place un scan asservi (Figure 3-17) en utilisant un PID et un dispositif externe de contrôle de la hauteur.

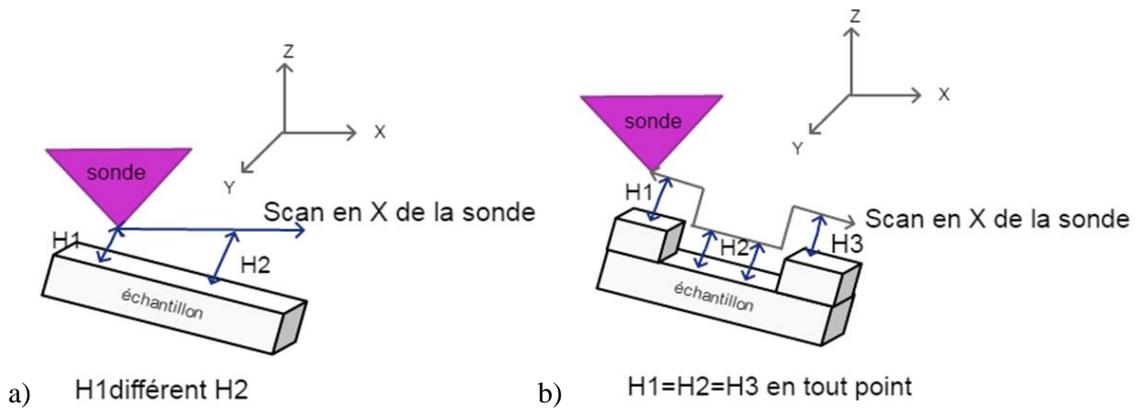


Figure 3-17 : Schéma d'un scan simple (a) et asservi (b) [2,3].

La correction par PID repose sur l'étude de la réponse temporelle à un échelon (Figure 3-18). Une mesure de tension dépendante de la distance capteurs-échantillon peut être obtenue soit par un interféromètre laser, soit par un diapason. La variation de hauteur de l'échantillon correspond à une variation de tension. Ainsi, pour maintenir une distance capteurs-échantillon constante il faut fixer une tension de consigne qui devra rester constante tout au long du scan et corriger les écarts éventuels en comparant la tension mesurée à celle de consigne et en modifiant la hauteur du scan (z). La régulation PID combine des actions de type proportionnelle, dérivée et intégrale, permettant de générer un signal de commande de la forme [3]:

$$H = A(K_p \times \text{erreur} + K_i \times \text{somme des erreurs} + K_d * \text{variation de l'erreur}) \quad (\text{I-1})$$

A est le coefficient de proportionnalité entre la tension mesurée et la hauteur, K_p , K_i et K_d sont respectivement les constantes proportionnelle, intégrale et dérivée. L'erreur correspond à la différence entre la valeur consigne et celle mesurée, la somme des erreurs est prise à un temps t et la variation de l'erreur est prise comme la différence entre deux erreurs successives.

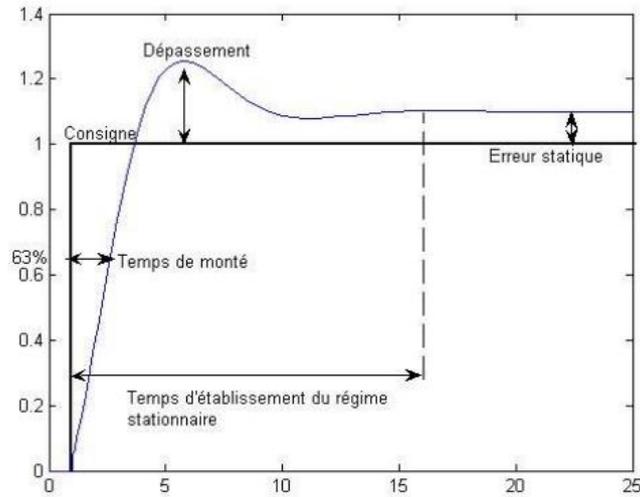


Figure 3-18 : Courbe de la réponse temporelle à un échelon utilisée pour le PID [3].

Un mauvais réglage des constantes (notamment de la constante proportionnelle K_p) peut entraîner un dépassement de la valeur consigne susceptible d'endommager les capteurs. Cependant, ce réglage rajoute du temps de calcul au scan, donc il faut trouver un compromis entre le temps de réalisation du scan et le dépassement possible [3].

2. Correcteur proportionnel avec retour unitaire

L'utilisation d'un modèle plus simple, tel que le correcteur proportionnel avec retour unitaire, apparaît comme un bon compromis pour pallier au problème de maintien d'une hauteur constante, tout en conservant une durée de scan optimale. Cette régulation reprend le principe du PID en ne considérant que l'action proportionnelle [3]:

$$H_{\text{commande}} = A(K_p \times \text{erreur}) \quad (\text{I-2})$$

Ces différentes façons de contrôler la distance capteurs-échantillons ont été investigués pendant la thèse. Un travail supplémentaire est en cours afin de les rendre complètement robustes et utilisables lors des cartographies. Actuellement, la méthode utilisée est celle de la caméra.

e. Les dispositifs de mesure sonde 3D

Dans le cadre de ces travaux de thèse, la sonde 3D présentée plus haut est intégrée dans trois installations (ou setups) de mesures différentes, en fonction de l'application visée. Le premier

setup est installé au LNO et a pour objectif de mesurer des échantillons magnétiques et de cartographier les trois composantes des champs de fuite émis. Le deuxième setup est installé à Toulouse au GET et s'intéresse plus particulièrement à la cartographie 3D des champs magnétiques de fuite émis par les roches magnétiques, appliquée au paléomagnétisme. Les champs mesurés dans ces deux premières installations sont statiques. Le troisième setup, un peu différent, a été réalisé et utilisé pour effectuer un contrôle non destructif de pièces métalliques en cours de la fabrication additive en utilisant la sonde comme récepteur au sein d'un capteur à courants de Foucault.

i. Imageur magnétique SPEC

L'installation présente au LNO (Figure 3-19) permet de scanner la surface d'un matériau magnétique pour cartographier les trois composantes des champs magnétiques de fuite émis par le matériau. Il s'agit d'une mesure surfacique des champs magnétiques statiques non canalisés par le matériau.

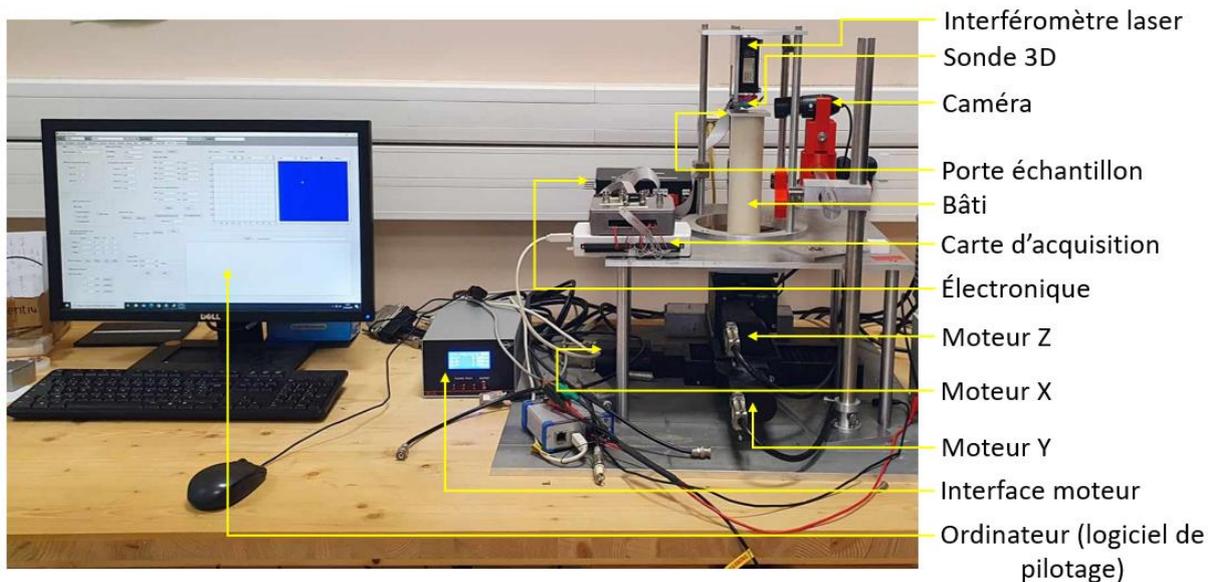


Figure 3-19 : Imageur magnétique 3D du LNO.

L'instrument doit donc permettre de balayer avec la sonde 3D la surface d'un échantillon. Pour cela, la sonde reste statique pendant que l'échantillon, disposé sur un bâti, est mis en mouvement suivant les axes x, y et z par un moteur à trois axes de la marque OWIS. La distance sonde-échantillon est surveillée avec une caméra. Les boîtiers électriques permettent de traiter le signal et de le transmettre à l'ordinateur.

ii. Imageur magnétique GET

L'installation présente au GET (Figure 3-20) reprend les fonctionnalités de la première, à savoir la cartographie 3D des champs magnétiques de fuite d'un échantillon balayé avec la sonde 3D. Cependant, elle est adaptée à la mesure de roches magnétiques, dans la perspective de comprendre l'implication de ces roches dans la tectonique des plaques et reconstruire l'histoire géologique terrestre [4,5]. Il est important que ses mesures soient réalisées dans une enceinte isolée du champ magnétique terrestre.

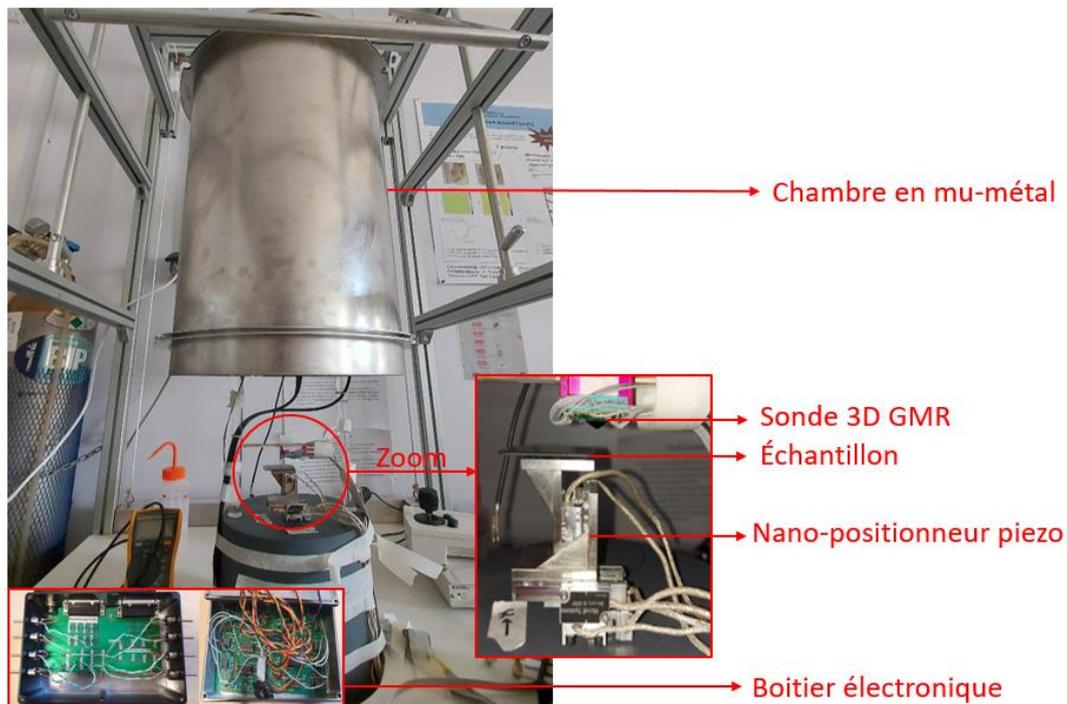


Figure 3-20 : Imageur magnétique 3D du GET.

Ainsi, l'imageur magnétique 3D du GET est constitué d'une chambre en mu-métal afin de pouvoir effectuer la mesure sans le champ magnétique terrestre. L'objectif étant de déterminer le vecteur d'aimantation à l'échelle du grain de roche, le pas de la mesure doit être minimisé, c'est pour cela que les moteurs utilisés sont des nano-positionneurs piézoélectriques. La sonde 3D est disposée sur un support flexible dans le but de réduire l'impact en cas de contact entre la pointe de la sonde et l'échantillon, ce qui permet de préserver l'intégrité des capteurs. Par ailleurs, une caméra permet de régler la distance sonde-échantillon avant le début du scan. Le réglage se fait donc à l'œil et le calcul de la hauteur de scan se fait à posteriori par traitement d'image en faisant plusieurs photos et en appliquant une règle de trois entre le nombre de pixels associés à une distance connue et celui associé à la hauteur de scan (cf. Chapitre 4, I.b.ii.2.(iv)).

Ensuite, comme pour l'installation précédente, les boîtiers électroniques permettent de traiter le signal et de le transmettre à l'ordinateur.

iii. Contrôle non destructif

L'installation présente au LIST se distingue des deux précédentes. Tout d'abord, il ne s'agit pas de scanner l'intégralité d'un échantillon mais de réaliser des profils d'inspection linéaire d'une pièce métallique afin de détecter la présence de défauts surfaciques. Ce type de matériau n'étant pas magnétique mais métallique, il faut travailler en champ alternatif avec la technique des Courants de Foucault (CF) (cf. chapitre 5). Ainsi, la sonde 3D est intégrée comme récepteur au sein d'un capteur CF (cf. chapitre 5).

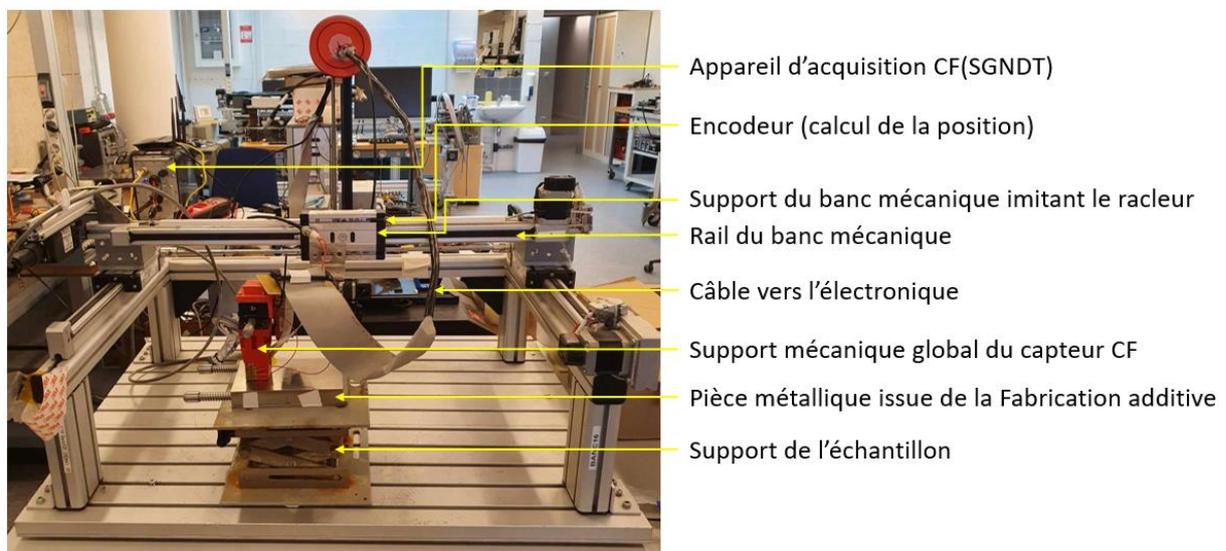


Figure 3-21 : Dispositif de mesure de contrôle non destructif d'une pièce métallique issue de fabrication additive.

L'installation présente au LIST (Figure 3-21) reconstitue les conditions clés du travail en machine de fabrication additive par le procédé L-PBF (cf Chapitre 5). Le capteur CF constitué de la bobine émettrice et de la sonde 3D réceptrice est disposé sur un support mécanique, lui-même rattaché à un banc mécanique visant à imiter le racleur présent dans la machine de fabrication additive par le procédé L-PBF (cf Chapitre 5, Figure 5-10). Le signal mesuré par les capteurs est envoyé vers l'électronique de traitement (ponts, amplification, filtrage) et d'acquisition, puis vers l'ordinateur. Le support mécanique du capteur CF est mis en mouvement manuellement, ce qui permet le balayage du matériau. La position est mesurée au moyen d'un encodeur disposé au niveau du support mécanique. Cette technique sera développée dans le chapitre 5.

II. Contraintes expérimentales

Les capteurs GMRs développés pour ces travaux s'intéressent à la détection de champs très faibles, typiquement de l'ordre du μT . Aussi, la moindre perturbation environnementale peut fausser l'interprétation de la mesure. Par exemple, les dérives en température liées à une augmentation de la température peuvent augmenter le signal de façon considérable pouvant aller jusqu'à dépasser le signal de mesure lui-même.

a. Les perturbations

Les différentes perturbations auxquelles peuvent être sujet les capteurs GMRs de la sonde 3D peuvent avoir un impact direct sur le signal et le faire dériver de sa valeur réelle. Ce phénomène est mis en évidence dans la figure 3-22.

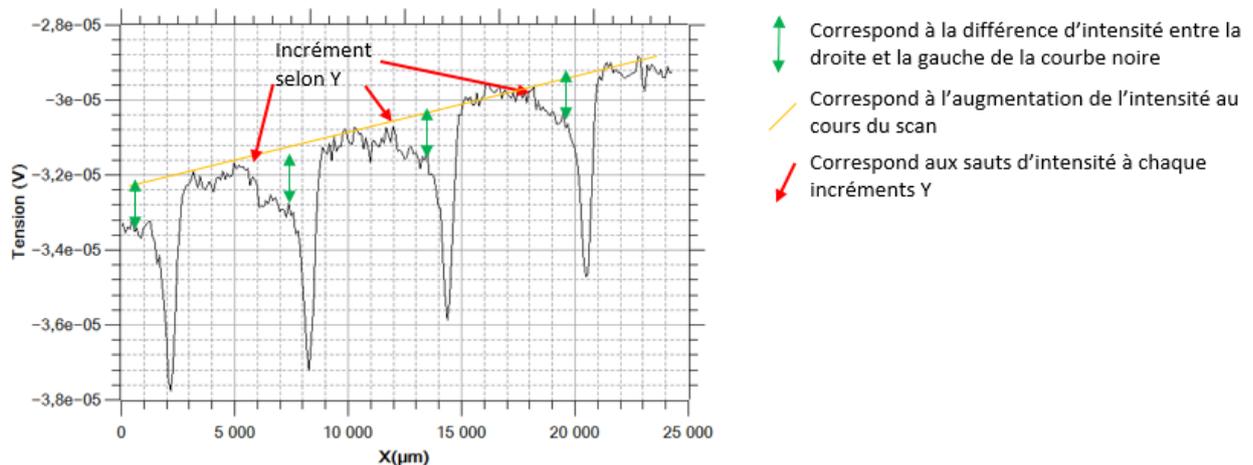


Figure 3-22 : Mise en évidence des différentes perturbations. Courbe du signal en tension (V) mesuré par une sonde 3D en fonction de la position x (μm) lors du scan d'un même échantillon test, correspondant à une ligne de courant en cuivre, répété plusieurs fois à la suite pour différents incréments de Y . La ligne de courant, de largeur 1mm, est alimentée à 50mA. [2]

i. L'environnement

La perturbation dite environnementale correspond au signal lié à l'environnement de la mesure, c'est-à-dire au signal mesuré « à blanc » sans échantillon. Il peut avoir différentes origines, telles que : le bruit des appareils utilisés, le bruit de la pièce dans laquelle la mesure est réalisée, ou encore le champ magnétique terrestre, etc.

Par exemple, la contrainte mécanique exercée par le moteur lors de son retour rapide après incrément selon Y est observable sur la Figure 3-22. En effet, la vibration de l'échantillon résultante a pour effet une chute du signal consécutive à l'incrément.

Ces perturbations sont intrinsèques à la mesure, leur composante peut être minimisée par certains aménagements (utilisation d'amplificateurs et d'alimentations bas bruit, installation d'une enceinte en mu-métal pour s'affranchir du champ magnétique terrestre, etc.), cependant une composante non-négligeable persistera toujours.

ii. La température

La perturbation en température, appelée dérive en température, est observée lorsqu'un changement de température se fait ressentir sur la valeur du signal mesuré. Par exemple, la dérive linéaire présente sur la Figure 3-22 s'explique en partie par une sensibilité à la température de 0,15%/K.

b. Suppression des dérives

Les principales solutions apportées pour supprimer les différentes dérives se retrouvent au niveau de l'électronique et du montage des capteurs entre eux. Le gradiomètre permet de travailler sur le choix du nombre de capteurs et de leur montage pour supprimer les perturbations environnementales. Tandis que, les demi ponts complets de Wheatstone permettent de minimiser la dérive en température.

i. Gradiomètre

De manière générale, gradiomètre est le nom donné à la mesure dans l'espace du gradient d'une grandeur physique, permettant de se détacher des variations temporelles ou des imprécisions de conception. Dans le cadre de notre instrument, il s'agit de capteurs GMRs sujets à une perturbation environnementale et mesurant des champs magnétiques. Ainsi, comme expliqué précédemment, les capteurs sont au nombre de quatre par puce GMR et disposés sur un support pyramidal de sorte à définir un gradiomètre à deux niveaux. Un premier niveau contenant deux capteurs au niveau de la pointe de sonde (appelés « capteurs proches ») et donc aux plus près possible de l'échantillon à mesurer. Un deuxième niveau contenant les deux autres capteurs plus éloignés de l'échantillon, plus précisément situés à une différence de hauteur d'environ 2,6 mm (appelés « capteurs lointains »). Ces deux niveaux sont mis en évidence sur la figure 3-23 et permettent de distinguer des capteurs proches de l'échantillon, sensibles à la fois au champ magnétique émis par le matériau et aux perturbations environnementales, ainsi que des capteurs lointains qui ne seront pas sensibles aux champs émis par le matériau mais qui seront sensibles aux mêmes perturbations environnementales que les capteurs proches.

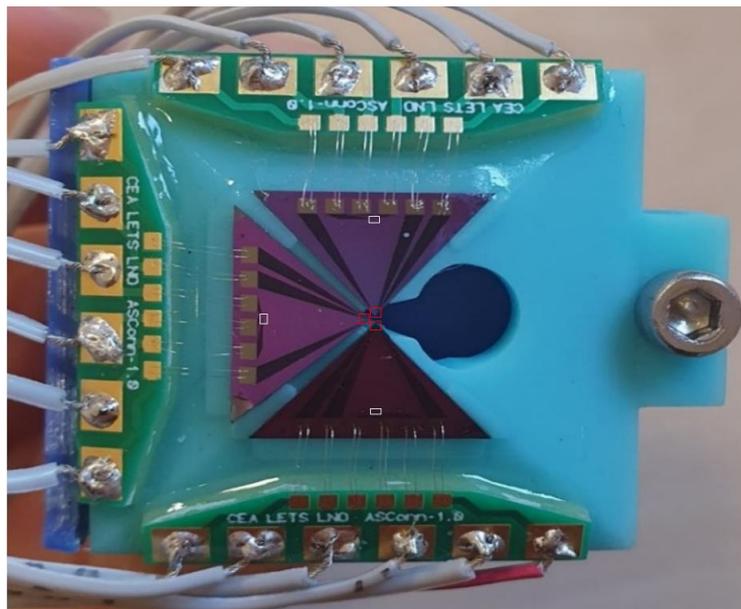


Figure 3-23 : Schéma de la sonde 3D avec encadrés en rouge les emplacements des « capteurs proches » et en blanc ceux des « capteurs lointains ».

ii. Pont de Wheatstone

Le pont de Wheatstone est le circuit le mieux adapté pour mesurer de faibles variations de résistance électrique. Plus connu sous sa forme simple il peut également être employé sous des formes plus complexes et intégrer un ou plusieurs capteurs GMRs.

1. Pont « classique »

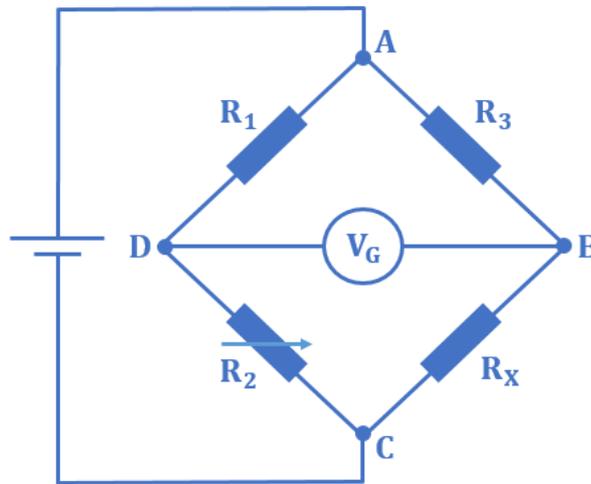


Figure 3-24 : Schéma d'un pont de Wheatstone « classique ».

Le pont de Wheatstone « classique » permet de calculer la valeur d'une résistance inconnue (R_X sur la figure 3-24). Ainsi, le pont est constitué de deux résistances connues R_1 et R_3 , d'une résistance variable ajustable (potentiomètre) R_2 et de la résistance inconnue R_X .

Il s'agit d'annuler V_G pour pouvoir calculer R_X .

Appliquons le pont diviseur de tension au point D : $V_D = V_{AC} \times \frac{R_2}{R_1 + R_2}$ (II-1)

Ainsi qu'au point B : $V_B = V_{AC} \times \frac{R_X}{R_3 + R_X}$ (II-2)

Finalement : $V_G = 0$ (II-3)

$\Leftrightarrow V_D - V_B = 0$ (II-4)

$\Leftrightarrow V_{AC} \times \frac{R_2}{R_1 + R_2} - V_{AC} \times \frac{R_X}{R_3 + R_X} = 0$ (II-5)

$\Leftrightarrow R_X = \frac{R_3 \times R_2}{R_1}$ (II-6)

Dans le cadre de mesures impliquant des capteurs magnéto-résistifs, un capteur peut être placé dans l'une des quatre branches du pont dont l'élément de détection résistif varie lorsqu'un phénomène physique externe se produit. Ensuite, il s'agit d'équilibrer le pont. Suivant le schéma de la Figure 3-24, il est équilibré lorsque le rapport des résistances d'une branche du pont est égal à celui de l'autre. Tel que :

$\frac{R_1}{R_2} = \frac{R_3}{R_X}$ (II-7), avec R_X la résistance du capteur magnéto-résistif.

En particulier, le pont est équilibré lorsque les quatre résistances ont la même valeur : $R_1=R_2=R_3=R_X$ (II-8)

Dans ce cas, la tension différentielle de sortie V_G générée est égale à zéro.

2. Configurations adaptées aux GMRs

Il existe différents types de pont de Wheatstone en fonction du nombre de capteurs magnéto-résistifs impliqués :

- 1 capteur => quart de pont (figure 3-24)
- 2 capteurs => demi pont (figure 3-26)
- 4 capteurs => pont complet (figure 3-25)

Le pont complet de Wheatstone :

Le pont complet demande quatre capteurs magnéto-résistifs appariés comme représenté dans la figure 3-25. Pour la détection de champs de fuites, deux possibilités existent en fonction des directions de sensibilité des capteurs d'un même niveau. Effectivement, si les capteurs en positions R_1 et R_3 , respectivement R_2 et R_4 possèdent des réponses opposées (Figure 3-25 (a)), alors les quatre capteurs peuvent ressentir le champ de la même façon et la tension de sortie permet d'accéder aux champs mesurés. Cependant, s'ils possèdent des réponses identiques (Figure 3-25 (b)), il faut qu'un seul des quatre capteurs (par exemple R_4) ressent le champ, sinon la tension de sortie du pont est nulle. [6]

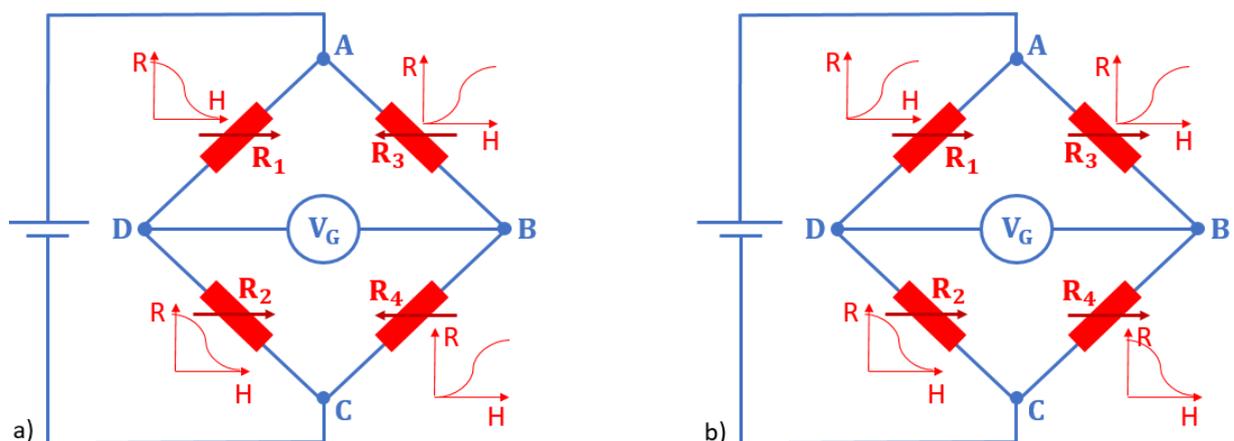


Figure 3-25 : Schéma d'un pont complet de Wheatstone, avec en (a) la configuration adaptée aux mesures de champs magnétiques locaux et en (b) la configuration pour les mesures de champs magnétiques extérieurs. Les résistances représentées en rouges sont des magnéto-résistances.

Considérons le cas de quatre magnétorésistances identiques, chacune ayant son propre bruit. La résistance observée entre V_D et V_B est $R = R_1 = R_2 = R_3 = R_4$ et le bruit associé, qu'il soit dû aux fluctuations de la résistance ou au bruit thermique, est le bruit moyen associé à cette résistance. Si un certain bruit est présent au sein de l'alimentation en tension, la mesure différentielle ($V_D - V_B$) permet de le supprimer. [6]

Le demi pont de Wheatstone :

Il n'est pas toujours possible de travailler avec quatre magnétorésistances appariées dans le même pont de Wheatstone comme l'exige le pont complet. En effet, des contraintes de nature spatiales ou structurelles sont à prendre en compte. De plus, dans notre cas deux capteurs fonctionnels suffisent. Ainsi, le montage en demi pont de Wheatstone apparaît plus adapté et permet de faciliter l'acquisition. Il consiste à remplacer la moitié des résistances du pont complet par des résistances externes (Figure 3-26).

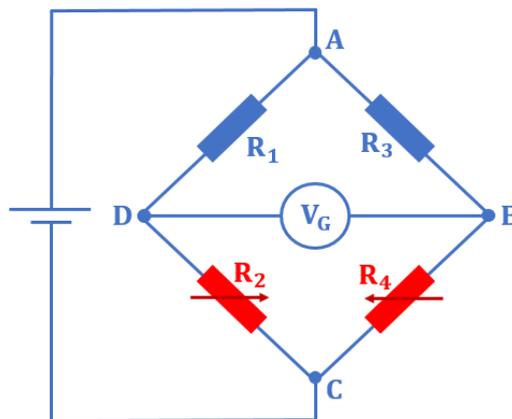


Figure 3-26 : Schéma d'une configuration en demi pont de Wheatstone en configuration classique. Les résistances représentées en rouges sont des magnétorésistances.

Remarque : Le montage en demi pont de Wheatstone requiert de multiplier la sensibilité des capteurs ainsi montés par un facteur correctif (FC_{DP}) [7]:

$$FC_{DP} = \sqrt{2} \frac{M-1}{M} \quad (\text{II-9})$$

Avec : $M = \frac{R_1 + R_{GMR}}{R_{GMR}}$ (II-10), avec R_{GMR} la résistance de la GMR.

iii. Configuration utilisée pour la sonde 3D

Finalement, compte tenu de la nécessité d'espacer les quatre capteurs pour pouvoir réaliser le gradiomètre, la contrainte spatiale rend difficile le montage des capteurs en pont complet de Wheatstone. Aussi, la solution proposée pour la sonde 3D est de travailler avec deux demi ponts (un par niveau de capteurs), connectés au niveau de l'électronique, pour former ensemble, un pont complet comme représenté en Figure 3-27.

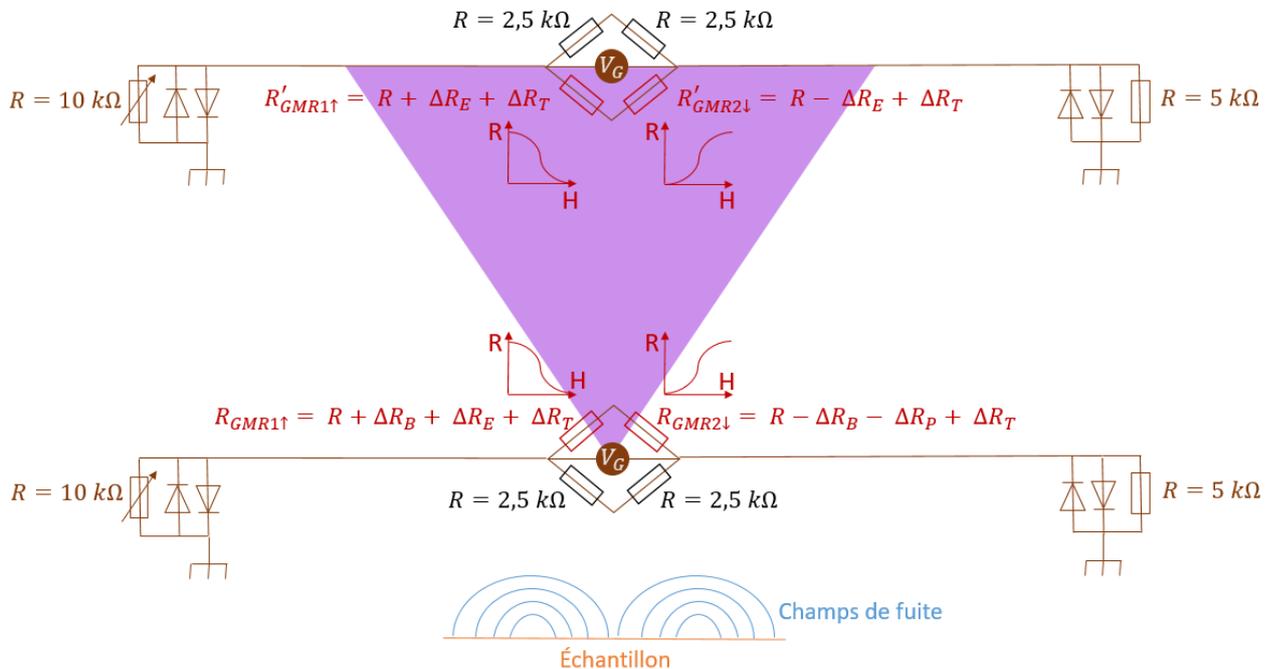


Figure 3-27 : Schéma du montage des capteurs GMRs en deux demi ponts de Wheatstone pour former finalement un pont complet. ΔR_B , ΔR_E et ΔR_T sont respectivement la variation de résistance de la GMR due au champ à détecter, aux perturbations extérieures et à la dérive en température.

Finalement, chaque demi pont est constitué de deux GMRs, constituant les deux jauges actives du pont. Les deux autres résistances du pont sont des résistances de valeurs connues ($R = 2,5 \text{ k}\Omega$) et permettent de compléter le pont pour former un demi pont avec les GMRs. Le pont est ajustable (les résistances des GMRs peuvent être plus ou moins différentes) grâce à deux éléments : le potentiomètre de $10 \text{ k}\Omega$ et la résistance de $5 \text{ k}\Omega$ qui permettent d'annuler la tension de sortie du pont V_G . Si la différence de résistance entre les deux GMRs est trop importante il faudra changer la valeur de la résistance de $5 \text{ k}\Omega$ et potentiellement la diminuer jusqu'à ce qu'elle permette d'annuler V_G . Les diodes branchées en dérivation en sens contraire permettent de supprimer le bruit lié à l'alimentation des GMRs.

Le travail sur deux niveaux de mesure du signal (proche et lointain), combiné au fait d'avoir des capteurs d'un même niveau avec des directions de sensibilité contraire, permet à la fois de supprimer les dérives liées à l'environnement et à la température. En effet, les deux demi ponts

pourront être connectés électroniquement pour former un pont complet, composé des quatre capteurs GMRs, avec un niveau contenant les capteurs proches, sensibles aux champs magnétiques de fuite émis par l'échantillon, aux perturbations environnementales et à la température, et un autre niveau avec les capteurs lointains, insensibles aux champs émis par l'échantillon du fait de la hauteur, mais sensibles à l'environnement et à la température de la même manière que les capteurs proches (illustré en figure 3-28).

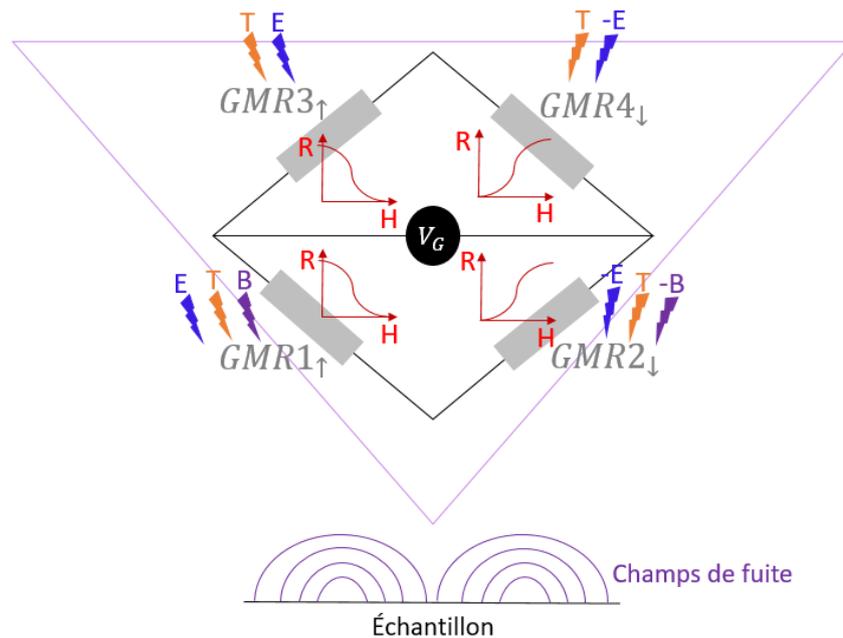


Figure 3-28 : Schéma du pont complet résultant des deux demi ponts et illustration des sensibilités de chacun des capteurs, avec en bleu la sensibilité à la perturbation environnementale, en orange celle à la température et en violet celle aux champs magnétiques de fuite émis par l'échantillon (qui constitue donc le signal d'intérêt).

Les sensibilités des capteurs d'un même niveau sont opposées, ce qui est rendu possible par l'application locale d'un pulse de courant au niveau de la GMR sous fort champ magnétique (0,7 T). Le principe de cette manipulation est représenté en Figure 3-26. La valeur du pulse est réglée d'abord sur une résistance de 100 Ω puis appliquée dans la GMR pour diminuer les risques d'endommagement du capteur (Figure 3-29 (a)). Le pulse permet par effet Joule de chauffer la GMR et le champ permet d'orienter la direction du couplage d'échange qui définit la direction de la couche dure et ainsi de la sensibilité du capteur (Figure 3-29 (b-c)).

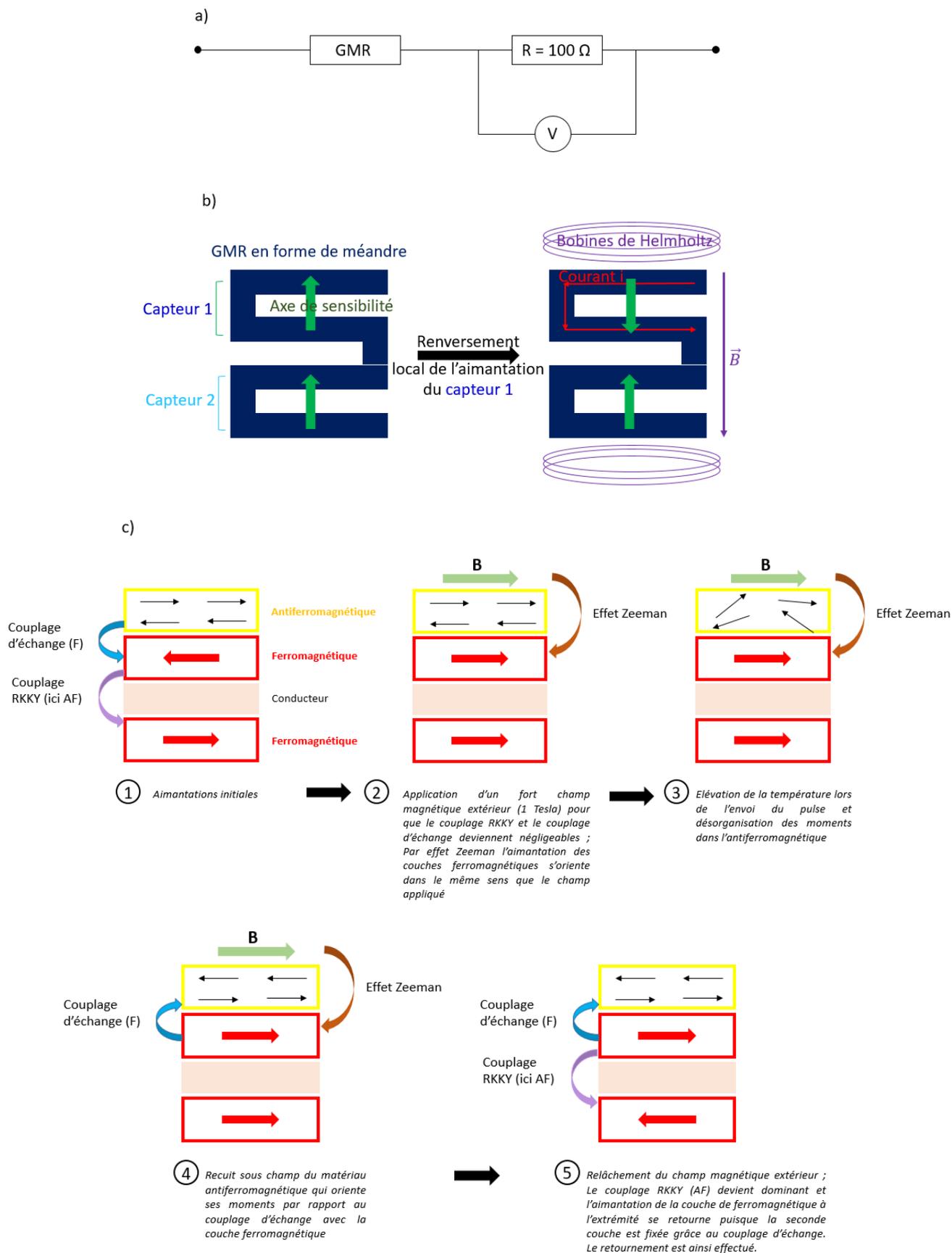


Figure 3-29 : Principe du retournement de l'axe de sensibilité d'une GMR par retournement de sa couche dure avec en (a) le schéma du montage électronique utilisé pour l'application du pulse, en (b) un schéma global du

fonctionnement de la manipulation : le capteur est soumis à un pulse sous champ magnétique pour procéder à un retournement de l'aimantation local, et en (c) un schéma plus détaillé qui permet d'expliquer ce qu'il se passe au niveau de l'empilement GMR pour aboutir au retournement de la couche dure.

La suppression des perturbations liées à l'environnement et à la température résultant de ce travail est mise en évidence par le calcul de la tension de sortie de chaque demi pont puis du pont complet (cf. Annexe).

c. Résultats

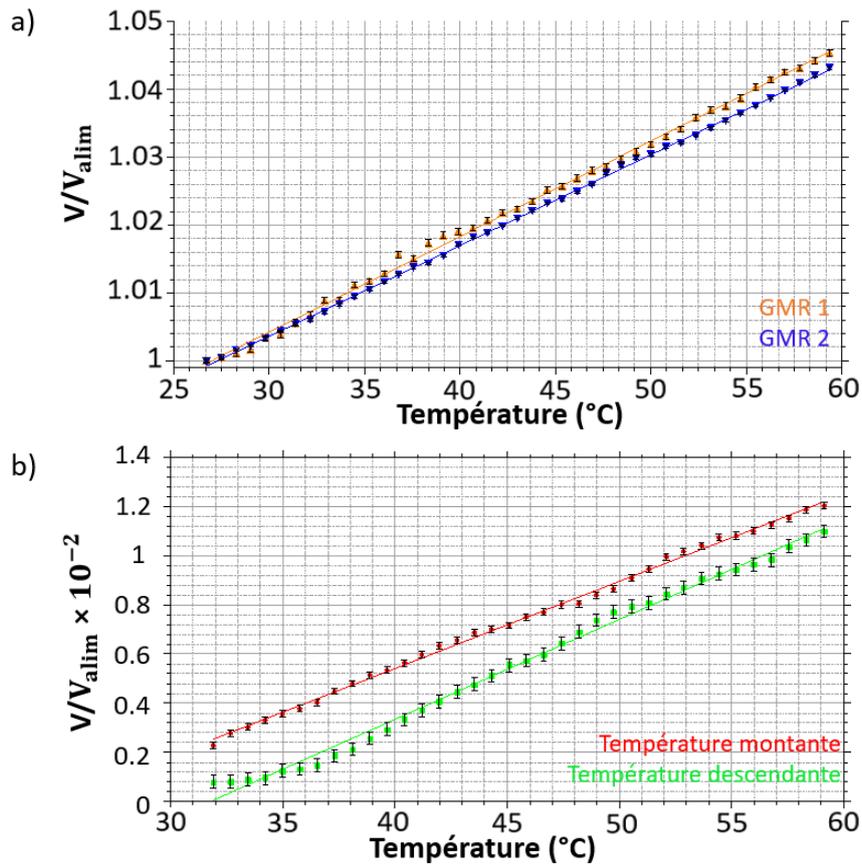
Nous avons vu que la température peut avoir une influence sur les mesures de tensions réalisées avec des GMRs (Figure 3-22). En réponse à cette problématique, un montage en demi pont de Wheatstone a été effectué (Figure 3-27), dans l'objectif de diminuer la sensibilité des capteurs GMRs aux variations de température.

Afin de vérifier l'efficacité de ce dispositif, la tension aux bornes de deux capteurs GMRs d'un même niveau a été mesurée individuellement, en fonction de la température (Figure 3-30 (a)). Puis, comparée à la tension mesurée en sortie du demi pont de Wheatstone, constitué de ces deux capteurs, en fonction de la température (Figure 3-30 (b)).

Le dispositif de mesure est constitué des capteurs GMRs montés en sonde 3D, de l'électronique en demi pont de Wheatstone (Figure 3-10), d'un générateur de courant Keithley, d'une plaque chauffante électrique sans agitateur magnétique, d'un capteur de température de type Pt100 et de 2 multimètres Fluke 115.

Pour les mesures sans demi pont, la tension aux bornes du capteur GMR et sa tension d'alimentation sont chacune amplifiées d'un gain de $\times 10$. Donc, les gains s'annulent dans le calcul du ratio V/V_{alim} . Cependant, pour les mesures avec demi pont, seule la tension V_G en sortie du demi pont de Wheatstone est amplifiée d'un gain de $\times 950$. De plus, il faut prendre en compte le facteur correctif FC_{DP} lié au demi pont [7] et la tension d'alimentation $V_{\text{alim}} = 0.63$ mV mesurée aux bornes des capteurs. Ainsi, le ratio représenté en figure 3-30 (b) est de la

forme :
$$\frac{V_G}{V_{\text{alim}} * 950 * \sqrt{FC_{\text{DP}}}} \quad (\text{II-11}).$$



c)

Capteur	Pente de l'influence thermique (en %/°C)	Erreur associée à la pente (en %/°C)
P1C3	1.4×10^{-1}	1×10^{-3}
P1C4	1.3×10^{-1}	4×10^{-4}
Pont de Wheatstone (température montante)	3.5×10^{-3}	3×10^{-5}
Pont de Wheatstone (température descendante)	4.1×10^{-3}	6×10^{-5}

Figure 3-30 : Étude de la dérive en température sans (a) et avec (b) le montage en demi pont de Wheatstone. Le ratio V/V_{alim} en fonction de la température pour une température comprise entre 25 et 60 °C est mesuré individuellement pour deux capteurs GMRs d'un même niveau, notés GMR 1 (en orange) et GMR 2 (en bleu) (a). Le ratio V/V_{alim} en fonction de la température est mesuré pour ces capteurs GMRs montés en demi pont de Wheatstone, pour une température comprise entre 30 et 60 °C (en rouge) et entre 60 et 30 °C (en vert) (b). Les pentes des courbes obtenues (en %/°C) ainsi que les erreurs associées au calcul de la pente (en %/°C) sont résumées dans un tableau (c).

Les pentes des courbes ainsi obtenues témoignent de la sensibilité des capteurs à la température. Ainsi, plus la pente de la variation de la tension en fonction de la température est importante, plus le capteur est sensible à la température. Et inversement, si la pente est faible alors la sensibilité du capteur à la température est faible. Les pentes des différentes courbes sont résumées sur la figure 3-27 (c).

Finalement, il apparaît une diminution de deux ordres de grandeurs entre les mesures de tensions sans demi pont et avec demi pont. Donc, l'utilisation d'un demi pont de Wheatstone a effectivement permis de réduire l'influence de la température sur les mesures des capteurs GMRs (Figure 3-27).

Par ailleurs, une légère différence de pente est observée entre les capteurs 1 et 2 sans demi pont (Figure 3-27 (a)), cette différence s'explique par le fait que les 2 capteurs possèdent des valeurs de résistances et de sensibilités légèrement différentes.

De plus, une différence apparaît également entre les valeurs de tension des GMRs montées en demi pont, mesurées pour des températures montantes et descendantes (Figure 3-27 (b)). L'origine de cette différence peut s'expliquer par l'état de la plaque utilisée. En effet, lors de la phase montante, la plaque chauffante utilisée est allumée, et selon le modèle de la plaque, il est possible que le courant nécessaire au fonctionnement de la plaque génère un léger champ magnétique, susceptible d'augmenter la valeur de la tension. Il est également possible que la présence d'un décalage thermique entre le capteur de température et les GMRs en soit la cause. En effet, les deux capteurs ne sont pas exactement positionnés au même emplacement, donc le capteur de température peut se refroidir légèrement plus lentement que la GMR. Enfin, l'explication peut être une combinaison des deux raisons évoquées précédemment. [8]

Finalement, ce chapitre nous a permis de présenter le scanner magnétique à sonde 3D locale qui a été développé au cours de cette thèse. Cet instrument est constitué d'une sonde 3D pouvant être intégrée à un système de mesure à balayage. De plus, une électronique de mesure en deux demi ponts de Wheatstone, formant un pont complet, combinée au montage en gradiomètre des capteurs GMRs, a permis de minimiser l'impact des perturbations liées à l'environnement et à la température sur les mesures en champ statique. Ainsi, différents dispositifs de mesure ont été réalisés : un premier pour la cartographie 3D des champs magnétiques de fuite (LNO), un deuxième spécialisé dans la cartographie de roches magnétiques (GET), et un troisième pour le contrôle non destructif de la fabrication additive (LIST). Le chapitre suivant présentera la méthode de reconstruction 3D des champs magnétiques de fuite, ainsi que les résultats obtenus.

Annexe 1 : Calcul de la tension de sortie d'un pont complet de Wheatstone :

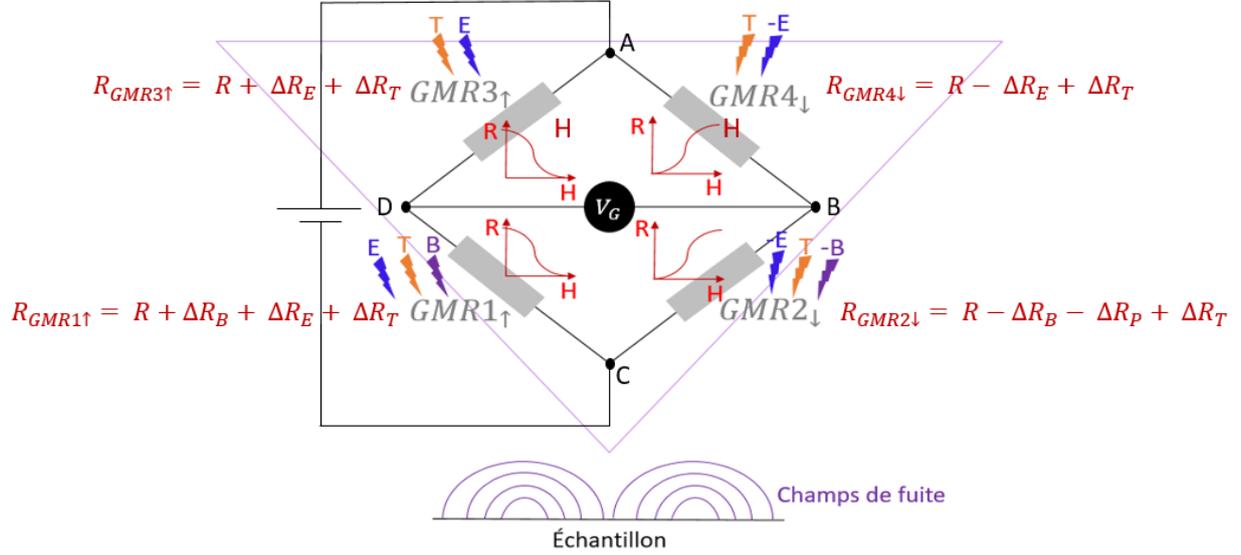


Figure 3-31 : Schéma du pont complet de Wheatstone résultant des deux demi ponts.

- Calculons $V_G = V_D - V_B$

$$V_D = V_{AC} \frac{R + \Delta R_B + \Delta R_E + \Delta R_T}{R + \Delta R_B + \Delta R_E + \Delta R_T + R + \Delta R_E + \Delta R_T} = V_{AC} \frac{R + \Delta R_B + \Delta R_E + \Delta R_T}{2R + \Delta R_B + 2\Delta R_E + 2\Delta R_T} \quad (A1 - 1)$$

$$V_B = V_{AC} \frac{R - \Delta R_B - \Delta R_E + \Delta R_T}{R - \Delta R_B - \Delta R_E + \Delta R_T + R - \Delta R_E + \Delta R_T} = V_{AC} \frac{R - \Delta R_B - \Delta R_E + \Delta R_T}{2R - \Delta R_B - 2\Delta R_E + 2\Delta R_T} \quad (A1 - 2)$$

$$V_G = V_D - V_B = V_{AC} \left[\frac{R + \Delta R_B + \Delta R_E + \Delta R_T}{2R + \Delta R_B + 2\Delta R_E + 2\Delta R_T} - \frac{R - \Delta R_B - \Delta R_E + \Delta R_T}{2R - \Delta R_B - 2\Delta R_E + 2\Delta R_T} \right] \quad (A1 - 3)$$

$$V_G = V_{AC} \left[\frac{R + \Delta R_B + \Delta R_E + \Delta R_T}{2R + \Delta R_B + 2\Delta R_E + 2\Delta R_T} - \frac{R - \Delta R_B - \Delta R_E + \Delta R_T}{2R - \Delta R_B - 2\Delta R_E + 2\Delta R_T} \right] \quad (A1 - 4)$$

$$V_G = V_{AC} * \frac{2R\Delta R_B + 2\Delta R_B\Delta R_T}{4R^2 + 8R\Delta R_T - \Delta R_B^2 - 4\Delta R_T\Delta R_B - 4\Delta R_E^2 + 4\Delta R_T^2} \quad (A1 - 5)$$

$$V_G = V_{AC} * \frac{2R\Delta R_B + 2\Delta R_B\Delta R_T}{4R^2} \quad (A1 - 6), \text{ car } R \gg \Delta R_B, \Delta R_T \text{ et } \Delta R_E$$

$$V_G = V_{AC} * \frac{R\Delta R_B + \Delta R_B\Delta R_T}{2R^2} \quad (A1 - 7)$$

$$V_G = V_{AC} * \frac{R\Delta R_B}{2R^2} \quad (A1 - 8), \text{ car } R \gg \Delta R_B \text{ et } \Delta R_T$$

$$V_G = V_{AC} * \frac{\Delta R_B}{2R} \text{ (A1 -9)}$$

Finalement, la tension de sortie V_G obtenue est effectivement indépendante des perturbations liées à la température et à l'environnement.

Références :

- [1] Fawaz Hadadeh, Thèse « 3D Probe for Magnetic Imaging and Non-destructive Testing », Université Paris Saclay, (2018).
- [2] Rapport de stage, Charlélie Chil, Faculté des sciences fondamentales et appliquée – Université de Poitiers, (2019).
- [3] Rapport de stage « Contrôle de la hauteur d'un scanner pour des cartographies magnétiques », Dean Bah, DUT Mesures Physiques, (2022).
- [4] Y Goddérés, G. Le Hir, M. Macouin, Y. Donnadieu, L. Hubert-Théou, G. Dera, M. Aretz, F. Fluteau, Z.X. Li, G.P. Halverson, Paleogeographic forcing of the strontium isotopic cycle in the Neoproterozoic. *Gondwana Res.*, 42, doi:10.1016/j.gr.2016.09.013, (2017).
- [5] M. Macouin, J.P. Valet, J. Besse, K. Buchan, R. Ernst, M. LeGoff, U. Scharer, Low paleointensities recorded in 1 to 2.4 Ga Proterozoic dykes, Superior Province, Canada. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 213, doi:10.1016/S0012-821X(03)00243-7, (2003).
- [6] GMR book, Cándid Reig, Susana Cardoso de Freitas et Subhas Chandra Mukhopadhyay, Giant Magnetoresistance (GMR) Sensors, From Basis to State-of-the-Art Applications, Smart Sensors, Measurement and Instrumentation Vol. 6, Springer, (2013).
- [7] Document de travail, Julien Girault stagiaire au LNO, (2023).
- [8] E. Montebianco, A. Solignac, C. Chopin, J. Moulin, P. Belliot, N. Belin, P. Campiglio, C. Fermon, M. PannetierLecoeur, Normalization and correction factors for magnetic tunnel junction sensor performances comparison, *IEEE Sensors J.*, Vol. 21, No. 14, pp. 15993–15998, (2021).

Chapitre 4 : Imagerie magnétique 3D

I. Reconstruction 3D des champs magnétiques de fuite	167
a. Méthode de reconstruction	167
b. Caractérisation de la sonde 3D	169
i. Echantillon de calibration	169
ii. Mesures des tensions	170
iii. Simulation des champs de fuite	180
iv. Calcul de la matrice de sensibilité	181
v. Vérification	189
II. Développement des échantillons de calibration	191
a. Matériaux à aimantation planaire : 1ère génération	191
b. Matériaux à aimantation perpendiculaire (hors du plan)	194
i. Anisotropie magnétique perpendiculaire	194
ii. Développement de couches minces à aimantation perpendiculaire	196
iii. Echantillon de calibration	198
III. Résultats de reconstruction	200
a. Applications visées	200
i. Mesures de paléomagnétisme	200
ii. Mesures de contrôle non destructif	201
iii. Imagerie magnétique de matériaux magnétiques	202
b. Résultats	202
i. Imagerie de roches magnétiques	202

ii. Pièces de contrôle non destructif	206
iii. Caractérisation de nano-aimants.....	207
Références.....	209

Chapitre 4 : Imagerie magnétique 3D

Le développement d'un instrument d'imagerie magnétique, permettant de mesurer simultanément et quantitativement les trois composantes des champs magnétiques de fuite émis par un matériau, est d'un intérêt majeur pour la caractérisation des matériaux ferromagnétiques et le contrôle non destructif. Dans le cadre de ces travaux de thèse, nous distinguons l'imagerie magnétique de champs statiques dans les matériaux ferromagnétiques (présentée dans ce chapitre) et le contrôle non destructif de pièces métalliques pendant la fabrication additive, par la technique des courants de Foucault, utilisant des champs alternatifs (présenté en Chapitre 5). Ainsi, ce chapitre présente une méthode combinant des techniques de simulation et de calcul numérique avec des mesures réalisées avec le scanner magnétique à sonde locale 3D (Chapitre 3), pour reconstruire l'information magnétique. Des échantillons de calibration composés de films ferromagnétiques microstructurés ont été étudiés dans ce chapitre pour une validation des méthodes avant de cartographier des échantillons d'intérêt : roches paléomagnétiques, nano-aimants, pièces magnétiques contenant des défauts (pour le CND).

I. Reconstruction 3D des champs magnétiques de fuite

a. Méthode de reconstruction

La méthode de reconstruction développée repose sur le fait que le vecteur des tensions obtenues en sortie d'acquisition est égal au produit de la matrice de sensibilité par le vecteur des champs magnétiques (Equation I-1) [1].

$$\begin{pmatrix} V_1 : \text{capteur sensible selon } x \\ V_2 : \text{capteur sensible selon } y \\ V_3 : \text{capteur sensible selon } -x \\ V_4 : \text{capteur sensible selon } -y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{1x} & S_{1y} & S_{1z} \\ S_{2x} & S_{2y} & S_{2z} \\ S_{3x} & S_{3y} & S_{3z} \\ S_{4x} & S_{4y} & S_{4z} \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} H_x \\ H_y \\ H_z \end{pmatrix} \quad (\text{I-1})$$

Ainsi, nous obtenons le système d'équations suivant :

$$V_1 : \text{capteur sensible selon } x = S_{1x}H_x + S_{1y}H_y + S_{1z}H_z \quad (\text{I-2})$$

$$V_2 : \text{capteur sensible selon } y = S_{2x}H_x + S_{2y}H_y + S_{2z}H_z \quad (\text{I-3})$$

$$V_3 : \text{capteur sensible selon } -x = S_{3x}H_x + S_{3y}H_y + S_{3z}H_z \quad (\text{I-4})$$

$$V_4 : \text{capteur sensible selon } -y = S_{4x}H_x + S_{4y}H_y + S_{4z}H_z \quad (\text{I-5})$$

Les tensions impliquées dans les équations I-1 à I-5 sont celles mesurées par les capteurs GMRs des demi ponts proches de la pointe de la sonde. L'association d'une tension à un demi pont suit la référence rappelée en (Figure 4-1 (a)). De même, pour les sensibilités. Ainsi, trois puces seraient suffisantes pour accéder au vecteur complet des champs, la quatrième permet d'avoir une redondance.

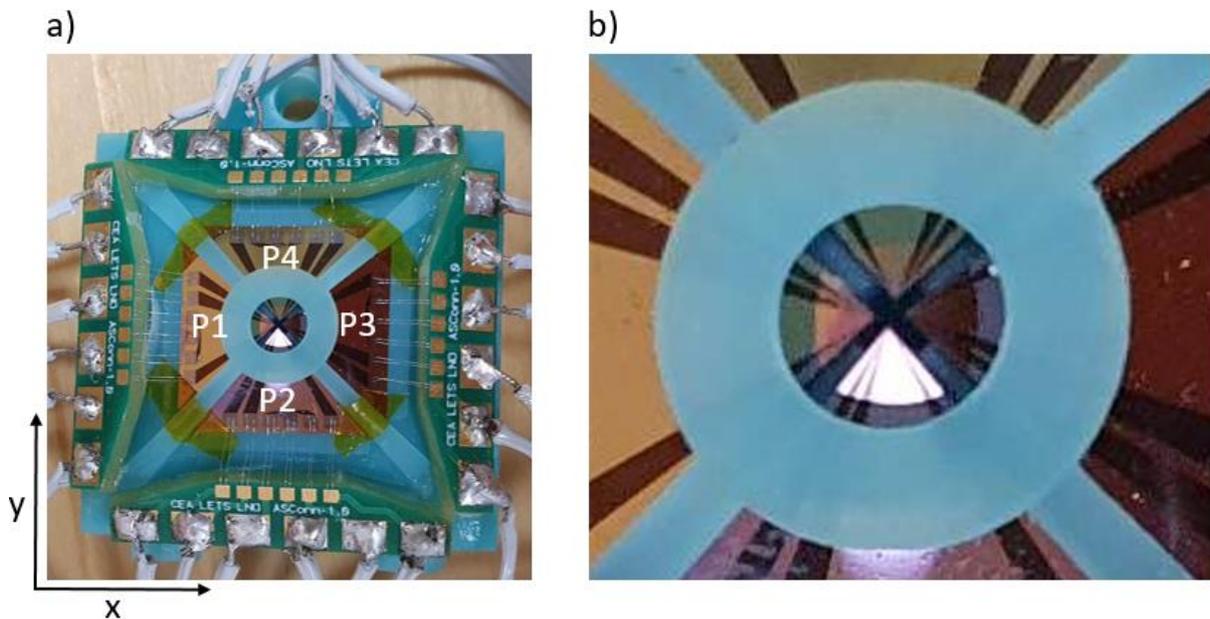


Figure 4-1 : Photographies de la sonde (vue de haut).

(a) Référence prise pour la numérotation des puces et pour les axes x et y , utilisée dans l'équation (I-1). Les demi ponts situés au niveau de la pointe de la sonde sont notés $V1p$ pour la puce P1, $V2p$ pour la puce P2, $V3p$ pour la puce P3 et $V4p$ pour la puce P4. (b) Zoom sur la pointe de la sonde, les capteurs sont situés sur la pointe de chaque puce, un décalage est observable selon les axes x , y et z .

La matrice de sensibilité permet de caractériser la sonde utilisée. Elle permet de quantifier la sensibilité des capteurs de chaque demi pont (notés de 1 à 4) dans les trois directions (x , y et z). Nous avons vu dans le chapitre 2 que la sensibilité d'un capteur GMR dans une direction peut être obtenue à partir de la mesure de $R(H)$, mais aussi de la mesure de la densité spectrale de bruit, cependant ces deux mesures ne prennent pas en compte les conditions de la mesure. Dans la pratique, la sonde 3D est insérée dans un dispositif de mesure à balayage (Chapitre 3), où la distance capteur-échantillon, ainsi que les décalages physiques des capteurs sur le support pyramidal (Figure 4-1 (b)) introduisent une modification de la sensibilité effective des capteurs

pendant la mesure. En effet, il existe des décalages liés à l'emplacement des puces sur les quatre faces de la pyramide (décalage selon x et y) et des décalages en hauteur liés au manque de précision de la méthode de positionnement des puces (décalage selon z).

Il est donc essentiel pour proposer une méthode de reconstruction des champs 3D précise, de proposer en amont un procédé de calcul de la matrice de sensibilité effective, caractéristique de la sonde 3D utilisée et des conditions de la mesure.

Une fois cette matrice déterminée, nous pouvons reconstruire les champs 3D à partir des tensions obtenues à l'issue du balayage d'un matériau avec la sonde et de sa matrice de sensibilité S (I-6) :

$$H = V \times S^{-1} \quad (I-6)$$

b. Caractérisation de la sonde 3D

Pour déterminer la matrice de sensibilité avec précision et ainsi caractériser la sonde 3D, nous avons besoin d'une mesure de tensions et d'une simulation des champs de fuite mesurés. Pour cela, nous développons des échantillons de calibrations connus afin de simuler les champs magnétiques de fuite attendus et combiner ces résultats aux tensions mesurées par la sonde 3D à l'issue du balayage de cet échantillon, pour accéder à la matrice de sensibilité. Ainsi, il est important de déterminer et corriger les décalages et éventuellement l'angle entre l'échantillon et le balayage, afin de pouvoir superposer les cartographies des tensions mesurées par chaque demi pont. La hauteur de scan doit également être déterminée et prise en compte.

i. Echantillon de calibration

La procédure complète de développement et de choix de l'échantillon de calibration optimal (Figure 4-2) sera présentée dans la deuxième partie de ce chapitre.

Il s'agit d'un film mince multicouche, déposé par pulvérisation cathodique sur un wafer en silicium et fabriqué en salle blanche par une lithographie UV, une gravure et une passivation. La multicouche correspond à un empilement de [Ta4/Pt3/[CoFe₃₀0.4/Pt1]_{x5}/Pt3/Ta4], les

chiffres correspondent aux épaisseurs en nm, avec une aimantation perpendiculaire hors du plan ($M_s = 1.7 \times 10^6 \text{ A/m}$).

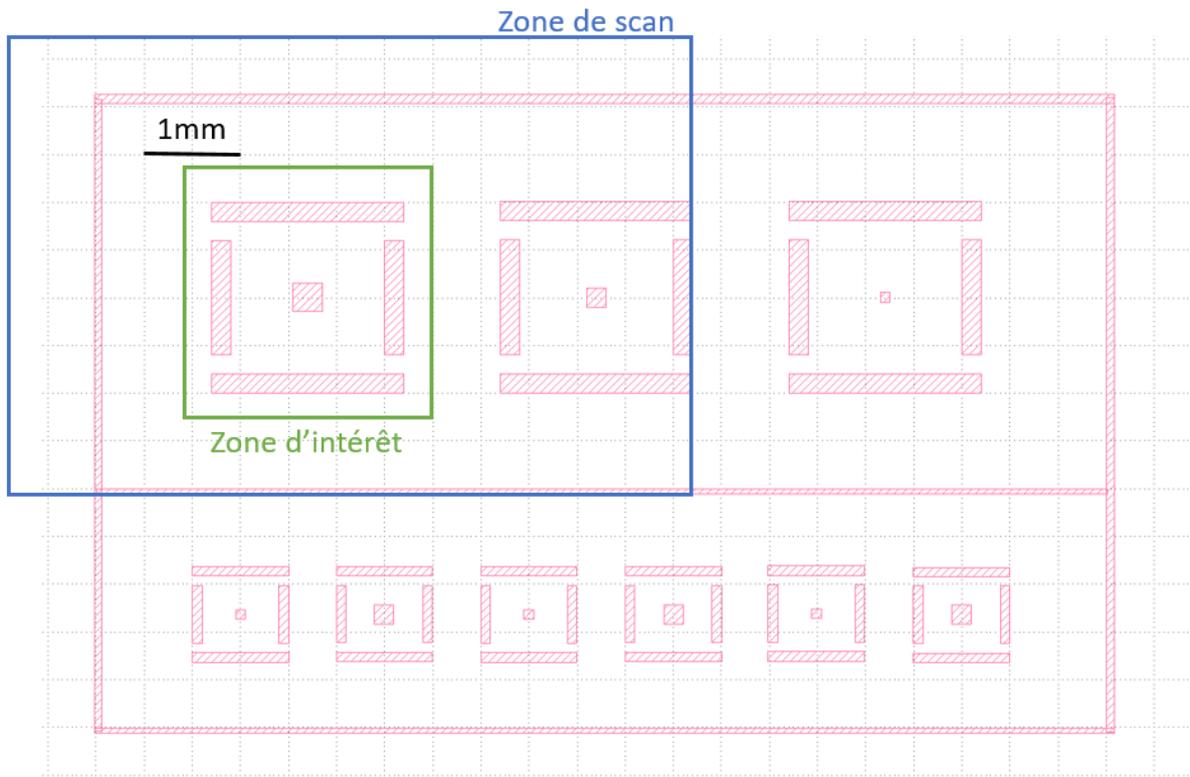


Figure 4-2 : Photographie du masque Klayout de l'échantillon de calibration utilisé pour la caractérisation. Les zones de scan et d'intérêt sont encadrées respectivement en bleu et en vert. Le motif de l'échantillon de calibration d'intérêt a la forme d'un carré constitué de deux barreaux de $200 \times 2000 \mu\text{m}$, deux barreaux de $200 \times 1400 \mu\text{m}$ et d'un carré central de $300 \times 300 \mu\text{m}$.

ii. Mesures des tensions

1. Mesures brutes

L'échantillon de calibration est balayé avec la sonde 3D par l'imageur magnétique présenté dans le chapitre précédent. La mesure obtenue est une mesure de tension sur les différentes voies correspondant aux demi ponts proches (Figure 4-1). Ainsi, une cartographie des tensions brutes (c'est-à-dire sans traitement) peut être réalisée pour chaque demi pont (Figure 4-3) avec un programme Python. Les capteurs utilisés sont ceux des demi ponts proches, car ils minimisent la distance capteur-échantillon. Les capteurs des demi ponts plus éloignés seront quant à eux utilisés pour le gradiomètre (Chapitre 3).

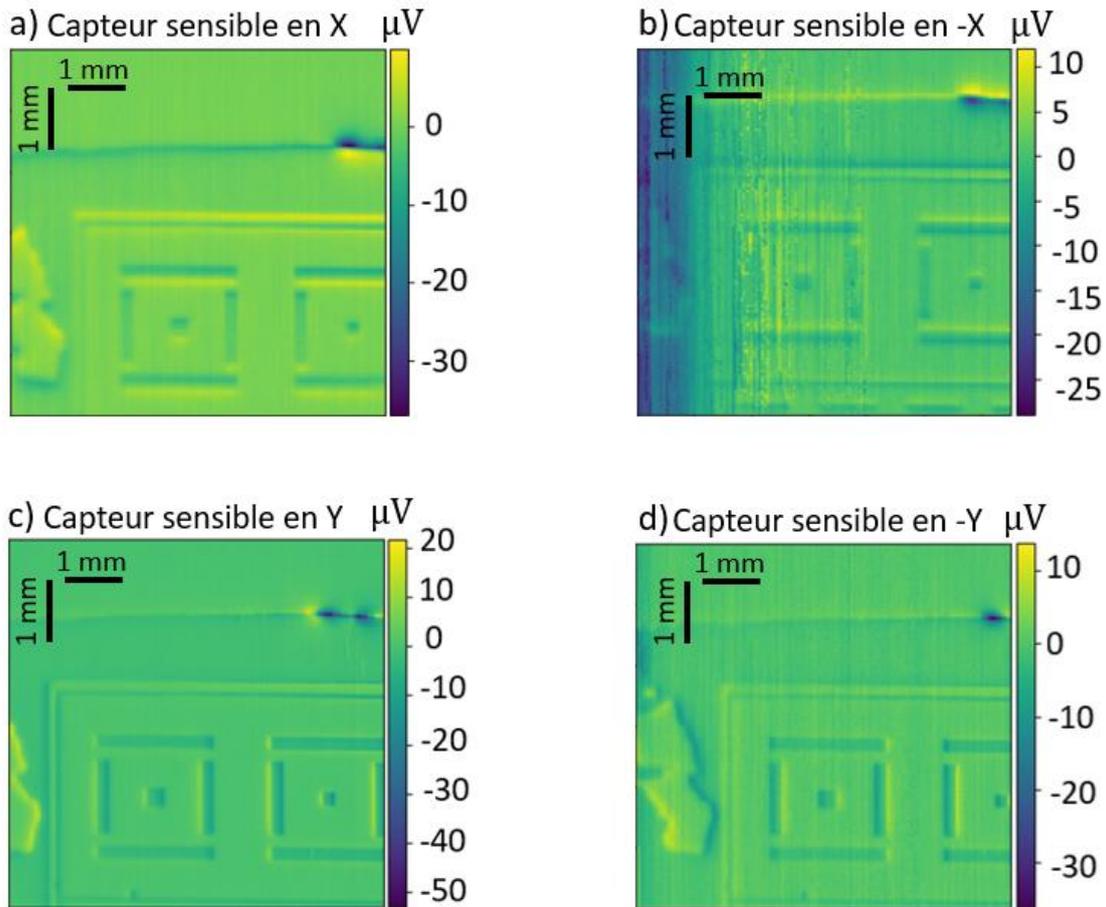


Figure 4-3 : Cartographies des tensions (en μV) obtenues en sortie d'acquisition (et divisées par le gain de 950) pour chaque demi pont avec le set up du GET (Figure 3-17) pour une hauteur de balayage d'environ $100\ \mu\text{m}$. L'échantillon de calibration étudié est un empilement $[\text{Ta4}/\text{Pt3}/[\text{CoFe}_{30}\text{0.4}/\text{Pt1}]_{x5}/\text{Pt3}/\text{Ta4}]$ (épaisseurs en nm) à aimantation perpendiculaire hors du plan. (a) Pour le V_{1p} qui correspond aux tensions V_1 : capteur sensible selon x . (b) Pour le V_{3p} qui correspond aux tensions V_3 : capteur sensible selon $-x$. (c) Pour le V_{2p} qui correspond aux tensions V_2 : capteur sensible selon y . (d) Pour le V_{4p} qui correspond aux tensions V_4 : capteur sensible selon $-y$.

Les mesures de tensions présentées en figure 4-3 mettent en évidence les décalages physiques qui se manifestent par des décalages des motifs de l'échantillon de calibration sur la cartographie d'un demi pont par rapport à celle d'un autre. L'inclinaison de l'échantillon par rapport au balayage est aussi visible. Il apparaît également que le signal mesuré par le pont V_{3p} (Figure 4-3 (b)) présente un drift important (certainement dû à une moins bonne sensibilité des capteurs de ce demi pont ou à un mauvais équilibrage du pont avant la mesure) qui le rend difficilement exploitable. D'où l'importance d'avoir une redondance.

Les tensions cartographiées en figure 4-3 sont des tensions brutes (c'est-à-dire sans traitement). En effet, la seule modification apportée est, pour chaque demi pont, une soustraction par la médiane de toutes les valeurs mesurées, afin de recentrer les valeurs autour de zéro et une

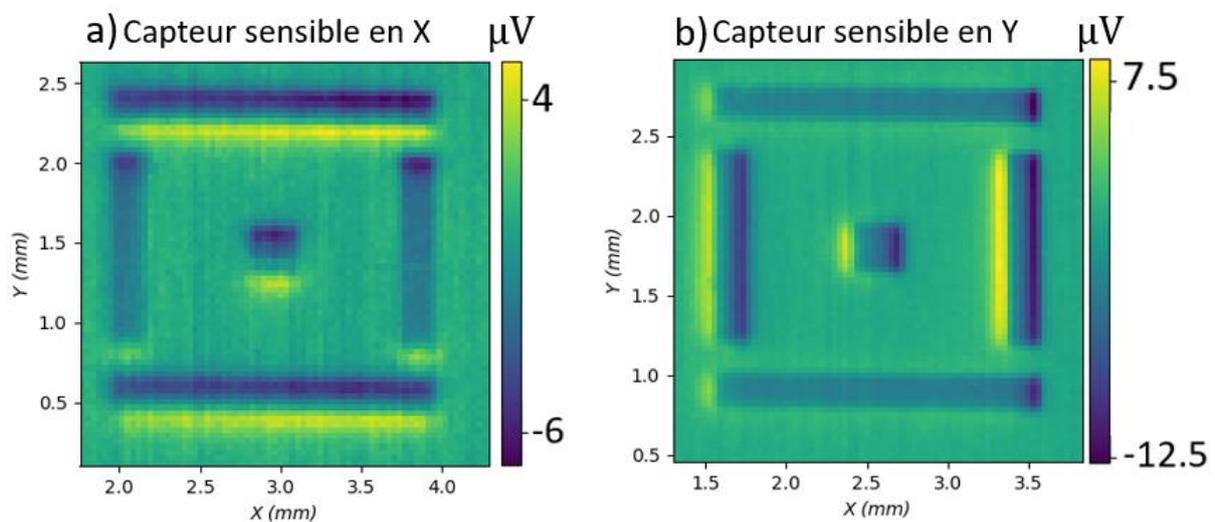
division par le gain. Cependant, les cartographies ne sont pas utilisables en l'état. D'abord, il faut centrer l'image sur le motif d'intérêt de l'échantillon de calibration pour ne pas être biaisé par les différents drifts présents sur l'ensemble du balayage, responsables d'un signal apparent non centré en zéro. Ensuite, il faut corriger les décalages pour rendre les cartographies superposables.

2. Mesures prêtes pour la caractérisation

Afin d'être utilisables pour la procédure de caractérisation de la sonde 3D, les tensions doivent donc être traitées à l'aide d'un programme Python. Dans un premier temps, un zoom est effectué sur le motif d'intérêt. Ensuite, elles sont recentrées pour être superposables. En complément, un redressement est réalisé si nécessaire. Un calcul de la hauteur de scan est finalement réalisé pour préparer les simulations des champs de fuite.

(i) Zoom

Un zoom est effectué sur le motif d'intérêt de l'échantillon de calibration. Pour cela, un point est choisi avec le curseur sur chaque cartographie de sorte à délimiter un carré de même dimension encadrant la zone d'intérêt (Figure 4-4). Nous choisissons de n'utiliser que les demi ponts présentant les meilleurs résultats.



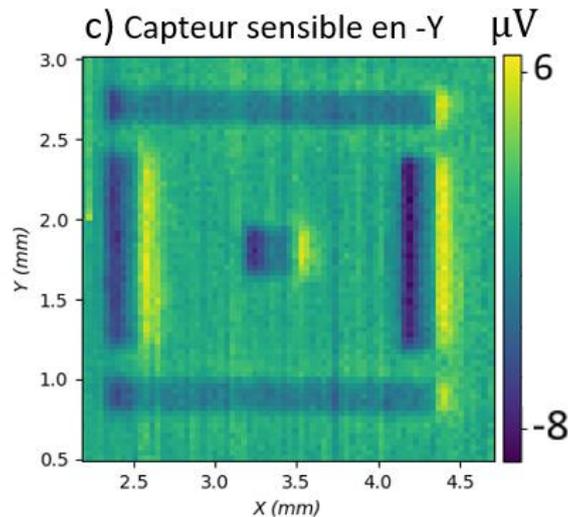


Figure 4-4 : Cartographies des tensions (en μV , en prenant en compte le gain de 950) après zoom sur la zone d'intérêt de l'échantillon (même échantillon qu'en figure 4-3). Les abscisses correspondent aux positions selon l'axe x et les ordonnées correspondent aux positions selon l'axe y . (a) Pour le demi pont V_{1p} qui correspond aux tensions V_1 : capteur sensible selon x . (b) Pour le V_{2p} qui correspond aux tensions V_2 : capteur sensible selon y . (c) Pour le V_{4p} qui correspond aux tensions V_4 : capteur sensible selon $-y$.

Le signal cartographié après zoom (Figure 4-4) est centré autour de zéro et les coordonnées initiales sont conservées pour garder le suivi des positions et pouvoir calculer les décalages et réaliser le recentrage.

(ii) Recentrage

Afin de recentrer l'image et obtenir des cartographies superposables utilisables pour la reconstruction des champs, il faut d'abord déterminer les dimensions du motif à recentrer dans l'image. En effet, si les cartographies des tensions ne sont pas bien centrées (Figure 4-5), au moment de la reconstruction les décalages vont apparaître et fausser le résultat.

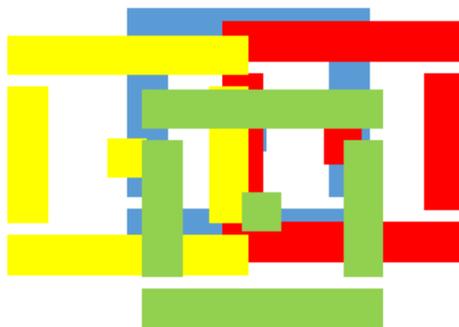


Figure 4-5 : Figure illustrant les décalages du motif pour chaque demi pont. Chaque couleur représente la position du motif de l'échantillon de calibration du point de vue de chaque demi pont, en l'absence de recentrage.

Ainsi, nous commençons par déterminer les dimensions du motif à recentrer à l'intérieur de l'image (dont la taille a été fixée au moment du zoom). Pour cela nous parcourons le motif en deux temps : d'abord horizontalement (pour déterminer les dimensions selon l'axe x), puis verticalement (pour déterminer les dimensions selon l'axe y). En fonction de la géométrie choisie pour les motifs de l'échantillon de calibration, il peut être intéressant de limiter la zone de balayage (Figure 4-6). Pour cela, nous choisissons un point de coordonnées (x_0, y_0) avec le curseur, par exemple le point $P_0(x_0 = 2, y_0 = 1.3)$ sur la figure 4-6. Puis nous choisissons une longueur de balayage, par exemple 1 mm sur la figure 4-6.

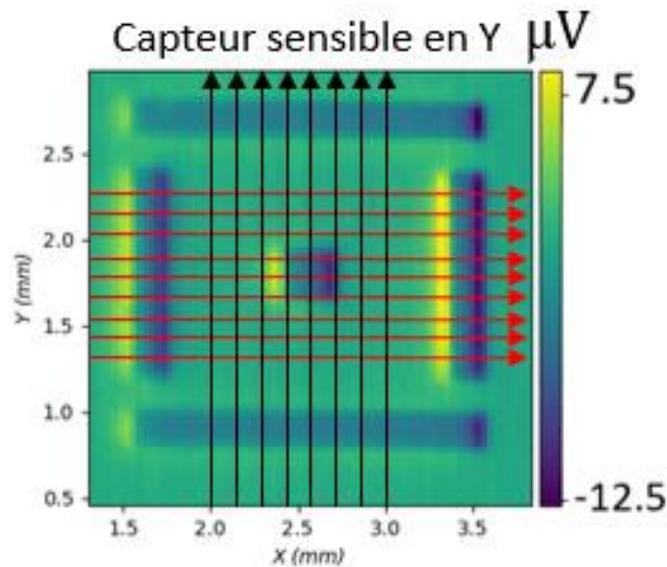


Figure 4-6 : Schéma du balayage de la cartographie zoomée des tensions du demi pont V2p (correspondant aux tensions V_2 : capteur sensible selon y). En rouge le balayage pour déterminer les dimensions selon x. En noir le balayage pour déterminer les dimensions selon y.

Ensuite, il s'agit de déterminer les extrémités du motif, ce qui va nous permettre d'accéder aux dimensions. La méthode utilisée consiste à travailler avec les courbes de valeurs (Figure 4-7) plutôt qu'avec les cartographies pour voir apparaître des pics lors du balayage du motif.

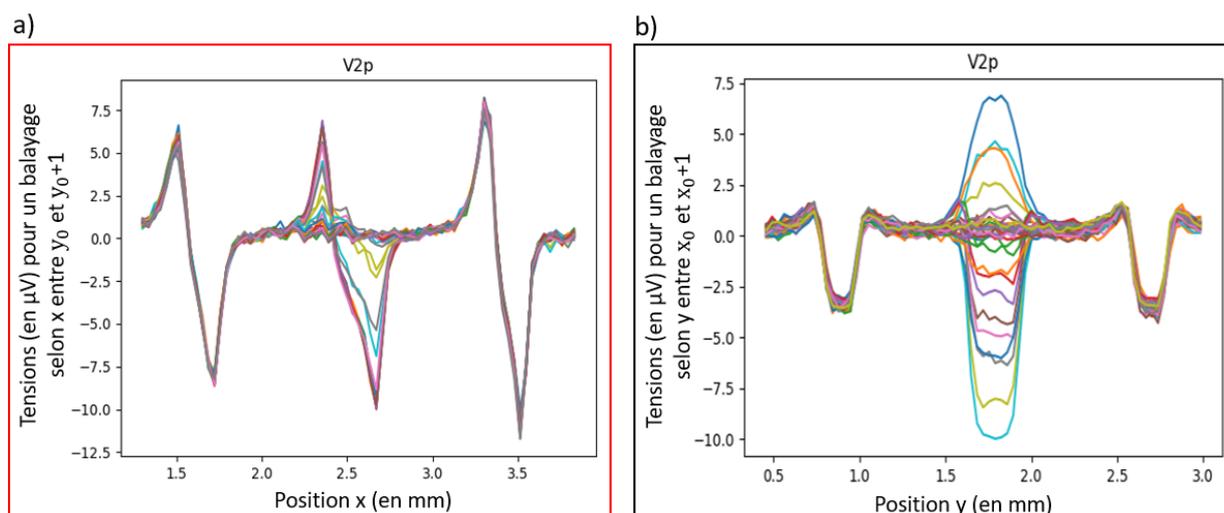


Figure 4-7 : Courbes des tensions (en μV) mesurées par le demi pont V2p (capteurs sensibles selon y) en balayant selon les x entre y_0 et y_0+1 mm (a) et en balayant selon les y entre x_0 et x_0+1 mm (b).

Les courbes représentées en figure 4-7 mettent en évidence les contours du motif de la cartographie de la figure 4-4 (b). En effet, en parcourant l'échantillon de calibration suivant les x entre y_0 et y_0+1 mm, les pics rapprochés et alternativement positifs et négatifs de la figure 4-7 (a) illustrent les polarités positives et négatives visibles sur les contours de la figure 4-4 (b) dans cette direction de balayage. De plus, en parcourant l'échantillon de calibration suivant les y entre x_0 et x_0+1 mm, les plateaux de la figure 4-7 (b) illustrent le passage sur les barreaux de valeur relativement constante du motif et plus ou moins élevée selon le barreau balayé (Figure 4-4 (b)).

Afin de davantage mettre en évidence les contours du motif de l'échantillon de calibration cartographié, nous traçons les courbes des valeurs dérivées (Figure 4-8), c'est-à-dire les courbes des valeurs correspondant à la soustraction des valeurs successives. Ainsi :

$$\text{valeur_dérivée} = \text{valeur}[n+1] - \text{valeur}[n] \quad (\text{I-7})$$

Avec, n le nombre de points dans la direction du balayage.

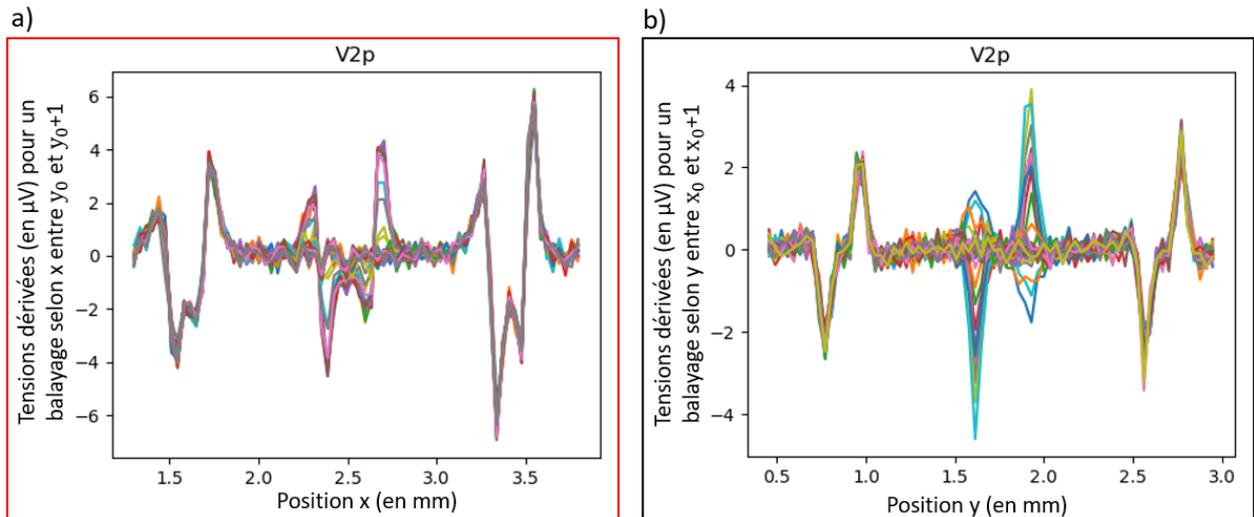


Figure 4-8 : Courbes des tensions dérivées (en μV) mesurées par le demi pont V2p (capteurs sensibles selon y) en balayant selon les x entre y_0 et y_0+1 mm (a) et en balayant selon les y entre x_0 et x_0+1 mm (b).

Cependant, les courbes des tensions dérivées (Figure 4-8) sont biaisées par les valeurs de tensions mesurées en dehors du motif magnétique, qui ne relèvent pas du magnétisme de l'échantillon de calibration mais du bruit environnant. Aussi, nous utilisons les courbes de la figure 4-8 pour définir des valeurs seuils pour chaque graphique, pour la figure 4-8 (a) la valeur seuil définie est de $2.3 \mu\text{V}$ et pour la figure 4-8 (b) la valeur seuil définie est de $1.3 \mu\text{V}$. Ainsi, nous traçons les courbes des tensions dérivées supérieures aux valeurs seuils définies (Figure 4-9).

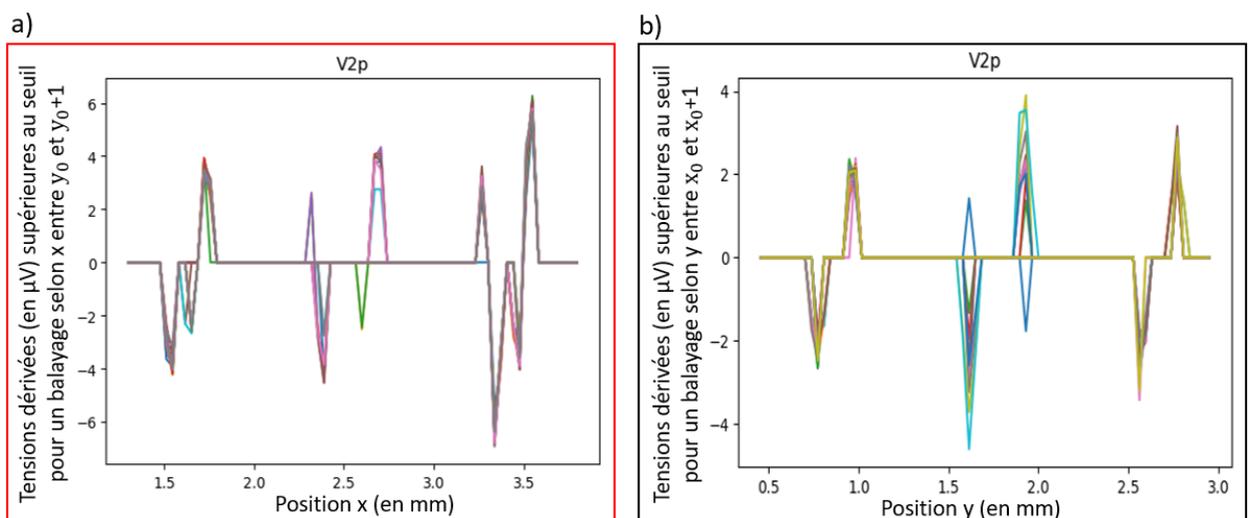


Figure 4-9 : Courbes des tensions dérivées supérieures aux seuils (en μV), mesurées par le demi pont V2p (capteurs sensibles selon y) en balayant selon les x entre y_0 et y_0+1 mm (a) et en balayant selon les y entre x_0 et x_0+1 mm (b).

Les courbes de la figure 4-9 permettent, en lisant les positions x (respectivement y) associées aux premiers (première position de $x = x_{\min}$, respectivement y) et derniers pics (dernière position de $x = x_{\max}$, respectivement y) de déterminer les dimensions selon x ($l_x = x_{\max} - x_{\min}$, respectivement y) du motif balayé. Ainsi, l'échantillon cartographié en figure 4-4 (b) possède une dimension de 2.11 mm selon x et 2.06 mm selon y . Ce qui est cohérent avec les dimensions définies par la géométrie (cf. II. b.). Nous pouvons donc recentrer le motif à l'intérieur d'une matrice carrée de taille définie. Pour cela nous déterminons deux facteurs correctifs (en mm) :

$$\Delta x_{V2p} = \frac{x_{V2p}^{max} - l_{V2p}^x}{2}, \text{ avec } x_{V2p}^{max} \text{ la position maximale selon } x \text{ du motif et } l_{V2p}^x \text{ la longueur } x \text{ du motif pour } V2p \quad (\text{I-8})$$

$$\Delta y_{V2p} = \frac{y_{V2p}^{max} - l_{V2p}^y}{2}, \text{ avec } y_{V2p}^{max} \text{ la position maximale selon } y \text{ du motif et } l_{V2p}^y \text{ la longueur } y \text{ du motif pour } V2p \quad (\text{I-9})$$

Enfin, la matrice carrée est recentrée (Figure 4-10) suivant le même procédé que le zoom (i) mais en prenant pour coordonnées $x_0 = x_{V2p}^{min} - \Delta x_{V2p}$ et $y_0 = y_{V2p}^{max} + \Delta y_{V2p}$.

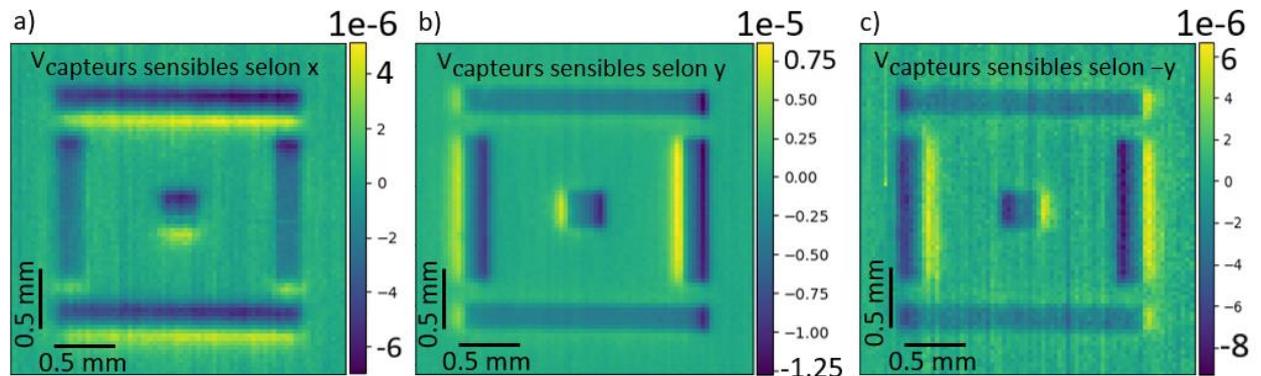


Figure 4-10 : Cartographies recentrées des tensions (en V), mesurées par le demi pont V1p : capteurs sensibles selon x (a), mesurées par le demi pont V2p : capteurs sensibles selon y (b) et mesurées par le demi pont V4p : capteurs sensibles selon $-y$ (c).

Par ailleurs, comme nous avons les dimensions du motif ainsi que les coordonnées associées aux contours, nous pouvons déterminer les coordonnées du centre du motif C_{V2p} (2.53, 1.80). En répétant le procédé pour tous les demi ponts et en comparant les coordonnées des centres nous pouvons déterminer les décalages physiques (suivant x et y) des capteurs sur le support.

(iii) Redressage

Comme l'illustre le résultat de la figure 4-10, un angle d'inclinaison n'est pas toujours présent sur les cartographies. De plus, s'il y en a un, il est le même pour tous les demi ponts, donc il n'est pas nécessaire de le corriger pour obtenir des cartographies superposables. Cependant, une méthode a tout de même été développée et est expliquée en figure 4-11.

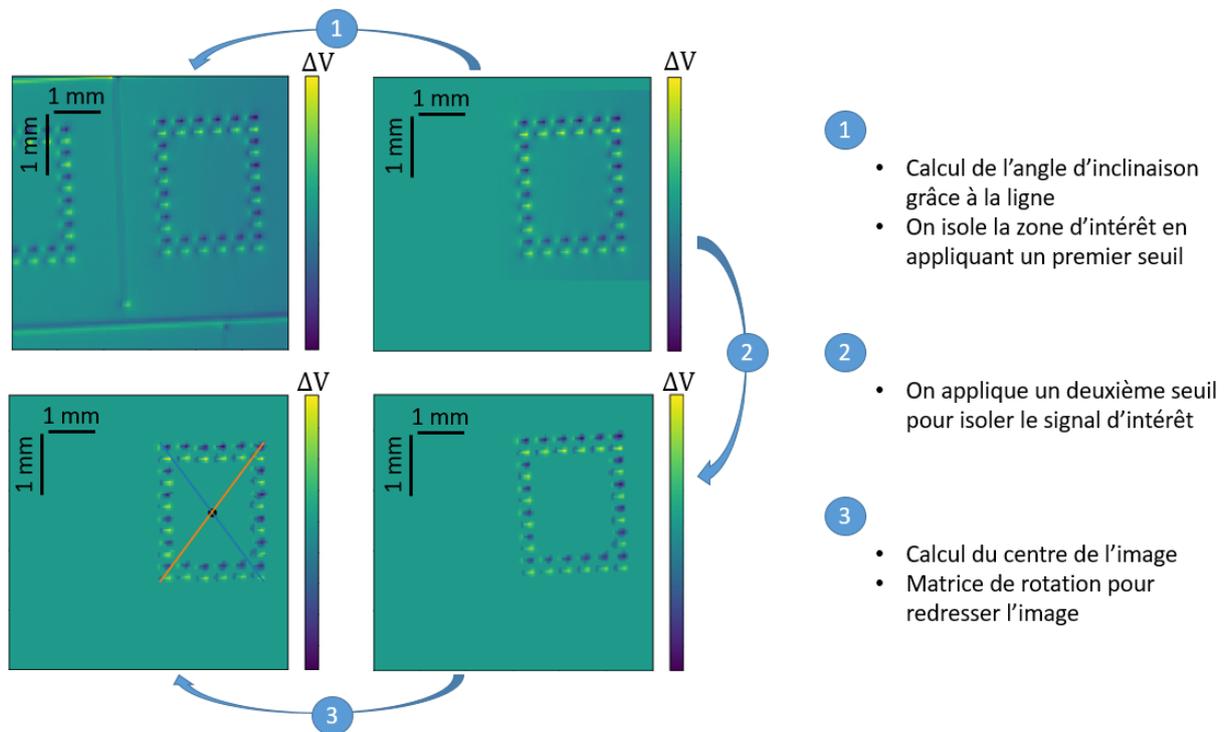


Figure 4-11 : Schéma explicatif de la méthode de redressement en 3 étapes d'une cartographie des tensions d'un demi pont de capteurs sensibles selon x , pour un échantillon de calibration d'empilement $[\text{IrMn}10\text{nm}/\text{CoFe}5\text{nm}]_4$ et d'aimantation planaire.

Cette méthode a été développée en amont de la méthode présentée pour le recentrage. Aussi, elle comporte quelques différences. En effet, ici nous ne zoomons pas sur le motif d'intérêt, mais nous « nettoyons » le reste de l'image pour isoler le motif d'intérêt en mettant à zéro les valeurs en dehors du cadre défini en deux étapes (1 et 2 dans la figure 4-11). Ensuite, nous déterminons le centre du motif, puis nous appliquons une matrice de rotation (étape 3 de la figure 4-11). L'angle utilisé est l'angle d'inclinaison mesuré avec la ligne verticale présente sur la première cartographie (étape 1 dans la figure 4-11). L'inconvénient de cette méthode est que l'on perd beaucoup d'information en isolant la zone d'intérêt. La méthode optimale serait d'appliquer une matrice de rotation à partir d'une image recentrée suivant la méthode présentée en (ii).

(iv) Calcul de la hauteur de scan

La hauteur du scan peut être calculée de différentes manières, nous avons vu qu'il est possible d'utiliser un interféromètre laser ou un diapason (Chapitre 3). Cependant, dans la pratique une méthode plus simple est souvent utilisée. Il s'agit de prendre différentes photographies, une à la hauteur de balayage (Figure 4-12 (a)) et une en s'éloignant d'une distance connue Δd avec le moteur (Figure 4-12 (b)), puis de faire une règle de 3 avec le nombre de pixels séparant la pointe de la surface de l'échantillon, pour déterminer la hauteur de balayage (I-10). Ainsi :

$$d_{\text{scan}} \rightarrow \text{nbpx1}$$

$$\text{et : } d_{\text{scan}} + \Delta d \rightarrow \text{nbpx2}$$

$$\text{Donc : } d_{\text{scan}} = \Delta d \frac{\text{nbpx1}}{\text{nbpx2} + \text{nbpx1}} \quad (\text{I-10})$$

Avec, d_{scan} la hauteur de balayage, nbpx1 le nombre de pixels entre la pointe et l'échantillon à cette position, Δd la distance de retrait du moteur selon z et nbpx2 le nombre de pixels entre la pointe et l'échantillon à cette position.

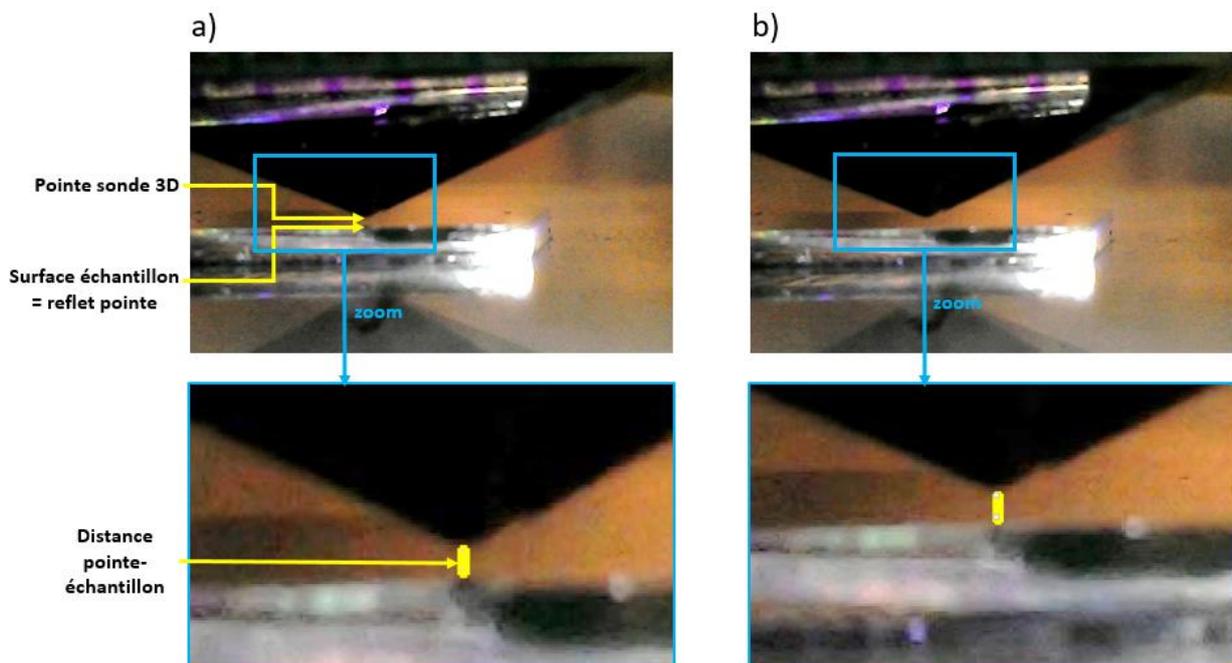


Figure 4-12 : Photographies prises pour mesurer la hauteur de balayage, une à la hauteur de balayage (a) et une en s'éloignant de $40 \mu\text{m}$ (b). La hauteur de balayage ainsi mesurée est d'environ $93 \mu\text{m}$. En effet la distance pointe-échantillon à hauteur de scan est de 7 pixels et en s'éloignant de $40 \mu\text{m}$ elle est de 10 pixels.

La précision de cette estimation de la hauteur est déterminée par la précision de la caméra utilisée. Une autre méthode a été utilisée en complément de celle-ci. En effet, la largeur des barreaux sur les cartographies des champs dépend de la hauteur de scan. Plus, la hauteur de

scan diminue, plus leur largeur diminue. Aussi, en comparant l'épaisseur des barreaux sur les reconstructions 3D des champs (Figure 4-20 (d)), à celle sur les simulations 3D des champs (Figure 4-20 (c)) à une certaine hauteur, il est possible de déduire la hauteur de scan effective.

iii. Simulation des champs de fuite

La méthode de caractérisation présentée combine des données de mesures (tensions) et des données de simulations (champs magnétiques de fuite) pour calculer la matrice de sensibilité associée. Les simulations sont réalisées avec un programme Python s'appuyant sur une solution analytique proposée pour le cas particulier d'un barreau aimanté (Figure 4-13) [2].

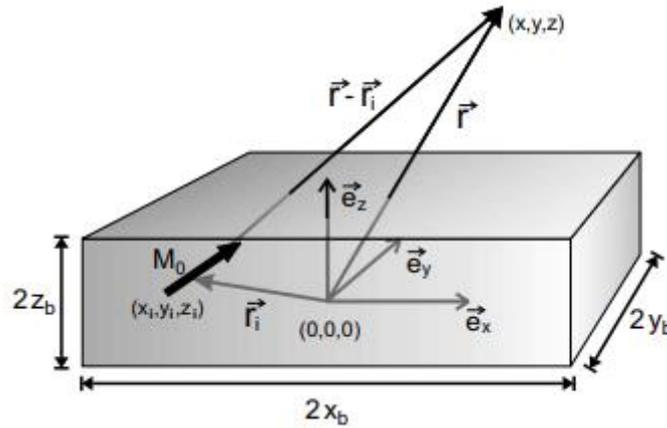


Figure 4-13 : Illustration et notations prises pour définir la géométrie du barreau aimanté de dimensions $2x_b$, $2y_b$, et $2z_b$. L'aimantation M est le long de l'axe y . [2]

Il s'agit, d'utiliser le modèle Macrospin et donc de supposer que l'aimantation M est uniforme, puis de dériver les équations fondamentales de la magnétostatique pour les champs dans les trois directions. Ainsi d'après [2]:

$$H_x(x, y, z) = \frac{M_0}{4\pi} \sum_{k,l,m=1}^2 (-1)^{k+l+m} \ln \left(z + (-1)^m z_b \right. \\ \left. + \sqrt{(x + (-1)^k x_b)^2 + (y + (-1)^l y_b)^2 + (z + (-1)^m z_b)^2} \right) \quad (I - 11)$$

$$H_y(x, y, z) = -\frac{M_0}{4\pi} \sum_{k,l,m=1}^2 (-1)^{k+l+m} \frac{(x + (-1)^k x_b) (y + (-1)^l y_b)}{|(x + (-1)^k x_b)| |(y + (-1)^l y_b)|} \cdot \arctan \left[\frac{|(x + (-1)^k x_b)| \cdot (z + (-1)^m z_b)}{|(y + (-1)^l y_b)| \cdot \sqrt{(x + (-1)^k x_b)^2 + (y + (-1)^l y_b)^2 + (z + (-1)^m z_b)^2}} \right] \quad (I - 12)$$

$$H_z(x, y, z) = \frac{M_0}{4\pi} \sum_{k,l,m=1}^2 (-1)^{k+l+m} \ln \left(x + (-1)^k x_b + \sqrt{(x + (-1)^k x_b)^2 + (y + (-1)^l y_b)^2 + (z + (-1)^m z_b)^2} \right) \quad (I - 13)$$

Finally, the program developed from this model, allows to simulate the three components of the magnetic leakage field for a given sample geometry (shape, dimension, thickness, position, and saturation magnetization) at a given height. An example of simulation for a calibration sample is presented in figure 4-14.

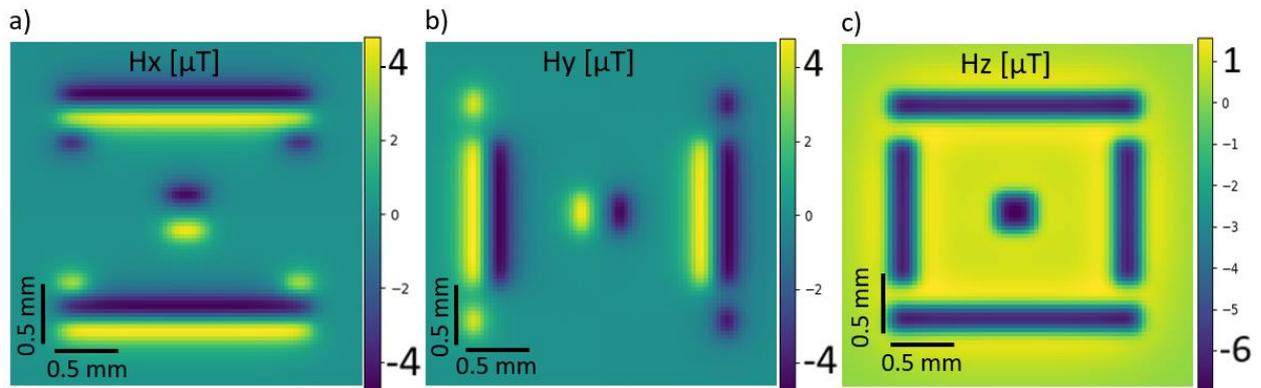


Figure 4-14 : Simulation des champs magnétiques de fuite (en μT) H_x (a), H_y (b) et H_z (c), pour un balayage à une hauteur de $100 \mu m$ de l'échantillon de calibration présenté en l.b.i. (empilement $[Ta4/Pt3/[CoFe_{30}0.4/Pt1]_{x5}/Pt3/Ta4]$ (épaisseurs en nm) avec une aimantation perpendiculaire hors du plan $M_s = 1.7 \times 10^6 A/m$).

iv. Calcul de la matrice de sensibilité

Once we have measurements of voltages, realized with the probe to characterize on a calibration sample, associated to simulations of magnetic leakage fields expected. Then, we can resolve the system of equations [I-2] to [I-5] and determine the

matrice de sensibilité caractéristique de la sonde utilisée et des conditions de mesure (hauteur de balayage). Pour cela, trois méthodes ont été développées : une première méthode expérimentale s'appuyant sur la mesure de la variation de résistance des capteurs consécutive à l'application d'un champ, une deuxième méthode mathématique utilisant trois points pour résoudre en trois étapes le système d'équations et enfin une méthode de machine learning permettant d'exploiter la totalité de l'image.

1. Mesures RH

La mesure de la résistance d'un capteur GMR en fonction du champ appliqué a été présentée dans le chapitre 2, partie IV (ii.2, iv.1 et iv.2). Nous avons vu comment obtenir une mesure expérimentale de la sensibilité des capteurs dans l'objectif d'en évaluer les performances. Ainsi, les conditions de mesures mises en place visaient à maximiser les valeurs de sensibilités obtenues, c'est pour cela que les puces étaient positionnées de façon planaire (Figure 2-22 (a)). Cependant, au cours du balayage d'un échantillon par la sonde 3D, les puces ne sont pas disposées de façon planaire sur la sonde. En effet, elles sont disposées sur les quatre faces d'un support pyramidal et la pointe de la pyramide balaye l'échantillon, comme l'illustre la figure 4-15 (a). Ainsi, la mesure des sensibilités par $R(H)$ doit être effectuée à nouveau dans des conditions proches des conditions « réelles » (Figure 4-15 (b)) pour les trois composantes x, y et z, c'est-à-dire avec le champ appliqué respectivement suivant x, y et z (en suivant la référence de la figure 4-1).

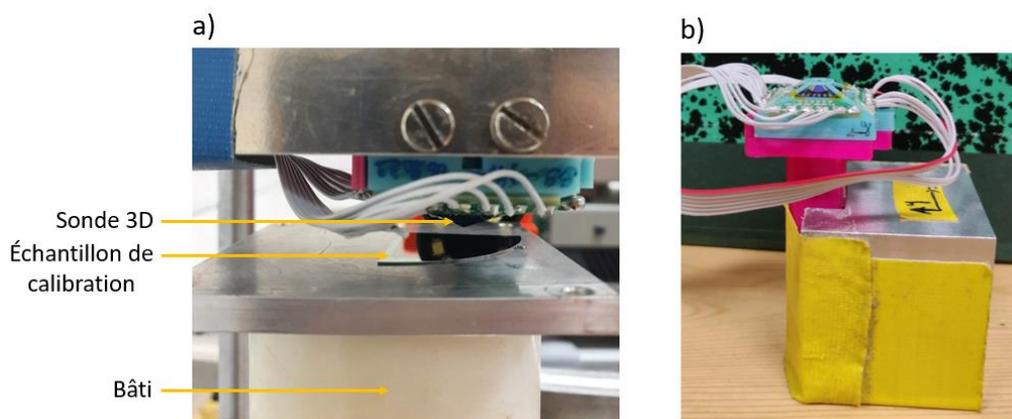


Figure 4-15 : Photographies de la sonde en conditions de balayage de l'échantillon de calibration (a) et disposée sur un support pour les mesures de $R(H)$ en conditions « réelles » (b).

De plus, en conditions « réelles » les tensions mesurées ne sont pas issues d'un seul capteur mais d'un demi pont contenant deux capteurs GMRs. Ainsi, la mesure de $R(H)$ à utiliser pour calculer les sensibilités doit être réalisée pour les demi ponts, c'est-à-dire qu'il faut mesurer la

variation du signal en sortie des demi ponts, consécutive à l'application d'un champ. Donc, il faut prendre en compte le facteur correctif pour le demi pont FC_{DP} (cf. Chapitre 3-II.b.ii.2.).

Ainsi, la matrice de sensibilité expérimentale (en $V/V_{alim}/T$), S_{exp} , obtenue à l'issue des mesures de $R(H)$ en conditions « réelles », pour la sonde utilisée dans les mesures des figures 4-3 et 4-4, est la suivante :

$$S_{exp} = \begin{pmatrix} S_{1x} & S_{1y} & S_{1z} \\ S_{2x} & S_{2y} & S_{2z} \\ S_{4x} & S_{4y} & S_{4z} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 2.09 & 0.04 & 0.41 \\ 0.14 & 1.84 & 0.39 \\ -0.14 & -1.84 & 0.39 \end{pmatrix} \quad (I-14)$$

Les résultats obtenus sont cohérents avec le fait que le pont V1p est sensible suivant x, le pont V2p suivant y et le demi pont V4p suivant $-y$. Il apparaît également que dans la direction à 90° de la direction de sensibilité du demi pont (par exemple suivant l'axe y pour le demi pont V1p) la sensibilité est proche de zéro, ce qui rejoint les optimisations exposées dans le Chapitre 2 (partie V.). Par ailleurs, la sensibilité selon z est relativement constante pour les trois demi ponts et égale à moins de la moitié de la sensibilité maximale.

Finalement, cette méthode expérimentale de calcul de la matrice de sensibilité permet de donner un ordre de grandeur des sensibilités attendues pour la sonde utilisée. En revanche, ce résultat ne prend pas en compte certaines conditions, pourtant déterminantes, de la mesure, telles que la hauteur de balayage et les décalages latéraux des capteurs. C'est pour cela que deux autres méthodes algorithmiques ont été développées.

2. Méthode des trois points

La méthode des trois points consiste à résoudre mathématiquement le système des équations (I-2) à (I-5) avec un programme Python. Les tensions impliquées sont celles mesurées par la sonde 3D à l'issue du scan de l'échantillon de calibration et les champs correspondent aux champs simulés pour ce même échantillon. Ainsi, le système étudié comporte 3 équations à 9 inconnues. Par exemple, en poursuivant avec les mesures des figures 4-10 et 4-14, le système est le suivant :

$$V_1 : \text{capteur sensible selon } x = S_{1x}H_x + S_{1y}H_y + S_{1z}H_z \quad (I-2)$$

$$V_2 : \text{capteur sensible selon } y = S_{2x}H_x + S_{2y}H_y + S_{2z}H_z \quad (I-3)$$

$$V_4 : \text{capteur sensible selon } -y = S_{4x}H_x + S_{4y}H_y + S_{4z}H_z \quad (I-5)$$

Pour simplifier la résolution algorithmique de ce système, nous choisissons des points pour lesquels le champ s'annule pour deux composantes (point P1) ou pour une seule des 3 composantes (points P2 et P3), comme représenté sur les simulations des champs magnétiques de fuite de la figure 4-16.

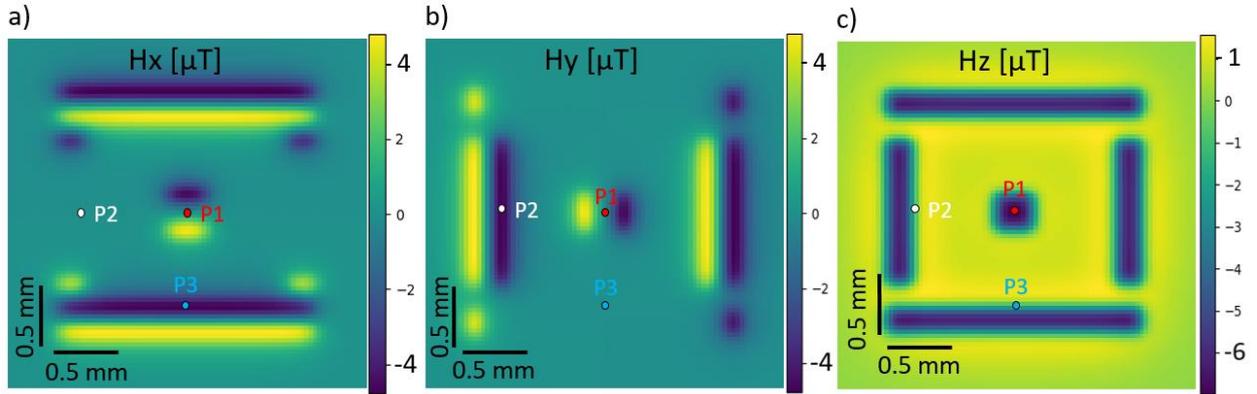


Figure 4-16 : Schéma des points P1, P2 et P3 positionnés sur les simulations des champs magnétiques de fuite (en μT) de la figure 4-14 et choisis pour résoudre le système des équations (I-2), (I-4) et (I-5).

Tout d'abord, en choisissant le point P1, les composantes x et y du champ s'annulent. En effet, nous avons :

$$V_1(P1) = S_{1z}H_z(P1) \quad (I-15)$$

Avec, $V_1(P1)$ la tension du demi pont V_{1p} prise au point P1 et $H_z(P1)$ le champ H_z au point P1, respectivement pour $V_1(P2)$ et $V_1(P3)$, les tensions du demi pont V_{1p} prises aux point P2 et P3. De même pour les champs.

Ce qui nous permet de déterminer la composante z de la sensibilité de ce demi pont :

$$S_{1z} = \frac{V_1(P1)}{H_z(P1)} \quad (I-16)$$

Ensuite, en choisissant le point P2, la composante x du champ s'annule. En effet, nous avons :

$$V_1(P2) = S_{1y}H_y(P2) + S_{1z}H_z(P2) \quad (I-17)$$

Ensuite, comme nous venons de calculer la composante z, nous pouvons l'utiliser pour calculer la composante y de la sensibilité de ce demi pont :

$$S_{1y} = \frac{V_1(P2) - S_{1z}H_z(P2)}{H_y(P2)} \quad (I-18)$$

Enfin, en choisissant le point P3, la composante y du champ s'annule. En effet, nous avons :

$$V_{1p}(P3) = S_{1x}H_x(P3) + S_{1z}H_z(P3) \quad (I-19)$$

De même, comme nous venons de calculer la composante z, nous pouvons l'utiliser pour calculer la composante x de la sensibilité de ce demi pont :

$$S_{1x} = \frac{V_{1p}(P3) - S_{1z}H_z(P3)}{H_x(P3)} \quad (I-20)$$

Dans l'objectif d'évaluer la précision de cette méthode, une procédure de test a été mise en place. Elle consiste à simuler les tensions à partir des champs simulés et d'une matrice de sensibilité connue (Figure 4-17), pour ensuite utiliser la méthode des trois points pour recalculer la matrice de sensibilité à partir des champs et des tensions simulées.

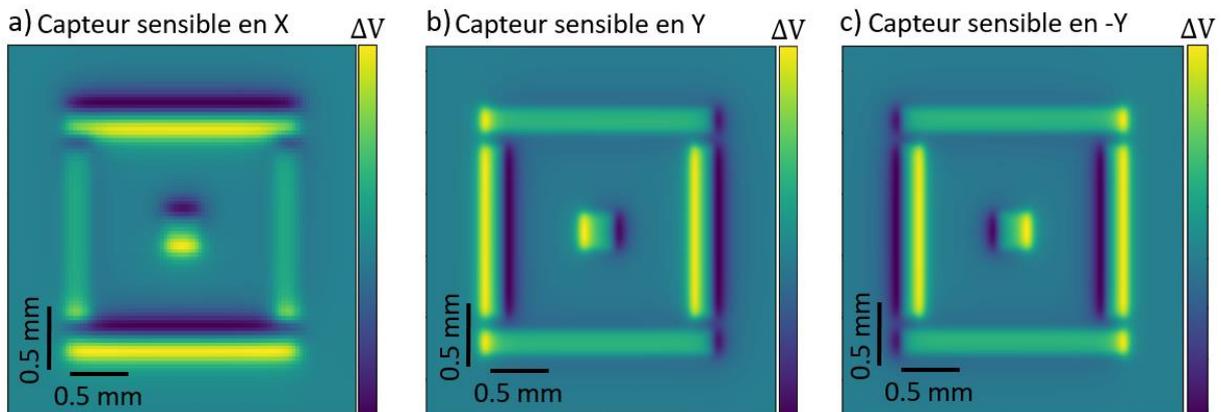


Figure 4-17 : Tensions théoriques simulées à partir des champs magnétiques de fuite simulés et d'une matrice de sensibilité donnée. Les cartographies des tensions simulées ont été réalisées pour les demi ponts avec des capteurs sensibles selon x (a), selon y (b) et selon -y (c).

L'erreur ainsi estimée est représentée dans le tableau de la figure 4-18.

Sensibilités	Calculées (en V/V/T)	Erreurs (en V/V/T)	Erreurs relatives (en %)
S_{1x}	13,8	0,3	2,2
S_{1y}	0,02	0,002	10
S_{1z}	13,5	0,004	0,03

Figure 4-18 : Tableau des sensibilités calculées avec la méthode des trois points et estimation de l'erreur relative

Ainsi, la matrice de sensibilité calculée avec la méthode des trois points dans le cadre des simulations des champs magnétiques de fuite et des tensions associées permet un calcul avec une erreur relative négligeable pour les sensibilités S_{1x} et S_{1z} (Figure 4-17). Cependant, une erreur relative importante est observée pour S_{1y} (Figure 4-17). Ce résultat s'explique par le fait que la sensibilité selon y choisie était trop élevée pour que la reconstruction des champs soit efficace. En effet, nous avons vu dans la partie V du chapitre 2 l'importance dans le plan du caractère unidirectionnel de la sensibilité des capteurs GMRs. Ainsi, le programme a donc calculé une valeur plus faible qui répond mieux au critère unidirectionnel de la sensibilité des capteurs que la valeur qui lui a été donnée en entrée.

Finalement, cette méthode a été utilisée avec les tensions mesurées et recentrées de l'échantillon de calibration (Figure 4-10) et les simulations de champs magnétiques de fuite associés (Figure 4-14). La matrice de sensibilité ainsi calculée permet de caractériser la sonde 3D utilisée et tient compte des conditions de la mesure, telles que la hauteur de balayage ainsi que les positions des capteurs sur le support pyramidal (décalages latéraux). Cependant, les simulations ne peuvent pas anticiper les dérives éventuelles du signal. Par conséquent, les valeurs obtenues par la méthode des trois points sont ensuite ajustées par incréments successifs jusqu'à l'obtention d'une matrice de sensibilité qui coïncide avec les champs magnétiques de fuite simulés attendus. On obtient ainsi la matrice de sensibilité $S_{3 \text{ points}}$, calculée en $V/V_{\text{alim}}/T$:

$$S_{3 \text{ points}} = \begin{pmatrix} 2.5 & 0.11 & 1.05 \\ 0.15 & 4.2 & 2.21 \\ -0.15 & -5.26 & 1.58 \end{pmatrix} \quad (\text{I-21})$$

Les résultats obtenus sont cohérents avec les résultats expérimentaux par $R(H)$ en termes d'ordres de grandeur. En effet, il apparaît à nouveau que le pont V_{1p} est sensible suivant x, le pont V_{2p} suivant y et que le demi pont V_{4p} est sensible suivant $-y$. De même, les sensibilités

suivant la direction à 90° de la direction de sensibilité maximale du demi pont (par exemple suivant l'axe y pour le demi pont V_{1p}) sont proches de zéro, ce qui rejoint les optimisations exposées dans le Chapitre 2 (partie V). Par ailleurs, les sensibilités selon z calculées sont ici plus cohérentes avec les résultats attendus qu'elles ne l'étaient avec la matrice expérimentale. En effet, le facteur ½ entre la sensibilité maximale et la sensibilité suivant z est davantage respecté.

3. Méthode Machine Learning

Une autre méthode utilisant l'image complète et donc l'ensemble des données disponibles a été développée par Chloé Chopin et Flavio Abreu Araujo.

Les données expérimentales et de simulation sont deux jeux de données de même dimension, de $n + 1$ valeurs chacun [3]. Le premier jeu de données, appelé jeu de données d'entraînement (ou d'apprentissage), est utilisé pour définir un modèle, dans le cas présent, calculer la matrice de sensibilité. Tandis que le second, appelé jeu de données de test, permet d'évaluer l'entraînement réalisé et surtout la généralisation du modèle à des données qui n'ont pas été utilisées pour l'entraînement et qui sont donc inconnues du modèle. Ainsi, deux méthodes d'entraînement ont été testées sur les jeux de données d'entraînement et de test. La première consiste à calculer la matrice de sensibilité S_V par simple calcul matriciel, tel que :

$$\mathbf{S}_V = \begin{pmatrix} S_{1x} & S_{1y} & S_{1z} \\ S_{2x} & S_{2y} & S_{2z} \\ S_{4x} & S_{4y} & S_{4z} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \mathbf{V}_1 \\ \mathbf{V}_2 \\ \mathbf{V}_4 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \mathbf{H}_x \\ \mathbf{H}_y \\ \mathbf{H}_z \end{pmatrix}^{-1} = \begin{pmatrix} V_{1,0} & \dots & V_{1,n} \\ V_{2,0} & \dots & V_{2,n} \\ V_{4,0} & \dots & V_{4,n} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} H_{x,0} & \dots & H_{x,n} \\ H_{y,0} & \dots & H_{y,n} \\ H_{z,0} & \dots & H_{z,n} \end{pmatrix}^{-1} \quad (\text{I-22})$$

En effet, la matrice des tensions du jeu de données d'entraînement est multipliée par la matrice des champs inversée (calcul réalisé avec le langage de programmation Python). Le champ est ensuite prédit avec la relation : $\mathbf{H} = \mathbf{S}_V^{-1} \cdot \mathbf{V}$. Afin de déterminer la qualité du modèle suivant cette méthode, la racine carrée de l'erreur quadratique moyenne (RMSE) est calculée pour les jeux de données d'entraînement et de test, respectivement. Ainsi, les résultats obtenus sont comparables avec $\text{RMSE}_{H_x} = 0.71 \mu\text{T}$ et $0.71 \mu\text{T}$, $\text{RMSE}_{H_y} = 0.69 \mu\text{T}$ et $0.72 \mu\text{T}$, et $\text{RMSE}_{H_z} = 1.34 \mu\text{T}$ et $1.41 \mu\text{T}$. L'erreur dans les directions de sensibilité planaires des capteurs (H_x , H_y) est environ deux fois plus petite que celle pour H_z .

La deuxième méthode consiste à calculer la matrice de sensibilité et les champs par régression linéaire multiple [4]. Les équations $H_{k,i} = \alpha_k \cdot V_{1,i} + \beta_k \cdot V_{2,i} + \gamma_k \cdot V_{4,i} + \delta_k$ sont ajustées en même temps avec $k \in \{x, y, z\}$, $i = 0..n$ et δ_k le biais [5,6]. De même, nous calculons les

erreurs pour déterminer la qualité du modèle suivant cette méthode. Ce qui donne : $RMSE_{H_x} = 0.42 \mu\text{T}$ et $0.43 \mu\text{T}$, $RMSE_{H_y} = 0.38 \mu\text{T}$ et $0.39 \mu\text{T}$, $RMSE_{H_z} = 0.85 \mu\text{T}$ et $0.95 \mu\text{T}$, pour les jeux de données d'entraînement et de test respectivement. Lorsque le biais δ_k est forcé à zéro, l'erreur est supérieure pour H_z avec $RMSE_{H_z} = 1.40 \mu\text{T}$ et $1.50 \mu\text{T}$ alors que les erreurs pour H_x et H_y sont proches de $0.41 \mu\text{T}$.

Finalement, la régression linéaire multiple avec un biais non nul permet de minimiser l'erreur et donne les résultats les plus satisfaisants et montre que ce modèle est généralisable et s'adapte à des données qu'il n'a jamais vues (comparaison cadres rouges et oranges, Figure 4-19). Ce qui permet de valider la fiabilité du modèle pour le calcul de la matrice de sensibilité (cf. I-23)

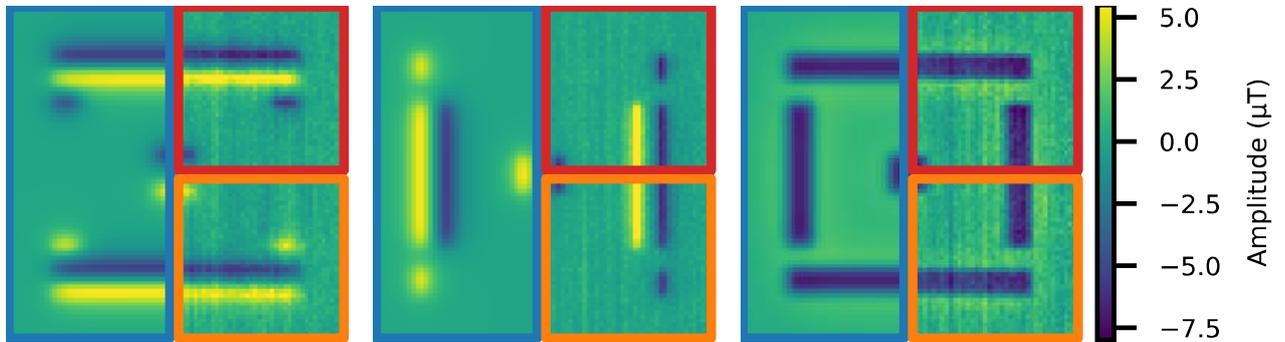


Fig. 4-19. Simulation ou reconstruction de H_x (a), H_y (b) et H_z (c) (en μT). Les données de simulation sont dans les rectangles bleus et l'inférence sur le jeu de données d'entraînement (respectivement de test) est dans les rectangles rouges (respectivement orange).

La matrice de sensibilité obtenue avec cette méthode, calculée en $\mathbf{V}/\mathbf{V}_{\text{alim}}/\mathbf{T}$, est la suivante :

$$\mathbf{S}_{\text{reg}} = \begin{pmatrix} 1.83 & 0.18 & 0.91 \\ -0.02 & 2.95 & 1.60 \\ -0.25 & -2.63 & 1.14 \end{pmatrix} \quad (\text{I-23})$$

À nouveau, les résultats obtenus sont cohérents avec ceux attendus et obtenus avec les deux précédentes méthodes.

Finalement, voici les trois matrices de sensibilités (en $\mathbf{V}/\mathbf{V}_{\text{alim}}/\mathbf{T}$) obtenues avec les différentes méthodes, respectivement, expérimentale, méthode des trois points ou méthode de machine learning :

$$S_{\text{exp}} = \begin{pmatrix} 2.09 & 0.04 & 0.41 \\ 0.14 & 1.84 & 0.39 \\ -0.14 & -1.84 & 0.39 \end{pmatrix} \quad (\text{I-14})$$

$$S_{3 \text{ points}} = \begin{pmatrix} 2.5 & 0.11 & 1.05 \\ 0.15 & 4.2 & 2.21 \\ -0.15 & -5.26 & 1.58 \end{pmatrix} \quad (\text{I-21})$$

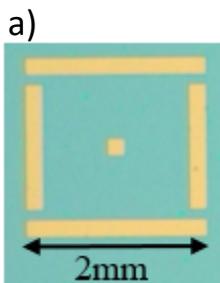
$$S_{reg} = \begin{pmatrix} 1.83 & 0.18 & 0.91 \\ -0.02 & 2.95 & 1.60 \\ -0.25 & -2.63 & 1.14 \end{pmatrix} \quad (\text{I-23})$$

Les matrices de sensibilités sont du même ordre de grandeur. Cependant, nous avons vu que la méthode expérimentale RH ne prend pas en compte les conditions de la mesure (décalages physiques des capteurs et hauteur de balayage). Ainsi, il s'agit de choisir une méthode parmi les deux restantes. La méthode des trois points apparaît comme la méthode la plus simple à mettre en place dans un premier temps.

v. Vérification

Une fois la matrice de sensibilité déterminée et les données de tension centrées, nous utilisons un autre programme pour calculer le vecteur de champ magnétique complet. Pour cela nous calculons la matrice de sensibilité inverse puis nous la multiplions par les tensions mesurées centrées.

Les résultats de chacune des étapes de caractérisation de la sonde 3D sont résumées dans la figure 4-20.



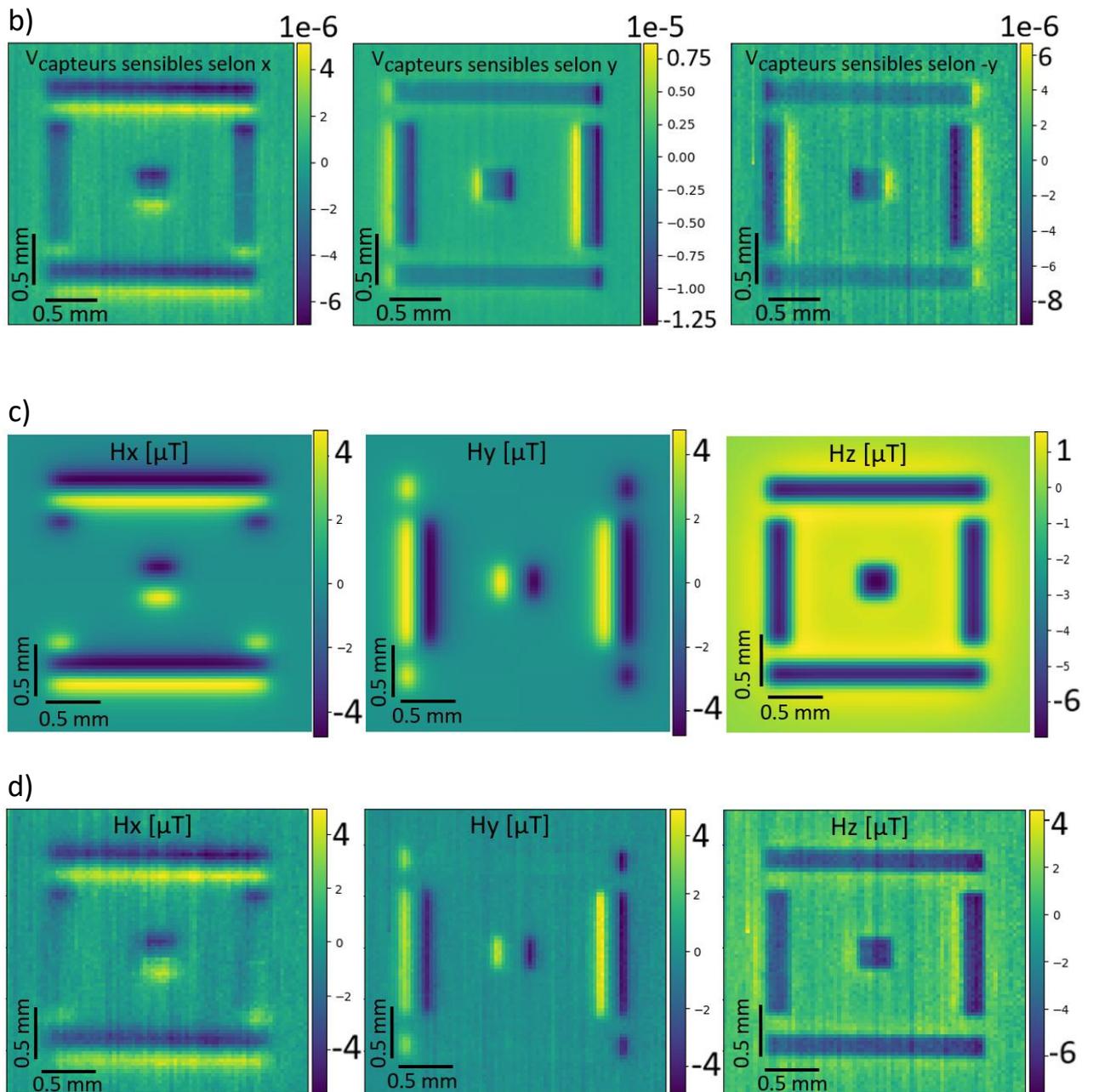


Figure 4-20 : Résumé des étapes clés de la caractérisation d'une sonde 3D. (a) Choix et développement d'un échantillon de calibration, ici un empilement $[Ta4/Pt3/[CoFe_{30}0.4/Pt1]_{x5}/Pt3/Ta4]$ (épaisseurs en nm) à aimantation perpendiculaire hors du plan avec une géométrie carrée constituée de quatre barreaux. (b) Cartographies des tensions mesurées et recentrées (en Volts), issues du balayage de l'échantillon de calibration avec la sonde 3D à une hauteur de $100 \mu m$ (pour les demi ponts V1p, V2p et V4p). (c) Simulation des champs magnétique de fuites (en μT) H_x , H_y et H_z en tenant compte des conditions de la mesure (positions des capteurs et hauteur de balayage). (d) Cartographies des trois composantes des champs magnétiques de fuite (en μT) H_x , H_y et H_z , reconstitués grâce à la matrice de sensibilité $S_{3 \text{ points}}$ et aux tensions mesurées recentrées. [7]

La comparaison des cartographies des trois composantes des champs magnétiques de fuite simulés avec celle des champs reconstitués à partir de la matrice de sensibilité caractéristique

de la sonde 3D permet de vérifier la caractérisation de la sonde 3D. En effet, si les résultats sont du même ordre de grandeur, la matrice calculée est correcte, à l'inverse si les résultats sont éloignés elle est incorrecte. Or, les cartographies (c) et (d) de la figure 4-20 montrent des résultats du même ordre de grandeur (hormis la valeur maximale de la composante z qui s'explique par l'artefact d'intensité maximale observé à gauche au-dessus de la ligne du milieu sur la cartographie des tensions du demi pont de capteurs sensibles suivant -y). Ainsi, il est démontré que la matrice de sensibilité calculée avec la méthode des 3 points ($S_{3 \text{ points}}$) permet de reconstruire les trois composantes des champs magnétiques de fuite émis par un matériau à partir d'une mesure des tensions, issue du balayage de ce matériau avec la sonde 3D.

II. Développement des échantillons de calibration

Les échantillons de calibration jouent un rôle crucial dans la méthode de reconstruction des champs magnétiques de fuite. En effet, comme ils sont dessinés et développés au laboratoire, nous pouvons simuler les champs magnétiques de fuite attendus. De plus, nous pouvons cartographier les tensions obtenues à l'issue du balayage de l'échantillon avec la sonde 3D. Ainsi, en combinant des données de simulation et de mesure, nous pouvons calculer la matrice de sensibilité caractéristique de la sonde utilisée (cf. I.b.iv.), nécessaire à la dernière étape de reconstruction 3D des champs.

Deux types d'échantillons de calibration ont été réalisés et étudiés, un premier à aimantation planaire et un second à aimantation perpendiculaire (hors du plan).

a. Matériaux à aimantation planaire : 1ère génération

L'échantillon de calibration à aimantation planaire est constitué d'un empilement d'IrMn et de CoFe $[\text{IrMn}10\text{nm}/\text{CoFe}5\text{nm}]_{\times 4}$. La direction de l'aimantation est suivant l'axe -x en prenant la convention de la figure 4-21 (b), est donnée par la direction du recuit sous champ et est bloquée grâce au couplage d'échange à l'interface entre l'IrMn et le CoFe. La géométrie choisie est

représentée sur la figure 4-21 (a), il s'agit d'un grand carré de carrés de différentes tailles (100×100µm, 200×200µm et 300×300µm). De plus, des lignes horizontales sont disposées entre les grands carrés pour faciliter le calcul de l'angle d'inclinaison lors de la caractérisation. Les empilements sont déposés par pulvérisation cathodique sur des wafers en silicium et les masques sont ensuite réalisés par lithographie UV et gravure IBE.

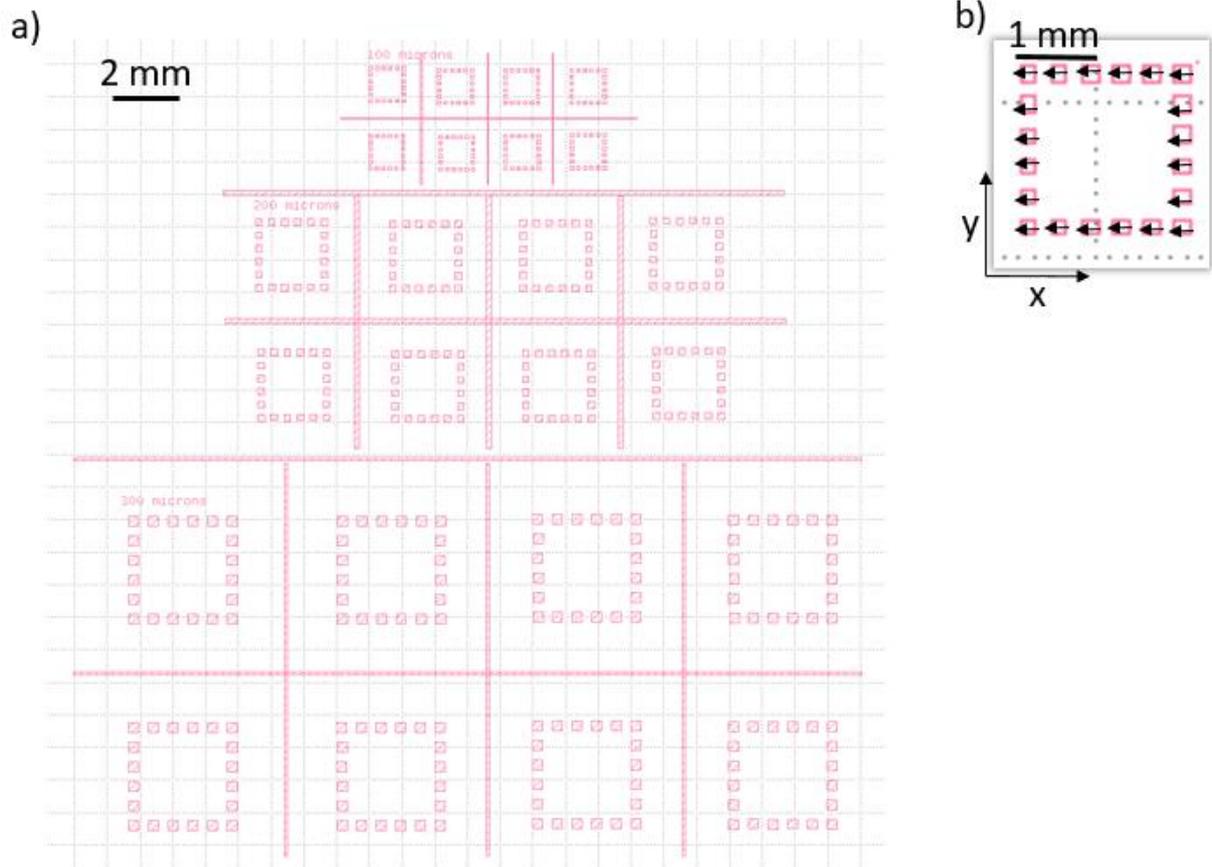


Figure 4-21 : Masque Klayout de l'échantillon de calibration à aimantation planaire d'empilement [IrMn10nm/CoFe5nm]4. Le masque complet (a) présente trois différentes dimensions : grand carré de carrés de 100×100µm, de 200×200µm et de 300×300µm. La direction de l'aimantation ($M_{sat} = -1.39 \times 10^6$ A/m) est représentée par des flèches noires sur un zoom du masque, correspondant au grand carré de carrés de 200×200µm (b).

Afin de préparer les mesures de l'échantillon de calibration avec la sonde 3D, nous avons simulé les cartographies des champs magnétiques de fuite (Figure 4-22) et des tensions (Figure 4-23) attendues.

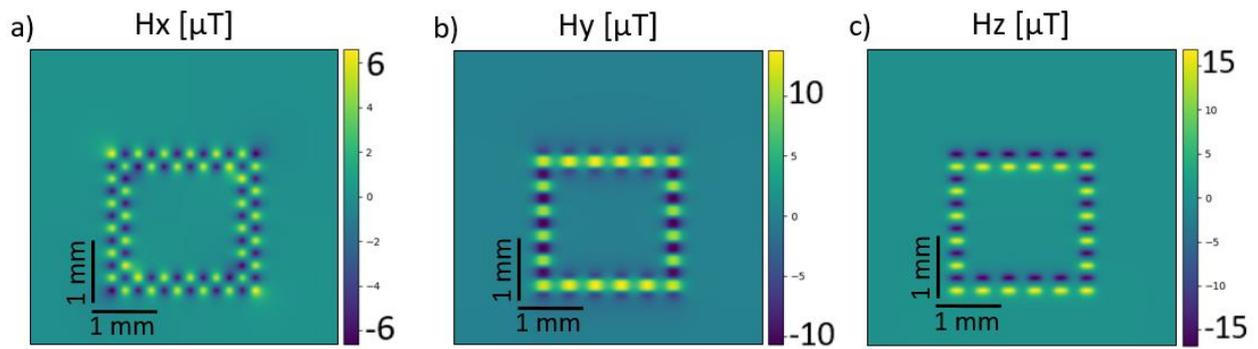


Figure 4-22 : Simulation des champs magnétiques de fuite (en μT) H_x (a), H_y (b) et H_z (c), pour un balayage à une hauteur de $70\ \mu\text{m}$ de l'échantillon de calibration à aimantation planaire ($M_s = -1.39 \times 10^6\ \text{A/m}$, selon x) d'empilement $[\text{IrMn}10\text{nm}/\text{CoFe}5\text{nm}]_{x4}$ et de dimensions $200 \times 200\ \mu\text{m}$.

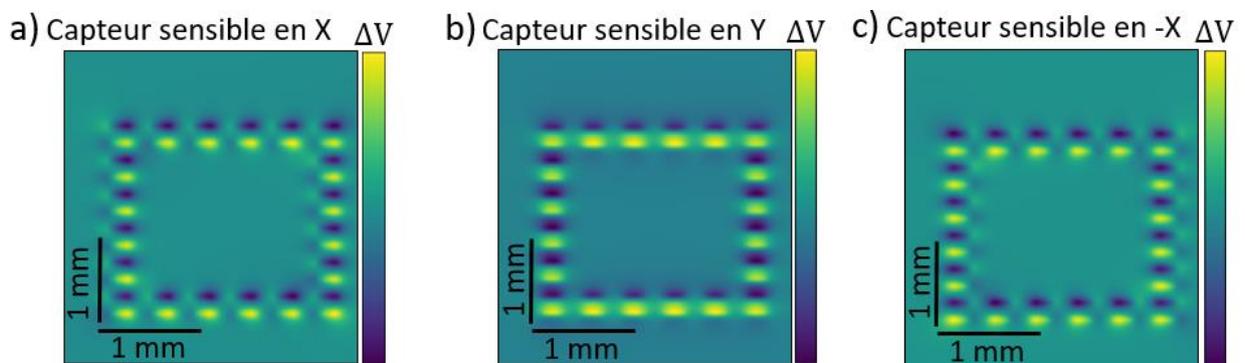


Figure 4-23 : Simulation des tensions $V_{\text{capteur sensible en } x}$ (a), $V_{\text{capteur sensible en } y}$ (b) et $V_{\text{capteur sensible en } -x}$ (c), pour un balayage à une hauteur de $70\ \mu\text{m}$ de l'échantillon de calibration à aimantation planaire ($M_s = -1.39 \times 10^6\ \text{A/m}$, selon x) d'empilement $[\text{IrMn}10\text{nm}/\text{CoFe}5\text{nm}]_{x4}$, de dimensions $200 \times 200\ \mu\text{m}$ et pour une matrice de sensibilité obtenue par mesure RH.

Il s'agit désormais de balayer l'échantillon de calibration avec la sonde 3D et de comparer les résultats des cartographies des tensions simulées à celles mesurées (Figure 4-24).

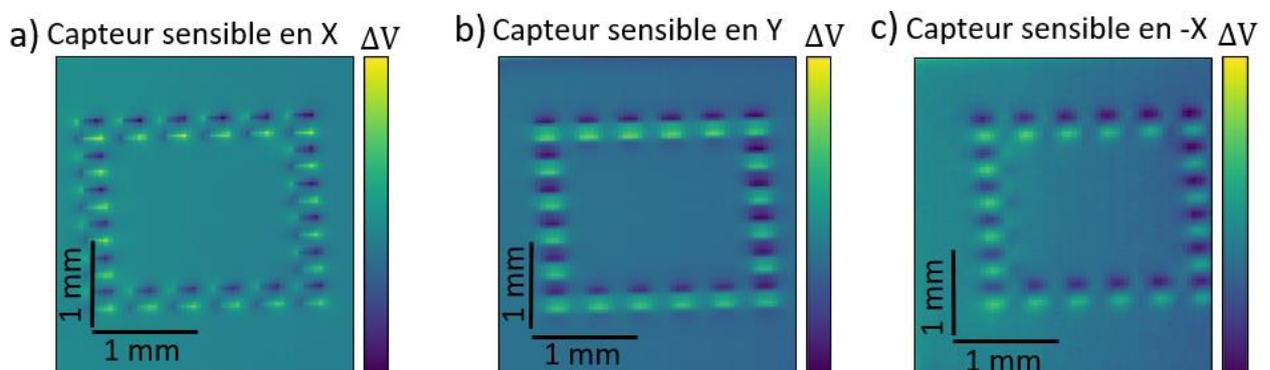


Figure 4-24 : Cartographie des tensions $V_{\text{capteur sensible en } x}$ (a), $V_{\text{capteur sensible en } y}$ (b) et $V_{\text{capteur sensible en } -x}$ (c), obtenues à l'issue du balayage avec la sonde 3D de l'échantillon de calibration à

aimantation planaire sur une zone où les dimensions des petits carrés sont de 200×200µm. La hauteur de balayage est d'environ 70µm.

Les résultats des mesures (Figure 4-24) sont très cohérents avec les résultats des simulations (Figure 4-23).

Afin de caractériser la sonde 3D et calculer la matrice de sensibilité caractéristique de la sonde 3D et des conditions de cette mesure, il faut traiter les données de mesures pour les rendre superposables (cf. I.b.ii.2). Cependant, les simulations des champs magnétiques de fuite (Figure 4-22) montrent qu'il est difficile de choisir des points stratégiques permettant de faciliter la résolution du système (I-2, I-3 et I-5) et de calculer la matrice de sensibilité. Aussi, un autre échantillon de calibration plus adapté à la problématique a été développé.

b. Matériaux à aimantation perpendiculaire (hors du plan)

Dans le cadre de cette étude nous cherchons à déterminer l'empilement optimal pour réaliser un échantillon de calibration à aimantation magnétique perpendiculaire hors du plan. L'idée est d'utiliser des structures multicouches magnétiques avec une anisotropie magnétique perpendiculaire (PMA). Ce type de structures est largement développé pour des dispositifs de spintronique appliqués, tels que les mémoires vives magnétiques à transfert de spin (STT-MRAM), mais aussi pour des dispositifs plus fondamentaux, comme les skyrmions [8].

i. Anisotropie magnétique perpendiculaire

Nous avons vu dans le Chapitre 1 (IV.b.v.) que les faibles épaisseurs de couches dans les couches minces associées à une interface, entraînent un produit $K \cdot t_s > 0$ (avec K la constante d'anisotropie et t_s l'épaisseur de la couche ferromagnétique considérée) et créent une anisotropie perpendiculaire hors plan très importante.

Par ailleurs, l'étude des effets de l'épaisseur de CoFe et de Pt, ainsi que du nombre de bicouches $(\text{CoFe/Pt})_n$, sur l'anisotropie magnétique perpendiculaire (PMA) et la coercivité, suggèrent qu'une grande épaisseur de CoFe et un plus grand nombre de bicouches tendent à créer des cycles d'hystérésis en forme de nœuds papillons sur l'axe facile et des structures à domaines multiples (Figure 4-25). Cette structure multi-domaine résulte de la compétition entre l'énergie

de la paroi du domaine et l'énergie magnétostatique. Le champ magnétostatique favorise un état désaimanté, ce qui crée un cycle en forme de nœud papillon suivant l'axe facile et une faible rémanence, au prix d'une énergie élevée de la paroi du domaine. Ainsi, dans les multicouches minces à aimantation perpendiculaire, cette structure doit être évitée, c'est pourquoi une faible épaisseur de CoFe et un petit nombre de bicouches CoFe/Pt sont préférables [9].

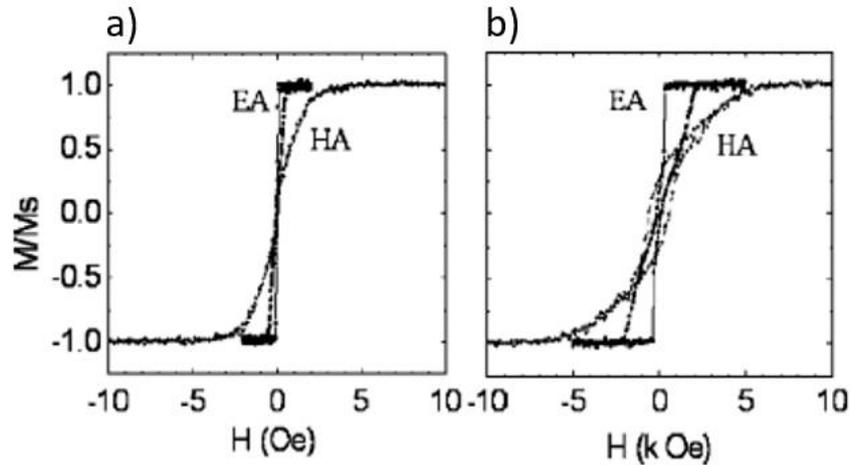


Figure 4-25 : Cycles d'hystérésis d'une multicouche Pt100/[Co2.5/Pt10]₁₅/Pt100 (a) and Pt100/[Co6/Pt10]₁₅/Pt100 (b) [8].

De plus, l'étude de la PMA dans les multicouches ultrafines (CoFe[0.2]nm/Pt[0.2]nm)_n révèle que les couches de Pt possèdent une structure cristalline fcc avec une orientation [111] privilégiée [10]. Les multicouches n=3,4 dont les propriétés magnétiques sont mesurées par Effect Hall Extraordinaire (EHE) mettent en évidence une PMA qui peut être améliorée par recuit thermique (Figure 4-26 (a)). En revanche, au-delà de n=5 (compris) il n'y a pas de PMA après dépôt, elle apparaît seulement après recuit (à 250°) (Figure 4-26 (b)).

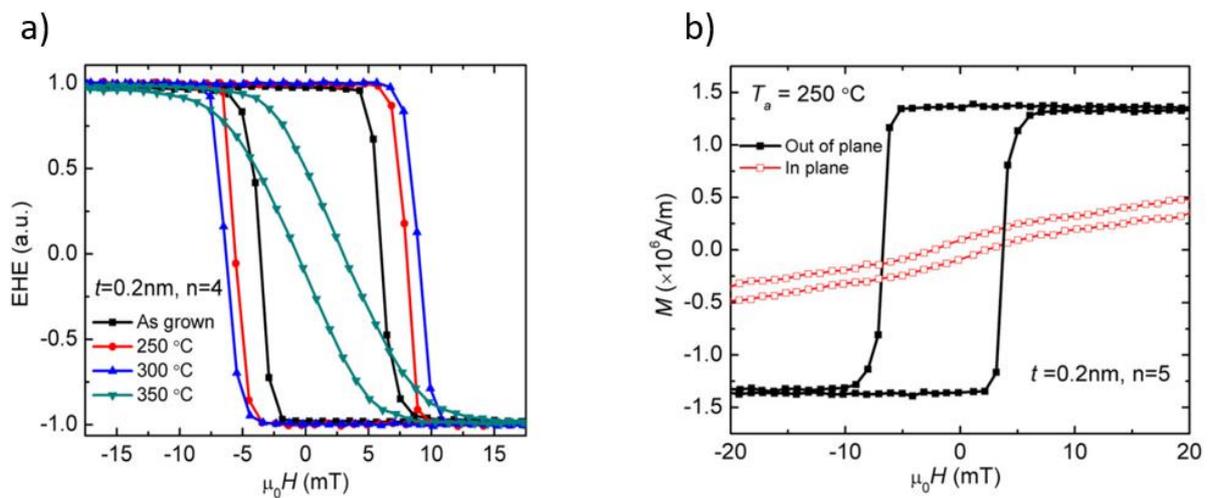


Figure 4-26 : Cycles d'hystérésis d'une multicouche $(\text{CoFe}[0.2]\text{nm}/\text{Pt}[0.2]\text{nm})_4$ après dépôt et après différentes températures de recuit (250° , 300° et 350°) (a) et d'une multicouche $(\text{CoFe}[0.2]\text{nm}/\text{Pt}[0.2]\text{nm})_5$ après un recuit de 250° [10].

En effet, sur la courbe à l'état de croissance (Figure 4-26 (a)) le cycle carré suggère qu'une anisotropie uni-axiale complète, hors du plan, est obtenue. L'anisotropie perpendiculaire est ensuite renforcée par les recuits jusqu'à la température de 350° , grâce à la modification de l'interface CoFe/Pt. Au-delà, la PMA diminue ce qui peut être due à la rugosité de l'interface qui ne peut plus être négligée ou à la diffusion élémentaire du Pt des premières couches vers les couches supérieures. Finalement l'anisotropie perpendiculaire est liée à l'épaisseur de la couche et à la rugosité de l'interface [10].

ii. Développement de couches minces à aimantation perpendiculaire

Afin de déterminer l'empilement optimal, différents empilements ont été déposés et testés :

- Ta[4nm]/Pt[3nm]/(CoFe₃₀[0.3nm]/Pt[0.3nm])₅/Pt[3nm]/Ta[4nm]
- Ta[4nm]/Pt[3nm]/(CoFe₃₀[0.4nm]/Pt[1nm])₅/Pt[3nm]/Ta[4nm]
- Ta[4nm]/Pt[3nm]/IrMn[10nm]/(CoFe₃₀[0.4nm]/Pt[1nm])₅/Pt[3nm]/Ta[4nm]
- Ta[4nm]/Pt[3nm]/IrMn[10nm]/(CoFe₃₀[0.4nm]/Pt[1nm])₁₅/Pt[3nm]/Ta[4nm]

Les empilements proposés testent deux possibilités d'épaisseurs de couches de la bicouche $(\text{CoFe}/\text{Pt})_n$: $(\text{CoFe}_{30}[0.3\text{nm}]/\text{Pt}[0.3\text{nm}])$ et $(\text{CoFe}_{30}[0.4\text{nm}]/\text{Pt}[1\text{nm}])$, deux possibilités de nombre de bicouches : 5 ou 15 et finalement l'ajout d'une couche d'IrMn (afin de bloquer l'aimantation dans une direction et éviter les domaines magnétiques).

Les échantillons correspondant aux empilements présentés ont été mesurés par VSM avant et après recuit à 200° , ainsi que dans le plan ou hors plan (Figure 4-27). La mesure VSM permet d'obtenir le cycle d'hystérésis d'un empilement. Étant donné que les empilements correspondent à un film mince à aimantation perpendiculaire hors du plan, c'est la mesure du cycle d'hystérésis pour un champ appliqué hors du plan qui nous intéresse et qui doit donner un cycle d'hystérésis caractéristique d'un matériau ferromagnétique lorsque le champ est appliqué dans la direction de l'aimantation du film. De plus, le recuit à 200° a pour objectif de renforcer l'anisotropie perpendiculaire du film mince.

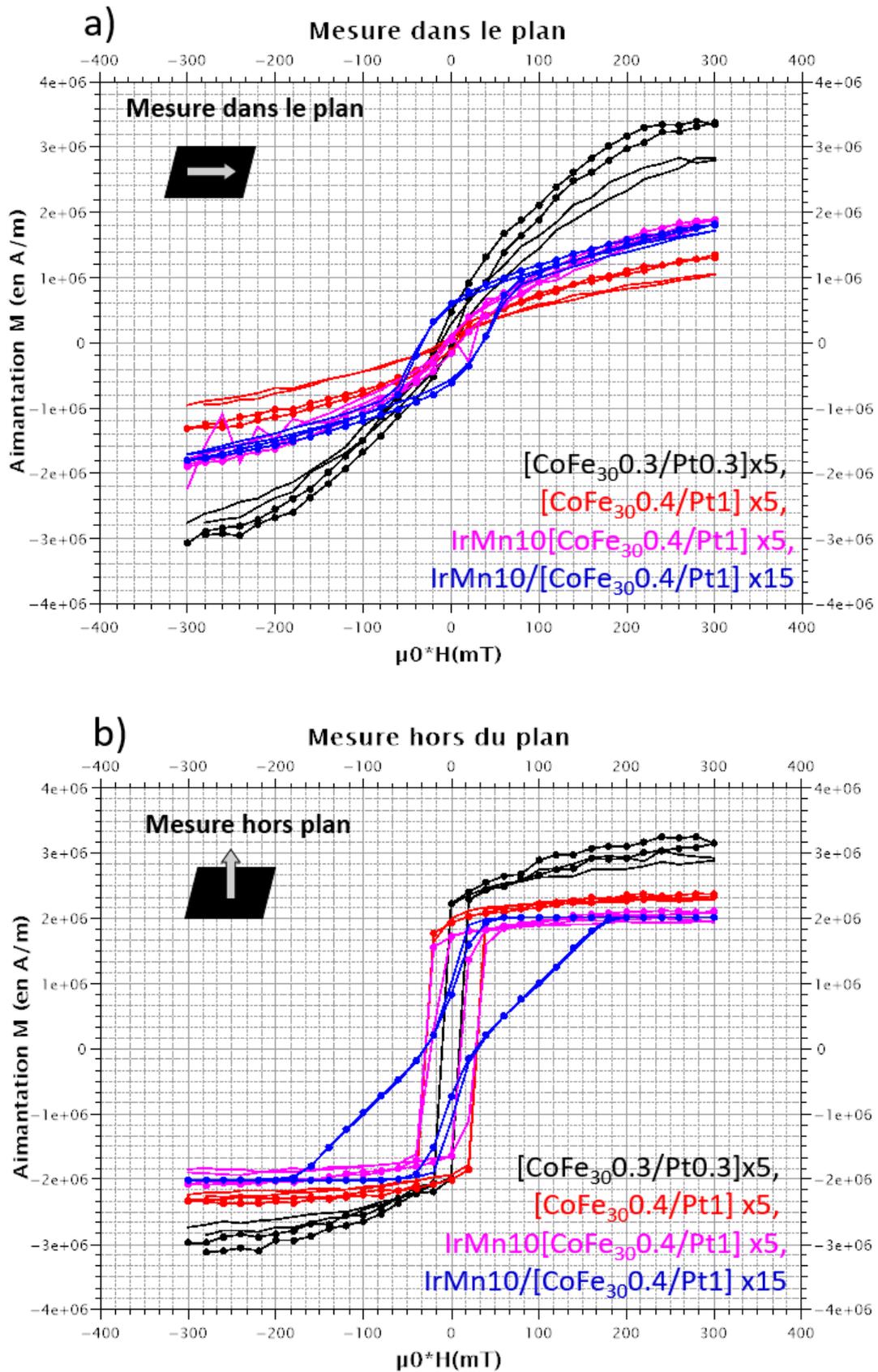


Figure 4-27 : Cycles d'hystérésis mesurés par VSM dans le plan (a) et hors du plan (b), avant (trait plein) et après recuit à 200° (trait avec des points), pour les empilements (CoFe₃₀[0.3nm]/Pt[0.3nm])_{x5} (en noir),

$(\text{CoFe}_{30}[0.4\text{nm}]/\text{Pt}[1\text{nm}])_{\times 5}$ (en rouge), $\text{IrMn}[10\text{nm}]/(\text{CoFe}_{30}[0.4\text{nm}]/\text{Pt}[1\text{nm}])_{\times 5}$ et
 $\text{IrMn}[10\text{nm}]/(\text{CoFe}_{30}[0.4\text{nm}]/\text{Pt}[1\text{nm}])_{\times 15}$.

Les courbes des cycles d'hystérésis dans le plan et hors du plan (Figure 4-27) sont globalement cohérentes avec les résultats observés dans la littérature [9,10]. En effet, l'augmentation du nombre de bicouche (15 au lieu de 5) donne une forme de nœud papillon au cycle d'hystérésis de la mesure hors du plan (courbes bleues, Figure 4-27 (b)). De plus, les épaisseurs de CoFe et de Pt choisies sont faibles (moins d'1nm) et une anisotropie magnétique perpendiculaire est bien observée sans recuit (Figure 4-27 (b)). Cependant, le recuit de 200° n'a pas d'impact sur les cycles d'hystérésis mesurés, il faudrait probablement augmenter la température pour observer un renforcement de l'anisotropie. L'empilement possédant les épaisseurs les plus faibles, $(\text{CoFe}_{30}[0.3\text{nm}]/\text{Pt}[0.3\text{nm}])_{\times 5}$, donne le cycle d'hystérésis (de la mesure hors du plan) avec la coercivité la plus faible et l'aimantation à saturation la plus élevée, mais une importante formation de domaines à saturation est observée (courbes noires, Figure 4-27 (b)). Par ailleurs, l'ajout de la couche d'IrMn semble bien bloquer la formation de domaines à saturation comme attendu, puisqu'un plateau est observé à saturation dans les mesures hors du plan (courbes bleues et roses, Figure 4-27 (b)). Cependant, pour le même empilement, l'ajout de l'IrMn diminue également l'aimantation maximale à saturation.

Finalement, il apparaît que l'empilement qui permet de maximiser l'aimantation à saturation tout en limitant la formation de domaines à saturation est l'empilement $(\text{CoFe}_{30}[0.4\text{nm}]/\text{Pt}[1\text{nm}])_{\times 5}$. C'est donc cet empilement qui a été choisit pour développer les échantillons de calibration.

iii. Echantillon de calibration

L'empilement $\text{Ta}[4\text{nm}]/\text{Pt}[3\text{nm}]/(\text{CoFe}_{30}[0.4\text{nm}]/\text{Pt}[1\text{nm}])_{\times 5}/\text{Pt}[3\text{nm}]/\text{Ta}[4\text{nm}]$ a été déposé par pulvérisation cathodique sur des wafers en silicium et ensuite traité en salle blanche par une lithographie UV puis une gravure IBE pour obtenir le masque dessiné sur Klayout présenté en figure 4-28.

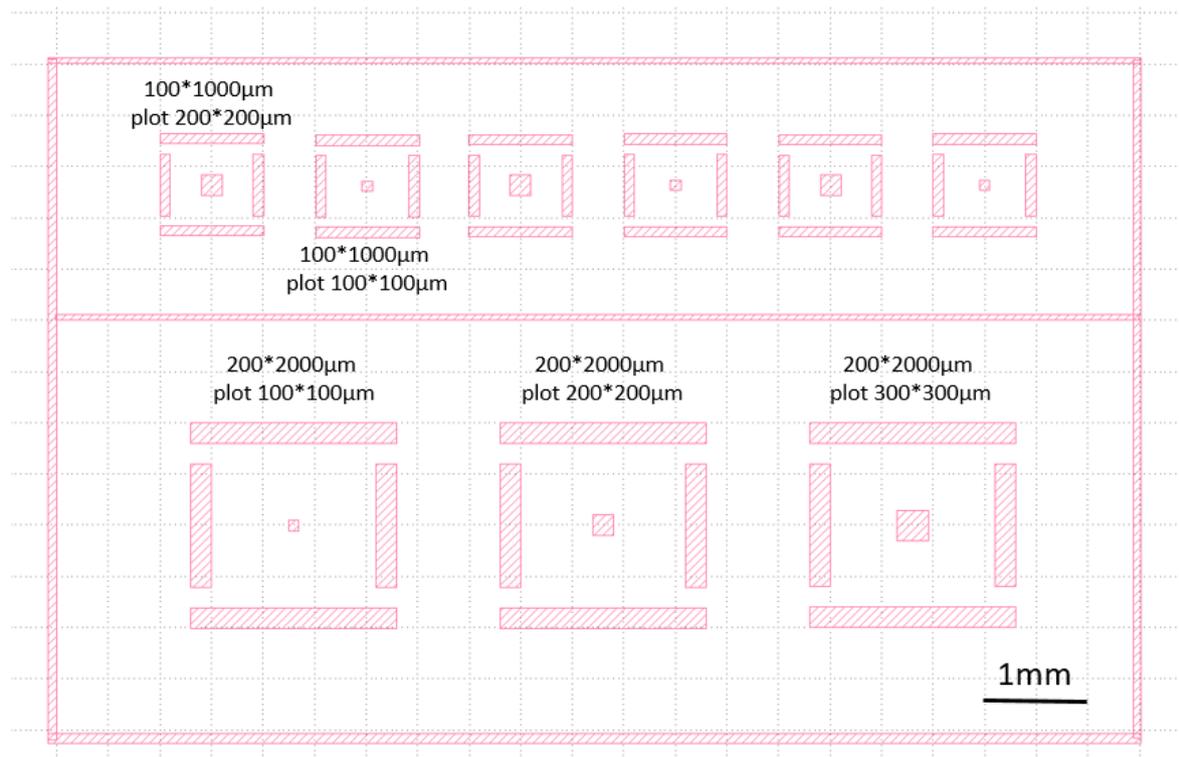


Figure 4-28 : Masque Klayout de l'échantillon de calibration à aimantation perpendiculaire ($M_{sat} = 1.7 \times 10^6$ A/m), d'empilement $(\text{CoFe}_{30}[0.4\text{nm}]/\text{Pt}[1\text{nm}])_{\times 5}$. Le masque présente différentes dimensions : grand carré de barreaux de $100 \times 1000 \mu\text{m}$ et $100 \times 700 \mu\text{m}$ avec un plot central de $200 \times 200 \mu\text{m}$ ou de $100 \times 100 \mu\text{m}$, ou grand carré de barreaux de $200 \times 2000 \mu\text{m}$ et $200 \times 1400 \mu\text{m}$ avec un plot central de $100 \times 100 \mu\text{m}$ ou de $200 \times 200 \mu\text{m}$ ou de $300 \times 300 \mu\text{m}$.

Comme cela a été présenté en II.b.iv.2 de ce chapitre, la géométrie dessinée pour cet échantillon de calibration, combinée à une aimantation perpendiculaire hors du plan, permettent de faciliter le calcul de la matrice de sensibilité car les simulations (et les reconstructions) des cartographies des champs magnétiques de fuite associées révèlent que le champ s'annule en certains points, permettant ainsi de faciliter la résolution du système (II-2 à II-5).

Ainsi, grâce à une étude bibliographique et à la mesure des cycles d'hystérésis de différents empilements, nous avons pu choisir un empilement permettant de maximiser l'anisotropie perpendiculaire et l'aimantation à saturation ; tout en minimisant la formation de domaines à saturation. Il s'agit de l'empilement $\text{Ta}[4\text{nm}]/\text{Pt}[3\text{nm}]/(\text{CoFe}_{30}[0.4\text{nm}]/\text{Pt}[1\text{nm}])_{\times 5}/\text{Pt}[3\text{nm}]/\text{Ta}[4\text{nm}]$. De plus, les simulations macrospin ont permis de déterminer une géométrie optimale pour faciliter le calcul de la matrice de sensibilité.

III. Résultats de reconstruction

a. Applications visées

Dans de nombreuses applications (aciers ferromagnétiques, suivi ou étude in situ de matériaux métalliques ou magnétiques en fabrication additive, nano-aimants, particules magnétiques de formes diverses, roches magnétiques, matériaux nanocristallins pour transformateurs, etc.), il est important de pouvoir réaliser une évaluation non destructive des propriétés magnétiques locales des matériaux.

i. Mesures de paléomagnétisme

Dans le cadre d'une collaboration avec le laboratoire de Géosciences et environnement de Toulouse (GET), l'objectif est d'utiliser le scanner magnétique à sonde 3D locale présenté dans cette thèse, pour réaliser une cartographie du vecteur complet des champs magnétiques de fuite émis par des échantillons potentiellement micro structurés et inhomogènes, et ainsi donner accès à la microstructure magnétique et apporter des informations locales précises sur les propriétés magnétiques des échantillons. En effet, la connaissance des propriétés magnétiques (aimantation (amplitude et direction) et susceptibilité magnétique) à l'échelle locale dans des échantillons micro structurés et inhomogènes est d'une grande importance pour la compréhension fondamentale des matériaux, l'affinement des modèles et l'amélioration des performances de ces matériaux.

La principale application visée est l'étude, pour les géosciences, des champs magnétiques anciens fossilisés dans les roches à l'échelle du grain de roche. Les études paléo magnétiques reposent sur la détermination de la déclinaison et de l'inclinaison de l'ancien champ magnétique fossilisé par les oxydes de fer magnétiques dans les roches. Pour ce faire, il est nécessaire d'accéder au vecteur complet de l'aimantation rémanente. De plus, une mesure à l'échelle du grain est nécessaire pour affiner l'histoire magnétique enregistrée par les roches et élargir les applications du paléomagnétisme, limitées par l'approche de la roche entière.

Si des appareils commerciaux de contrôle non destructif existent (le Fisherscope et le 3MA de l'Institut Fraunhofer), ils sont basés sur une autre technologie (courant de Foucault et mesure inductive) et ne permettent pas une mesure précise et absolue de la susceptibilité magnétique ni l'accès aux trois composantes du champ magnétique. Des scanners magnétiques existent

également, comme ceux développés par SENIS [11] par exemple, mais possèdent une résolution latérale de l'ordre de la centaine de μm , une faible sensibilité (des capteurs à effet Hall sont utilisés), une mesure non vectorielle (mesure d'une seule composante) et ne travaillent pas sur une large gamme de fréquences. Les microscopes à sonde locale avec capteurs magnétiques (Hall, centres NV, magnétorésistifs) ont généralement une meilleure résolution, mais ne peuvent balayer que des surfaces de l'ordre de la centaine de μm et mesurer le champ de fuite dans une seule direction, ce qui constitue leur plus grande limitation.

Ainsi, les principales caractéristiques attendues de cet imageur sont :

- une mesure quantitative et simultanée des 3 composantes du champ magnétique
- une résolution latérale de $10\mu\text{m}$ pour une cartographie de dimensions globales millimétriques ou centimétriques
- une sensibilité de l'ordre du $\text{nT}/\sqrt{\text{Hz}}$
- la mesure de la susceptibilité magnétique sur une large gamme de fréquences (DC à quelques MHz)
- un impact faible, voire négligeable, de la sonde (en particulier des capteurs magnéto-résistifs) sur le comportement magnétique de l'échantillon.

ii. Mesures de contrôle non destructif

L'imagerie magnétique 3D pour le contrôle non destructif s'intéresse à la détection de défauts de fabrication sur des pièces ferromagnétiques (aciers ferromagnétiques), typiquement des défauts de soudure ou de fraiseuse. Les motivations et objectifs pour ce type de matériaux sont semblables aux précédentes, il s'agit d'accéder aux défauts des échantillons micro structurés par l'intermédiaire de la mesure du vecteur complet des champs magnétiques de fuite. Les échantillons mesurés pour ces applications possèdent des dimensions particulièrement grandes devant la résolution visée ($10\mu\text{m}$), ainsi la maximisation des dimensions de la zone de balayage représente un enjeu important.

Par ailleurs, le contrôle non destructif de la fabrication additive de pièces métalliques, utilisant la technique de courant et travaillant avec des champs alternatifs, fera l'objet du dernier chapitre de cet ouvrage.

iii. Imagerie magnétique de matériaux magnétiques

L'imagerie magnétique de matériaux magnétiques reprend les motivations et objectifs des mesures de paléomagnétisme et de contrôle non destructif. À savoir, accéder à la microstructure et mesurer localement les propriétés magnétiques locales des matériaux via une mesure locale du vecteur complet des champs magnétiques de fuite, avec une résolution de 10 μm , une sensibilité de $1 \text{ nT}/\sqrt{\text{Hz}}$ et pour un balayage de dimensions globales millimétriques ou centimétriques. Les applications principalement visées sont les nano-aimants, les particules magnétiques de formes diverses, les matériaux nanocristallins pour transformateurs, ou encore les matériaux en multicouches minces.

b. Résultats

Nous avons développé une sonde 3D et une méthode de détermination de la matrice de sensibilité afin de remonter aux 3 composantes des champs magnétiques de fuite émis par un matériau. Ce système a été utilisé pour étudier des champs statiques locaux dans trois cas d'études et d'applications différents. Nous présentons ici les résultats.

i. Imagerie de roches magnétiques

Les mesures présentées dans la section suivante ont été réalisées sur le set-up du GET à Toulouse (cf Chapitre 3, I.e.ii.), par l'équipe de Mélina Macouin, Sonia Rousse et de Loïc Drigo. Ensuite, le traitement des données a été réalisé au LNO, en utilisant la méthode présentée précédemment.

En paléomagnétisme, la serpentinite (Figure 4-29 (a)) est une roche magnétique de référence. En effet, cette roche contient des veines de magnétite plus aimantées caractéristiques du magnétisme terrestre qui a été enfermée à l'intérieur de la roche au moment de sa formation. Elle se forme au niveau des dorsales océaniques et les veines observées résultent de l'altération du magma par les fluides hydrothermaux [12].

Par ailleurs, l'hématite est principalement composée d'oxyde de fer et contient des traces de titane, d'aluminium, de manganèse et d'eau. Ce minéral est également très courant, il tient son nom de sa couleur brune à rouge, cependant il existe également en noir et gris argenté (Figure 4-29 (b)). L'hématite peut se former dans différents contextes géologiques, liés à une température importante, comme lors d'une éruption volcanique, ou dans les roches sédimentaires [13].

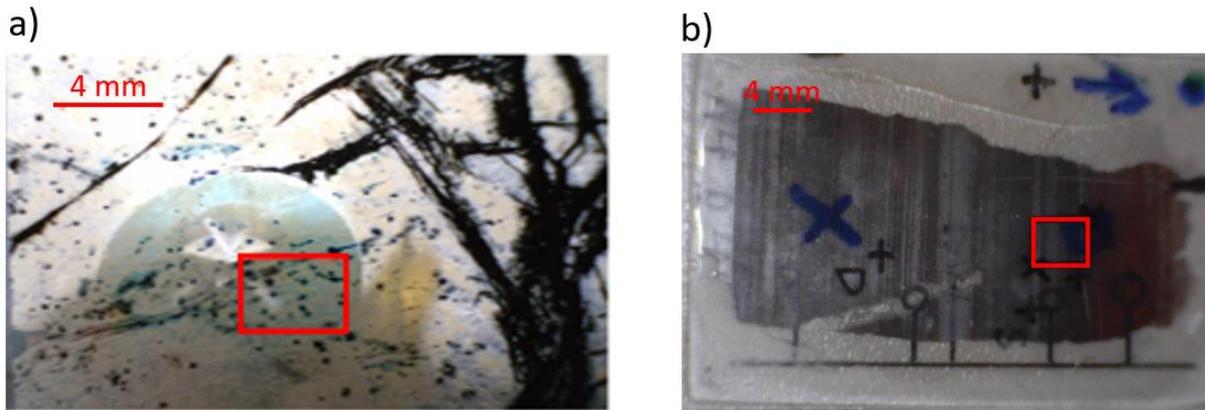


Figure 4-29 : Photographies d'une lame mince de serpentinite contenant des veines de magnétite (a) et d'une lame mince d'hématite (b). Les cadres rouges désignent les zones balayées dans les figures suivantes.

L'objectif est de mettre en évidence la mesure quantitative de l'aimantation et de sa direction dans les roches magnétiques présentées en figure 4-29, avec le scanner magnétique 3D. Ainsi, elles ont été mesurées après application d'un fort champ de 1T dans une direction (+x) puis dans la direction opposée (-x) (Figure 4-30 et 4-31) à une hauteur d'environ 30 μm .

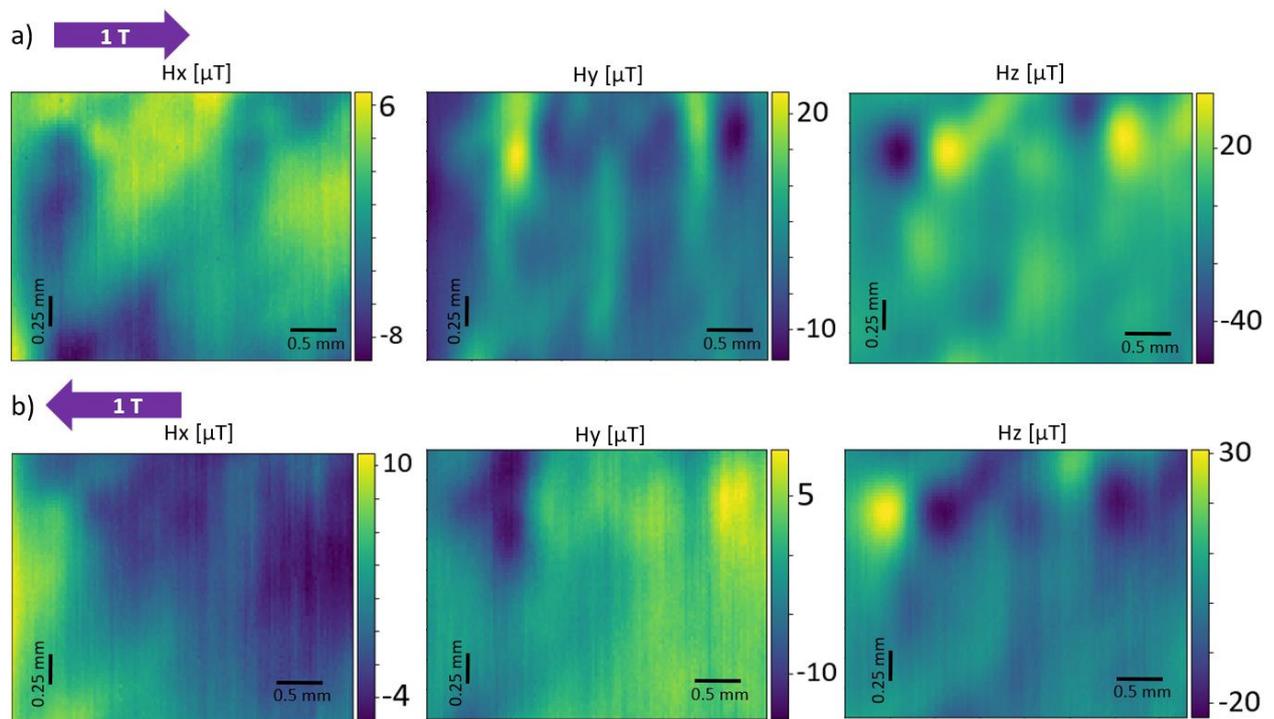


Figure 4-30 : Cartographie 3D des champs magnétiques de fuite émis par une lame de serpentine (Figure 4-29 (a)), après application d'un champ de 1T de gauche à droite (a), puis de droite à gauche (b).

La cartographie 3D des champs magnétiques de fuite émis par la lame de serpentine de la figure 4-29 (a), après application d'un fort champ de 1T dans une direction (Figure 4-30 (a)) puis dans la direction opposée (Figure 4-30 (b)) montre l'inversion de polarisation attendue, illustrant le retournement de l'aimantation à l'intérieur de la roche consécutif à l'application du champ. De plus, les valeurs quantitatives obtenues correspondent aux valeurs théoriques. En revanche, avec un fort champ de 1T appliqué, le retournement de l'aimantation doit être complet. Aussi, les valeurs quantitatives attendues devraient être les mêmes pour les deux mesures. Cependant, il est important de noter qu'entre les deux mesures l'échantillon a été déplacé, ainsi les zones de balayage ne sont pas parfaitement identiques, ce qui peut expliquer les différences de valeurs quantitatives obtenues pour les champs.

Cette expérience a été répétée avec la lame mince d'hématite (Figure 4-31).

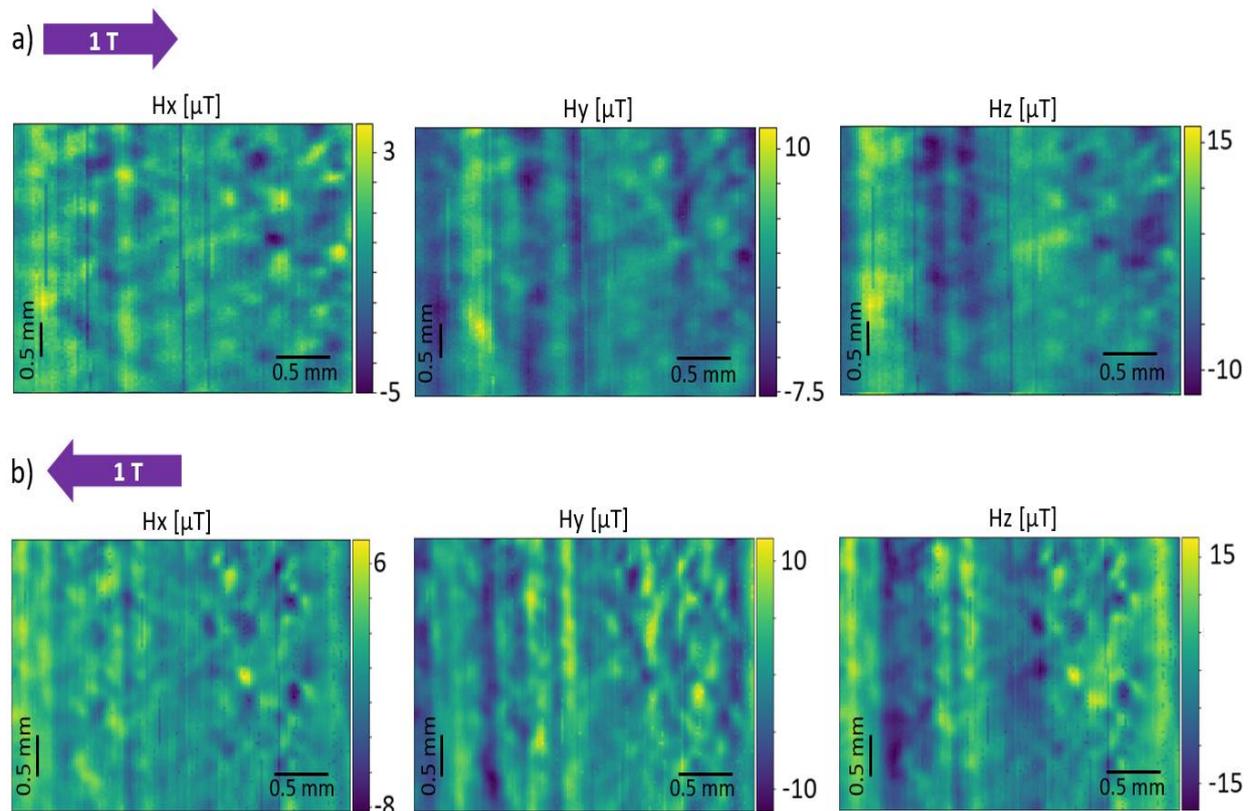


Figure 4-31 : Cartographie 3D des champs magnétiques de fuite émis par une lame d'hématite (Figure 4-29 (b)), après application d'un champ de 1T de gauche à droite (a), puis de droite à gauche (b).

L'hématite possède une microstructure sous la forme de rainures verticales allongées et rapprochées (faisant penser à un code barre). Ainsi, les décalages entre les signaux mesurés par chaque demi pont sont susceptibles d'avoir un impact très important sur la lecture des cartographies après reconstruction 3D, d'où l'importance de la caractérisation de la sonde. De plus, contrairement à la serpentinite où la polarisation entre les veines et le reste de la roche est très importante, sur l'hématite la polarisation entre le signal émis par les rainures et le reste de la roche est moins marquée. Cependant, l'inversion de la polarisation est à nouveau observée (Figure 4-31) et met en évidence le retournement de l'aimantation à l'intérieur de la roche suite à l'application d'un fort champ.

Ainsi, les mesures de l'inversion de la polarisation de l'aimantation dans les roches magnétiques de serpentinite et d'hématite, résultant de l'application d'un fort champ de 1T dans deux directions opposées, mettent en évidence la capacité du scanner magnétique 3D à cartographier les trois composantes des champs magnétiques de fuite émis par un échantillon et à mesurer la direction de l'aimantation à l'échelle d'une roche. De plus les valeurs de champs détectés de l'ordre de quelques μT correspondent aux valeurs visées.

ii. Pièces de contrôle non destructif

Dans le cadre d'une collaboration avec Arnaud Pelletier (CMPhy), nous avons pu mesurer, avec le scanner magnétique 3D présent au SPEC (cf Chapitre 3, I.e.i.), des cales magnétoscopes contenant des défauts composés d'acier magnétique.

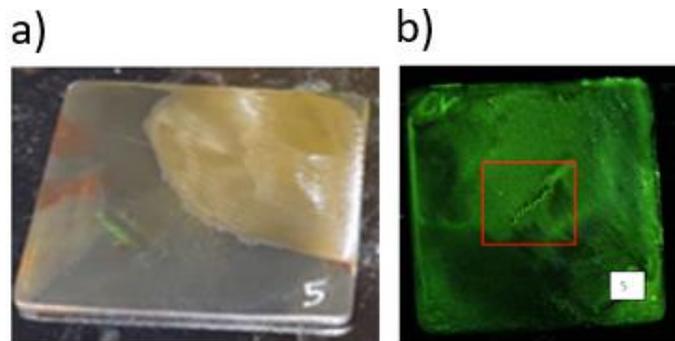


Figure 4-32 : Photographie de la pièce d'acier magnétique (a) et image aux RX (b). Le défaut visé est encadré en rouge et les dimensions de la pièce sont de 8.5cm x 8.5cm.

La cartographie 3D des champs magnétiques de fuite émis par cette pièce (Figure 4-32), réalisée avec le scanner magnétique, a permis de mettre en évidence la présence d'un défaut dont l'extension latérale des champs de fuite est en forme de haricot. La largeur de l'extension s'étend jusqu'à environ 10 mm suivant l'axe x (Figure 4-33). La hauteur de scan étant très petite devant la largeur d'extension latérales des champs, il est possible que cette largeur corresponde à la largeur du défaut mesuré. De plus, les polarités attendues autour du défaut sont bien visibles et seraient davantage marquées avec une saturation magnétique supérieure.

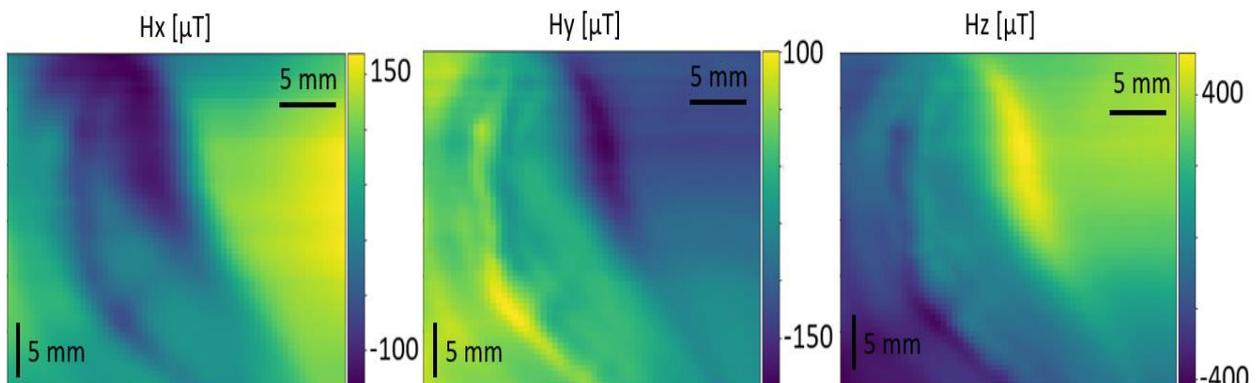


Figure 4-33 : Cartographie 3D des champs magnétiques de fuite émis par la pièce d'acier inoxydable austénitique (Figure 4-32) pour une hauteur de balayage d'environ 500 µm.

iii. Caractérisation de nano-aimants

Finalement, des échantillons de nano-aimants SmCo (Figure 4-34), développés à Thalès par l'équipe de Madjid Anane, ont permis de commencer à définir les limites en termes de résolution du scanner magnétique 3D présent au SPEC (cf Chapitre 3, I.e.i.). En effet, contrairement aux mesures précédentes où les motifs magnétiques observés étaient de l'ordre de la centaine de microns, les nano-aimants étudiés ici possèdent une dimension suivant x de $20\ \mu\text{m}$. Ce qui, compte tenu des incertitudes introduites par le support mécanique et de la hauteur de balayage effectuée, représente un défi considérable.

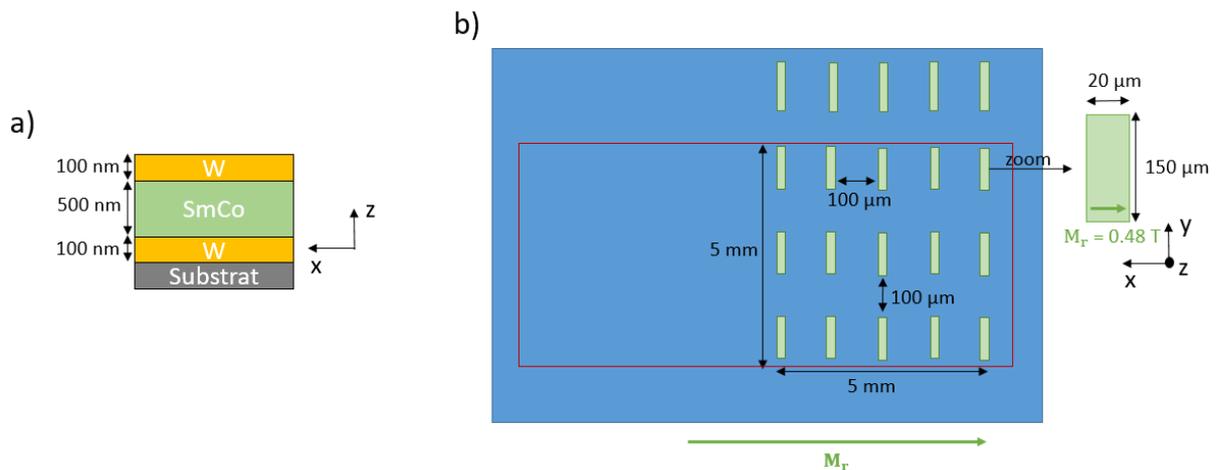


Figure 4-34 : Nano-aimant SmCo, empilement (a) et schéma de l'échantillon (b). Les nano-aimants sont sous la forme de barreaux de $20\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$ et leur aimantation M_r est planaire suivant l'axe x . La zone de balayage est encadrée en rouge.

Le balayage de l'échantillon de nano-aimants SmCo (Figure 4-34) avec la sonde 3D à une hauteur de $107\ \mu\text{m}$ révèle une oscillation sur la partie de la zone de scan contenant les nano-aimants (Figure 4-35) qui semble correspondre au signal émis par les motifs magnétiques. Cependant, la résolution ne permet pas de distinguer les motifs précisément à une hauteur de balayage de $107\ \mu\text{m}$ car le signal est moyenné. En effet, il aurait fallu s'approcher à moins de $20\ \mu\text{m}$. Par ailleurs, la polarité attendue est à nouveau observée et les valeurs quantitatives sont cohérentes avec l'aimantation de l'échantillon.

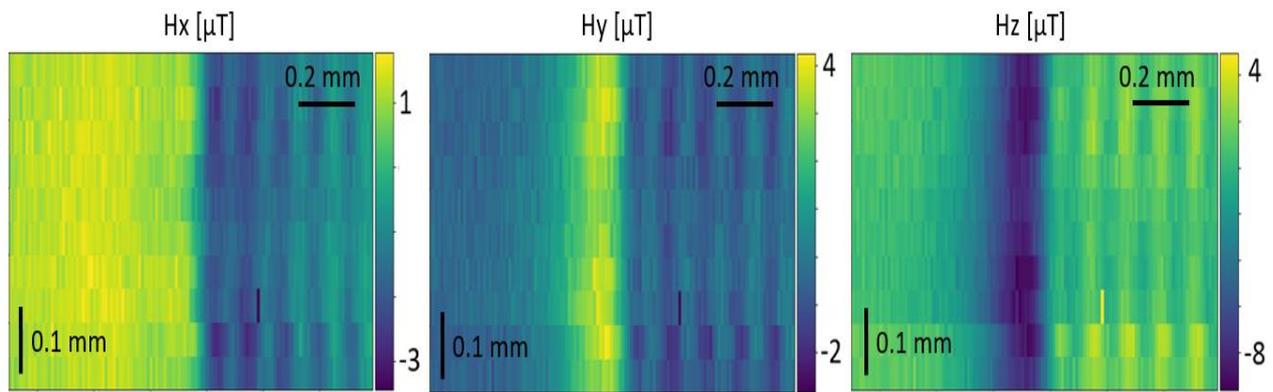


Figure 4-35 : Cartographie 3D des champs magnétiques de fuite émis par l'échantillon de nano-aimants SmCo (Figure 4-34) pour une hauteur de balayage d'environ 107 μm .

Pour conclure, ce chapitre présente la méthode de reconstruction 3D des champs magnétiques de fuite émis par un matériau, développée pendant cette thèse. Cette méthode repose sur le calcul précis de la matrice de sensibilité caractéristique de la sonde 3D utilisée et des conditions de la mesure. Les erreurs introduites par le positionnement des capteurs GMRs sur un support mécanique, ainsi que par les paramètres de la mesure, demandent un travail de traitement algorithmique des données important et déterminant pour la précision de la reconstruction des champs. Le développement d'un échantillon de calibration à aimantation perpendiculaire hors du plan a permis de lever les verrous du calcul mathématique de la matrice de sensibilité. Ainsi, des résultats de reconstruction 3D très intéressants et encourageants ont été obtenus sur l'échantillon de calibration, mais aussi sur des échantillons de paléomagnétisme, de contrôle non destructif ou encore des nano-aimants. Les limites du scanner magnétique 3D sont à ce jour, la résolution spatiale (la valeur visée est de 10 μm alors que la valeur actuelle est de l'ordre de 50 μm), ainsi que le contrôle de la hauteur (pour atteindre la résolution de 10 μm il faudrait pouvoir effectuer des mesures en contact). Par ailleurs, les mesures auxquelles nous nous sommes intéressés dans ce chapitre sont des mesures en champ statique. Cependant, il est possible d'intégrer la sonde 3D dans un dispositif de mesures en champ alternatif pour effectuer une mesure de susceptibilité magnétique et étendre la compréhension des propriétés magnétiques des échantillons. Ainsi, la sonde 3D a été intégrée en tant que récepteur au sein d'un capteur CF (courants de Foucault), dans l'objectif d'apporter un contrôle non-destructif in-situ de la fabrication additive de pièces métalliques. Ce développement fera l'objet du chapitre suivant.

Références :

- [1] F. Hadadeh, A. Solignac, M. Pannetier-Lecoeur, N. Sergeeva-Chollet, and C. Fermon, 3D Magnetic Imaging With GMR Sensors, IEEE SENSORS JOURNAL, Vol. 19, No. 22, (2019).
- [2] R. Engel-Herbert and T. Hesjedal, Calculation of the magnetic stray field of a uniaxial magnetic domain, J. Appl. Phys., 2005. J. Clerk Maxwell, A Treatise on Electricity and Magnetism, 3rd ed., Vol. 2. Oxford: Clarendon, pp. 68-73, (1892).
- [3] Gareth James, An Introduction to Statistical Learning: with Applications in R, Springer, (2013).
- [4] J. Confais, M. Le Guen, « Premiers pas en Régression Linéaire », La Revue Modulad, No. 35, (2006).
- [5] <https://medium.com/machine-learning-with-python/multiple-linear-regression-implementation-in-python-2de9b303fc0c>
- [6] https://scikit-learn.org/stable/modules/generated/sklearn.linear_model.LinearRegression.html
- [7] W. Benmessaoud, C. Chopin, E. Paul, G. Cannies, L. Drigo, F. Abreu Araujo, S. Rouse, C. Fermon, M. Pannetier-Lecoeur, M. Macouin, N. Sergeeva-Chollet et A. Solignac, Magnetic imaging of materials using a GMR 3-axis local probe, Compumag, (2023).
- [8] Anjan Soumyanarayanan, M. Raju , A. L. Gonzalez Oyarce , Anthony K. C. Tan , Mi-Young Im, A. P. Petrović, Pin Ho, K. H. Khoo, M. Tran, C. K. Gan, F. Ernul and C. Panagopoulos, Tunable room-temperature magnetic skyrmions in Ir/Fe/Co/Pt multilayers, Nature Materials, DOI : 10.1038/NMAT4934, (2017).
- [9] Y. Ding, J.H. Judy, and J.P. Wang, Journal of Applied Physics, [CoFe/Pt]_{xn} multilayer films with a small perpendicular magnetic anisotropy, DOI : 10.1063/1.1854418, (2005).
- [10] J.F. Feng, K. Rode, K. Ackland, P.S. Stamenov, M. Venkatesan, J.M.D. Coe, Ultrathin (CoFe/Pt)_n multilayers with tuned magnetic properties, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, DOI : 10.1016/j.jmmm.2012.02.119, (2012).
- [11] <https://www.senis.swiss/#magnetometers>
- [12] Patrick De Wever, Francis Duranthon, La valse des continents, EDP Sciences, p. 17, (2015).

[13] John W. Anthony, et al., The Handbook of Mineralogy, Mineral Data Publishing, Vol. III, (1997).

Chapitre 5 : Contrôle non destructif in-situ de la fabrication additive (FA)

I. Le contrôle non destructif	212
a. Principe	212
b. Le contrôle non destructif par courant de Foucault (CF)	214
i. Les courants de Foucault	214
ii. Effet de peau	217
II. La Fabrication Additive (FA)	219
a. Généralités	219
b. Procédé L-PBF	220
III. Suivi in-situ de la fabrication additive par le procédé L-PBF	221
a. Méthode	221
b. Développement du capteur CF	223
i. Émetteur	224
ii. Récepteur	231
c. Instrumentation	235
d. Résultats	236
Références	240

Chapitre 5 : Contrôle non destructif in-situ de la fabrication additive (FA)

L'objectif de ce dernier chapitre est de présenter la deuxième application visée pour ces travaux de thèse. À savoir, le contrôle non destructif in-situ de la fabrication additive par le procédé L-PBF (Laser-Power Bed Fusion). Les objets étudiés dans ce chapitre sont des pièces métalliques conductrices issues de la fabrication additive. Ainsi, les champs mesurés sont des champs alternatifs, générés en réaction à l'application d'un champ par une bobine émettrice qui crée des courants de Foucault à l'intérieur du matériau. Les défauts visés sont des défauts surfaciques (porosités, manques de fusion) de quelques centaines de microns. Après une introduction au contrôle non destructif et à la fabrication additive, il s'agit de présenter la méthode choisie pour l'étude et le développement réalisé pour intégrer la technique de mesure des champs avec des sondes GMRs 3D, au suivi de la pièce en cours de fabrication additive.

I. Le contrôle non destructif

a. Principe

Le contrôle non destructif (CND) (ou essai non destructif (END)) consiste en la caractérisation non invasive de l'intégrité de structures ou de matériaux. Il peut intervenir pendant la fabrication des pièces (in-situ), à la fin de la fabrication (en recette) ou pendant sa maintenance (en service). De plus, il peut être couplé à un procédé de correction des défauts (monitoring [1]). Finalement, l'objectif du CND est de détecter tous les défauts susceptibles d'altérer la conformité et la sécurité d'un produit au regard de son usage. Ainsi, il apparaît comme une étape majeure du contrôle qualité des pièces destinées à l'industrie, notamment, dans des secteurs à hauts risques tels que les transports (en particulier dans l'aviation, le ferroviaire et l'automobile).

Les différentes techniques développées se distinguent principalement par la nature du phénomène physique utilisé pour sonder le matériau : méthodes ultrasonores,

électromagnétiques (par exemple courants de Foucault), rayons X, optiques (thermographie infrarouges, vision), etc. Les performances de ces techniques sont communément évaluées par l'intermédiaire de leur coût, leur rapidité, leur reproductibilité et leur sensibilité (Figure 5-1).

En fonction de la nature du défaut (surficiel ou interne), de la pièce (issue de fabrication additive, de soudure, d'usinage, etc.) et des conditions dans lesquelles l'inspection doit être réalisée (en cours de fabrication, en recette ou en service), les méthodes de CND développées doivent s'adapter à des contraintes différentes.

Nous présentons brièvement le principe de chacune des techniques les plus utilisées [2].

- La magnétoscopie :

Il s'agit d'utiliser un champ magnétique suffisamment élevé pour aimanter une pièce à inspecter, constituée d'un matériau ferromagnétique. Aussi, la présence d'une discontinuité dans la pièce entraîne une fuite de flux magnétique, résultant du champ de fuite magnétique généré par la distorsion des lignes de champs de la pièce aimantée, causée par la présence du défaut.

- Le ressuage :

Le ressuage permet de détecter des défauts surficiels grâce à un liquide « révélateur » permettant, par absorption, de faire ressurgir (ou ressuier) un liquide « pénétrant » (ou un gaz) contenu dans une discontinuité (défaut), dans laquelle il avait préalablement été introduit par capillarité.

- Les ultrasons :

Le contrôle non destructif par ultrasons consiste à étudier l'interaction d'une onde ultrasonore avec un matériau, en émettant l'onde, la faisant se propager dans le matériau et en la recueillant avec un récepteur.

- La radiographie :

Un matériau traversé par un rayonnement électromagnétique X ou gamma peut être traduit sous la forme d'une image de sa densité de matière grâce à un détecteur. Chaque atome composant le matériau possède une absorption différente en fonction de son numéro atomique et de sa masse volumique. Ainsi, tout manque de matière (défaut) se traduira par une plus faible absorption localement.

- La thermographie :

Le contrôle non destructif par thermographie observe les effets thermiques de surface d'un matériau grâce à une caméra thermique qui permet de cartographier la luminance de la scène thermique visible dans l'infrarouge.

- Les courants de Foucault :

Cf. paragraphe suivant (I.b).

	Coût	Durée	Reproductibilité	Sensibilité	Limites
Magnétoscopie	✓✓	✓✓	✗✗	✗	Matériaux et alliages ferromagnétiques Pas d'information de profondeur
Ressuage	✓✓	✓✓	✗	✗	Toxicité Uniquement pour des défauts superficiels
Ultrasons	✗✗	✓	✓✓	✓✓	Influence de l'état de surface Utilisation d'un milieu intermédiaire Importance de l'orientation des défauts
Radiographie	✗✗✗	✗	✓	✓	Coût élevé
Thermographie	✗✗	✗✗	✓	✓	Lenteur du contrôle
Courants de Foucault	✓	✓	✓✓	✓	Matériaux conducteurs Sensible à la température et aux parasites

Figure 5-1 : Tableau récapitulatif des performances des principales méthodes de CND [3,4].

b. Le contrôle non destructif par courant de Foucault (CF)

i. Les courants de Foucault

Lorsque qu'un matériau conducteur est soumis à un champ magnétique variable dans le temps, des courants de même fréquence que le champ d'excitation, appelés « courants de Foucault » (du nom du physicien français qui en a fait la découverte, Jean Bernard Léon Foucault), se développent à l'intérieur du matériau (Figure 5-2). Ces courants sont créés par induction et génèrent eux-mêmes un champ magnétique induit, dit « de réaction », opposé au champ d'excitation, d'après la loi de Lenz-Faraday. En présence de toutes variations locales des

propriétés du matériau, physiques (conductivité ou perméabilité) ou géométriques (fissure, porosité, manque de fusion, etc.), les lignes de courant sont modifiées, ce qui a pour conséquence une modification du champ de réaction. Ainsi, un récepteur, typiquement une bobine, peut être utilisé pour détecter le champ de réaction et ses variations, dans l'objectif de détecter ou non la présence de défauts (Figure 5-2) [5]. Le contrôle non destructif par la méthode des courants de Foucault repose donc sur le développement et l'utilisation d'un dispositif émission-réception, également appelé « capteur courants de Foucault » (CF) (Figure 5-2), pour la détection de défauts dans les matériaux conducteurs. Un des avantages de cette technique est son adaptabilité. En effet, en fonction de l'émetteur choisi, la détection peut cibler les défauts surfaciques ou internes (enterrés). De plus, la sensibilité ainsi que la résolution peuvent également être ajustées par l'intermédiaire du récepteur. Outre son coût compétitif, cette méthode est aussi bien utilisable pour un contrôle en cours de fabrication (mesures possibles à des températures très élevées (200°C), en recette ou en service et permet de discriminer le type de défaut détecté.

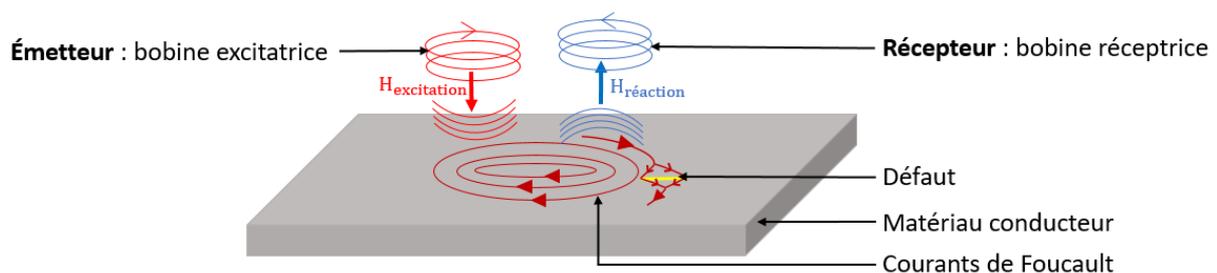


Figure 5-2 : Schéma explicatif du contrôle non destructif par la méthode des courants de Foucault. L'émetteur et le récepteur constituent le capteur CF. Remarque : Pour la clarté du schéma, l'émission et la réception sont séparés, cependant dans la pratique ils sont confondus et visent la même zone de la pièce.

Finalement, les courants de Foucault peuvent avoir différentes applications, telles que : la détection de défauts, mais aussi la mesure des variations de conductivité électrique ou de perméabilité magnétique et la mesure de l'épaisseur d'un matériau ou d'un revêtement. De plus, les paramètres d'inspection, en particulier la fréquence, dépendent de type des défauts visés et de celles du matériau.

Les courants de Foucault ne sont pas directement mesurables, c'est le champ magnétique qu'ils induisent qui est mesuré. Le principe de détection demande donc une analyse mathématique, reposant sur l'expression de l'impédance, permettant de relier les propriétés des défauts au champ de réaction [6].

Considérons une bobine de N spires, parcourue par un courant d'excitation $I = I_0 e^{-j\omega t}$, avec $\omega = 2\pi f$ (ω désigne la pulsation et f la fréquence) (Figure 5-3).

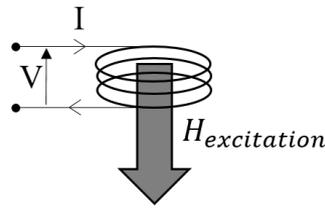


Figure 5-3 : Bobine de N spires parcourue par un courant I et générant un champ magnétique $H_{excitation}$.

Soient R_0 la résistance, X_0 la réactance et L_0 l'inductance, l'impédance de la bobine dans l'air peut s'exprimer sous la forme [6,7] :

$$Z_{bobine} = Z_0 = R_0 + jX_0 \quad (I-1)$$

$$\text{Avec, } X_0 = \omega L_0 \quad (I-2)$$

En présence d'un matériau conducteur (MC), le champ de réaction, qui s'oppose au champ d'excitation, modifie la valeur de l'impédance, dont l'expression peut se réécrire sous la forme :

$$Z_{bobine} = Z_{MC} = R_{MC} + jX_{MC} \quad (I-3)$$

De plus, si le matériau présente un défaut, la déviation des lignes de courants de Foucault va modifier le champ de réaction et donc l'impédance :

$$Z_{bobine} = Z_{MC} + \Delta R_{défaut} + j\Delta X_{défaut} \quad (I-4)$$

Finalement, ces différentes équations ((I-1), (I-3) et (I-4)) permettent de définir le plan d'impédance de la bobine, en l'absence de matériau conducteur, avec un matériau conducteur sans défaut et avec un matériau conducteur présentant un défaut (Figure 5-4). La variation de valeur entre ces deux dernières impédances définit la signature du défaut, caractéristique du défaut, et utilisée pour détecter sa présence, pour un mode confondu où la bobine est à la fois émettrice et réceptrice. Dans le cas d'un mode émission/réception séparé, la signature du défaut est donnée par la différence de tension du récepteur avec ou sans défaut.

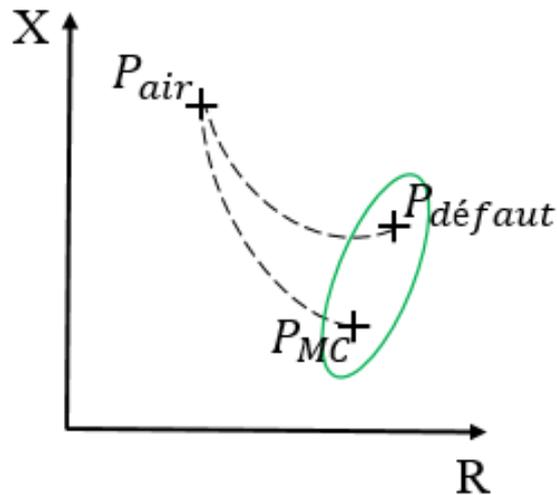


Figure 5-4 : Plan d'impédance dans l'air (P_{air}), avec matériau conducteur sain (P_{MC}) et avec matériau conducteur contenant un défaut ($P_{défaut}$). La signature du défaut est entourée en vert. [6]

Les défauts visés pour la suite de cette étude sont des défauts surfaciques de type porosités ou manques de fusion en cours de fabrication.

ii. Effet de peau

Soit un matériau conducteur de conductivité électrique σ (en $S.m^{-1}$) et de perméabilité magnétique μ (en $H.m^{-1}$), à géométrie plane infinie, excité par une bobine excitatrice de fréquence f . Le module de la densité de courant J , en fonction de la profondeur z , s'écrit [8] :

$$J(z) = J(z = 0)e^{-z\sqrt{\pi f \sigma \mu}} = J_s e^{-\frac{z}{\delta}} \quad (I-5)$$

Cette relation permet d'exprimer l'épaisseur de peau δ , qui définit la profondeur de pénétration correspondant à la profondeur de matériau jusqu'à laquelle un défaut peut être détecté (profondeur jusqu'à laquelle des courants de Foucault peuvent être générés dans le matériau sous l'effet du champ d'excitation) :

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\omega \sigma \mu}} \quad (I-6)$$

Ainsi, la densité de courants de Foucault dans un matériau conducteur diminue exponentiellement avec sa profondeur (Figure 5-5).

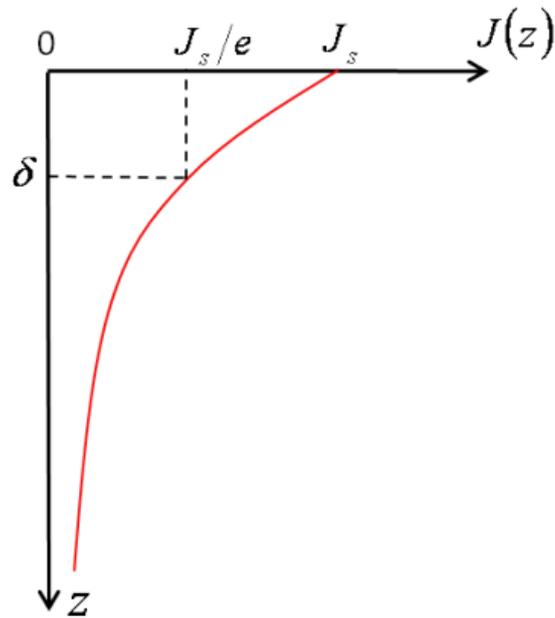


Figure 5-5 : Expression de la densité de courants de Foucault dans un matériau en fonction de sa profondeur z [6].

D'après l'équation (I-6), l'épaisseur de peau est inversement proportionnelle à la perméabilité magnétique et à la fréquence (Figure 5-6 (b)). Ainsi, elle est plus faible dans les matériaux ferromagnétiques (tels que le Ni et le Fe) que dans les matériaux non magnétiques car leur perméabilité magnétique est plus élevée (Figure 5-6 (a)). Aussi, des fréquences basses (typiquement quelques centaines de Hz) sont privilégiées pour la détection des défauts internes.

a)

Matériau	σ [MSm^{-1}]	μ_r
Alliage Titane	0.74	1
Inconel 600	1.02	1.009
Acier inoxydable 304 L	1.39	1.04
Alliage Aluminium	18	1
Aluminium	35.4	1
Nickel	14.3	110
Fer	10	10000

b)

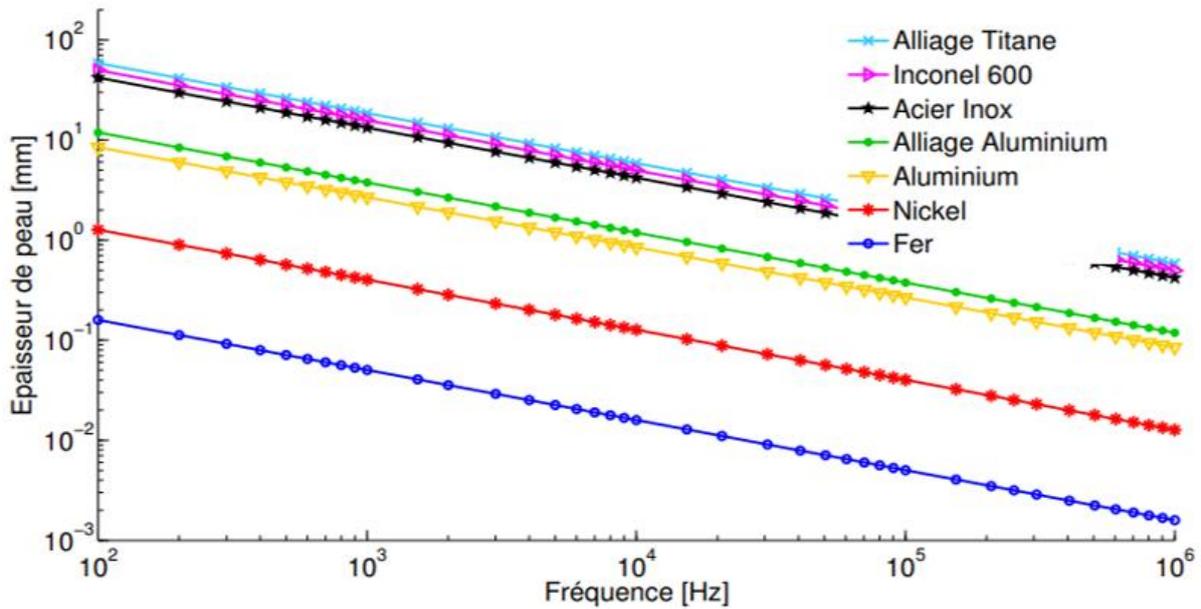


Figure 5-6 : Étude de la profondeur l'épaisseur de peau en fonction des propriétés physiques des matériaux et de la fréquence de la bobine excitatrice. Tableau des valeurs théoriques de conductivité σ et de perméabilité magnétique μ_r des matériaux conducteurs les plus utilisés dans l'industrie (a). Évolution de la profondeur de peau dans les matériaux en fonction de la fréquence (b). [6]

Les courants de Foucault sont en général utilisés sur une plage de fréquence comprise entre 10 Hz et 10 MHz [6]. En effet, il s'agit de trouver un compromis entre une fréquence suffisamment basse pour maximiser la profondeur de peau mais suffisamment élevée pour que l'amplitude des courants de Foucault permettent de détecter efficacement les défauts à la profondeur donnée. Si les défauts sont superficiels, nous devons maximiser la fréquence pour concentrer les courants sur la surface. (Figure 5-6 (b)).

II. La Fabrication Additive (FA)

a. Généralités

La fabrication additive est définie par l'American Society for Testing Materials (ASTM) comme un processus d'assemblage des matériaux permettant de fabriquer un objet à partir des données

d'un modèle 3D, couche par couche [9]. Ainsi, elle permet de fabriquer des objets avec des formes complexes, cela en utilisant généralement moins de matière qu'avec les méthodes de fabrication traditionnelles [10]. Telles que, la fabrication soustractive, qui consiste à enlever la matière de manière contrôlée (exemple : fraisage), ou la fabrication formative, qui remodèle un matériau pour créer un produit final (exemple : moulage par injection). L'impression 3D est une forme de fabrication additive pour laquelle un fichier numérique de CAO (conception assistée par ordinateur) est transformé en un objet en trois dimensions, par ajout de couches successives de matériau. Une grande variété de matériaux peut être utilisée, principalement des polymères et des métaux. [11]

Différentes méthodes permettent de fabriquer un produit par accumulation de couches en fonction du matériau utilisé. La technologie choisie pour cette étude est le procédé L-PBF (Laser - Power Bed Fusion ou Fusion sur lit de poudre) de la fabrication additive de pièces métalliques.

b. Procédé L-PBF

Le procédé de fusion sur lit de poudre (L-PBF) est une méthode de fabrication additive de pièces métalliques (Figure 5-8). Comme représenté sur la figure 5-7, il s'agit de considérer deux bacs : un bac de poudre (à gauche sur la figure) et un bac contenant le plateau de fabrication (à droite), manipulés par l'intermédiaire de pistons. Un premier, permettant de monter le bac de poudre afin de surélever une couche de poudre (piston 1) et un second, permettant de descendre le plateau de fabrication pour procéder à la fabrication de la couche suivante (piston 2). La fabrication s'opère donc en deux temps. D'abord le racleur balaye la couche surélevée de poudre pour la déposer sur le plateau de fabrication. Ensuite, le laser, qui est réfléchi au moyen d'un miroir sur la figure 5-7 (variable selon la machine), fusionne la poudre nouvellement déposée pour fabriquer une couche de la pièce. Une fois la couche fusionnée, le plateau de fabrication s'abaisse pour procéder à la fabrication de la couche suivante. Et ainsi de suite, le bac de poudre est à nouveau monté, une nouvelle couche de poudre est déposée par le racleur sur le plateau de fabrication et une nouvelle couche de la pièce est fabriquée suite à la fusion de la poudre par le laser.

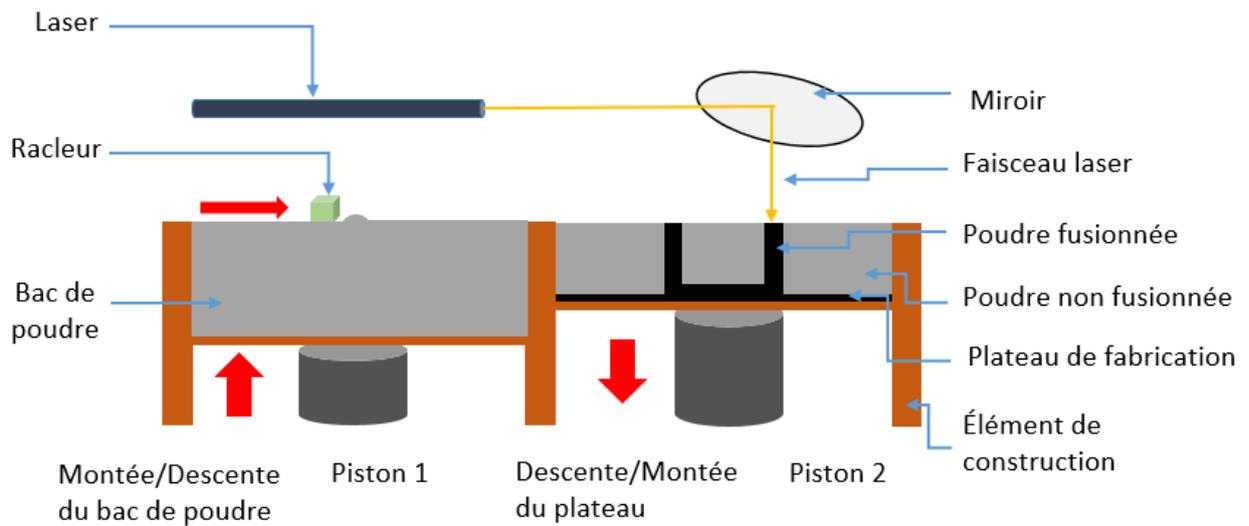


Figure 5-7 : Schéma du procédé L-PBF.

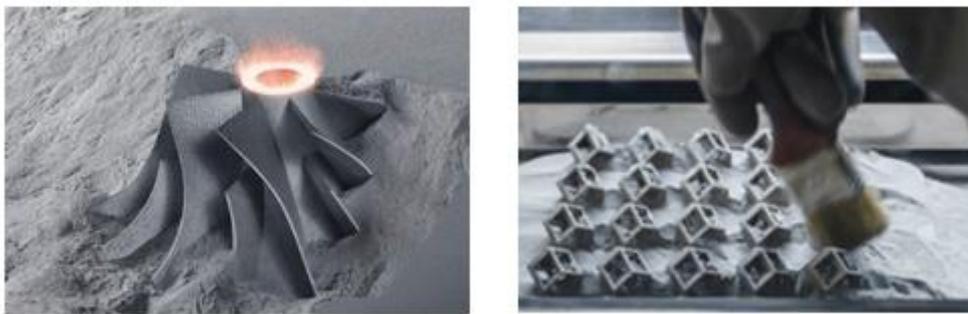


Figure 5-8 : Pièces issues de la fabrication additive par le procédé L-PBF [12].

III. Suivi in-situ de la fabrication additive par le procédé L-PBF

a. Méthode

Des études récentes ont montré la possibilité d'utiliser différents types de capteurs CF (courants de Foucault) spécialement fabriqués [13] ou disponibles dans le commerce [14,15], ainsi que leur comparaison. Les performances de capteurs CF utilisant des capteurs magnéto-résistifs,

sensibles suivant un seul axe (l'axe z), ont été évaluées sur des défauts introduits artificiellement dans des échantillons issus de FA par le procédé L-PBF [16].

L'objectif est d'utiliser la sonde 3D en tant que récepteur dans le schéma émetteur-récepteur, typique du contrôle non destructif par la méthode des courants de Foucault (Figure 5-2). L'intérêt d'utiliser des GMRs plutôt que des bobines est multiple. Tout d'abord, elles possèdent une sensibilité importante à basse fréquence (nT/\sqrt{Hz}). De plus, montées en sonde 3D, elles offrent une sensibilité 3D et peuvent améliorer la détection des défauts surfaciques ou profonds, avec une résolution entre 10 et 100 microns. En particulier, la détection des défauts de type porosités est complexe car elles sont difficiles à distinguer des surfaces rugueuses liées au bruit. Or, les rugosités de surfaces donnent toujours la même réponse pour les trois axes. Tandis que, les porosités donnent des réponses différentes pour les trois composantes. D'où l'utilité de mesurer les trois composantes. Par ailleurs, ce qui est très intéressant avec les GMRs c'est que leur réponse ne dépend pas de la fréquence. Donc, il est aussi bien possible d'inspecter en profondeur avec une fréquence d'excitation basse, de quelques Hz ; qu'en surface, avec des fréquences plus élevées. Pour notre étude l'inspection vise jusqu'à 5 couches de profondeur (épaisseur de peau d'environ 120 μm), avec une fréquence d'excitation d'1 MHz. Afin de pouvoir suivre un défaut sur plusieurs couches et voir s'il se corrige de lui-même au fil des fusions, ou s'il est nécessaire d'interrompre la fabrication additive.

Le capteur CF, constitué d'une bobine excitatrice et de la sonde 3D, a vocation à être disposé au niveau du racleur (Figure 5-9 et 5-10) pour agir sur le chemin retour du racleur afin de suivre la fabrication de la pièce et apporter un contrôle non destructif in-situ à chaque couche de la fabrication. Les défauts d'intérêt sont les porosités ou les manques de fusion. Il s'agit d'observer leur apparition, leur évolution couche après couche et de constater ou non leur fusion suite à une nouvelle fusion de la poudre lors de la fabrication de la couche suivante.

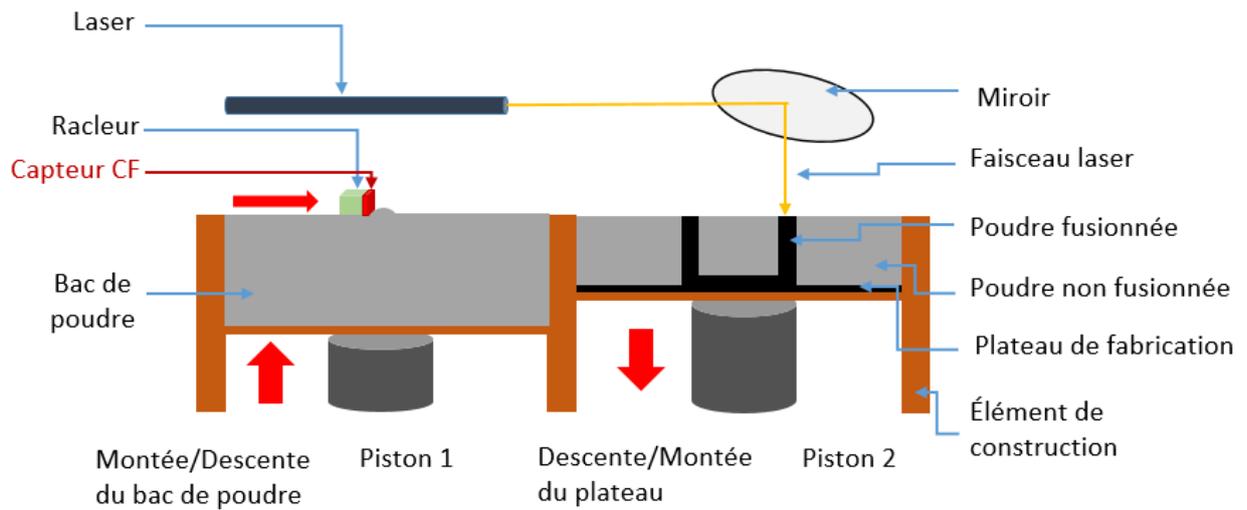


Figure 5-9 : Suivi in-situ du procédé L-PBF par la méthode des courants de Foucault.

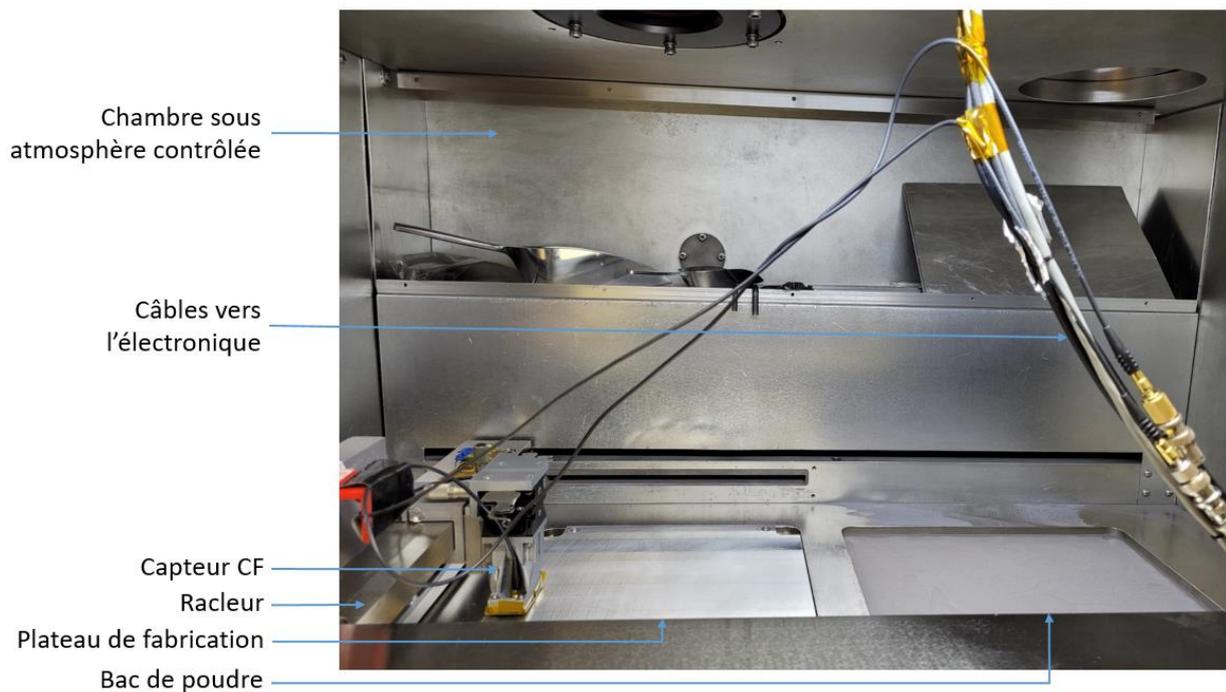


Figure 5-10 : Photographie commentée de la machine de fabrication additive par le procédé L-PBF présente au CEA de Grenoble (Farsoon Technologies)

b. Développement du capteur CF

Il s'agit désormais de développer le capteur CF adapté à la détection de défauts surfaciques, par la méthode des courants de Foucault, pendant la fabrication additive par le procédé L-PBF et utilisant un récepteur constitué d'une sonde 3D de capteurs GMRs optimisés.

Pour cela, des simulations ont été réalisées avec le logiciel CIVA [17], développé au CEA LIST. Ce programme permet, entre autres, de simuler les champs de réactions émis par une pièce métallique conductrice contenant un défaut. L'étude paramétrique pour optimiser le capteur peut être réalisée. Ces simulations ont permis de développer le dispositif émission-réception (ou capteur CF) adapté au contrôle non destructif visé.

Dans un premier temps il s'agit de déterminer la géométrie et les dimensions de l'émetteur, le positionnement du récepteur par rapport à l'émetteur, la fréquence d'excitation et la taille de l'entrefer. Ensuite, il s'agit de concevoir un récepteur compatible avec ce dispositif d'émission.

i. Émetteur

1. Géométrie et dimensions de la bobine excitatrice

L'émetteur est constitué d'une bobine excitatrice (ou émettrice). La géométrie choisie est représentée dans la figure 5-11. Cette géométrie rectangulaire et planaire permet de pouvoir disposer le récepteur au centre de l'émetteur.

Remarque : Dans le capteur CF développé la bobine est disposée à 90° , donc la notation hauteur (H) (Figure 5-11) apparaît comme une largeur (Figure 5-12), cependant l'appellation hauteur (H) est maintenue pour conserver la notation standard.

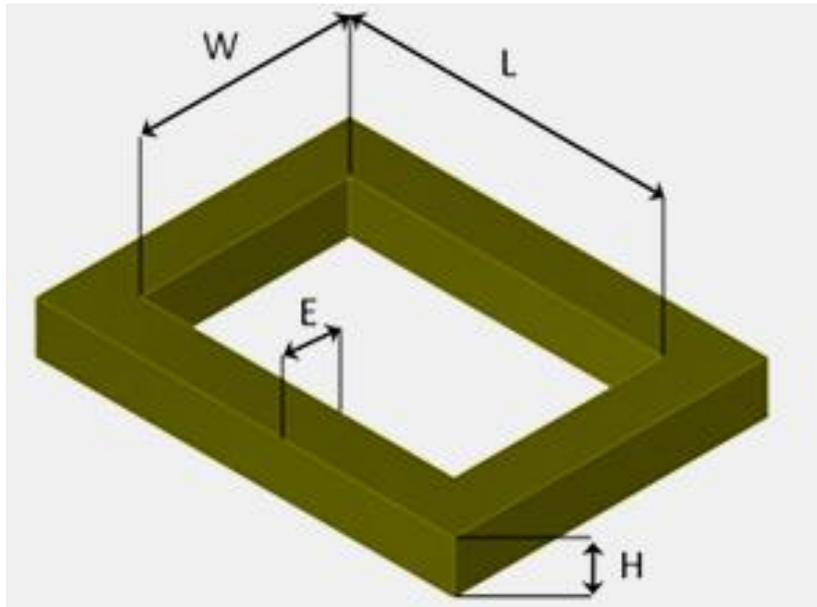


Figure 5-11 : Schéma de la géométrie de la bobine excitatrice choisie et notation des dimensions.

Différentes hauteurs (H , figure 5-11) ont été testées pour différents nombres de spires (Figure 5-12) afin de déterminer la configuration permettant de maximiser le signal mesuré tout en conservant des dimensions minimisées. En effet, il est important de minimiser la hauteur (H) de l'émetteur pour que les capteurs GMRs puissent être positionnés exactement au-dessus de l'émetteur [16]. Cependant, les dimensions doivent permettre de pouvoir disposer le récepteur au centre de l'émetteur. Il est donc nécessaire de trouver un compromis.

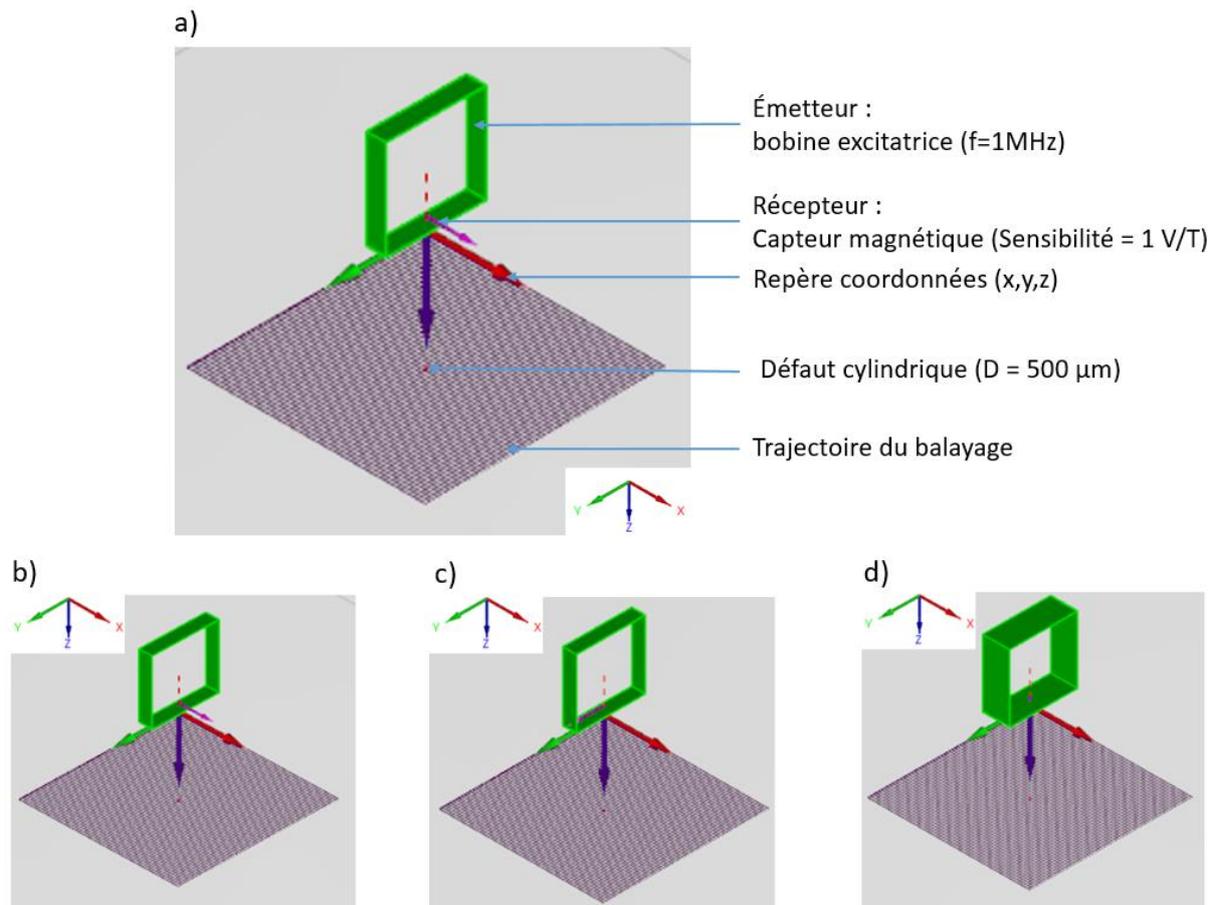


Figure 5-12 : Schéma d'un balayage d'un défaut parallélépipédique de $200\ \mu\text{m}$ de longueur avec un capteur CF (sensibilité = 1 V/T et courant_{excitation} = 1 mA) simulée avec CIVIA, pour un émetteur (bobine excitatrice) à géométrie rectangulaire et un récepteur (capteur magnétique) sensible selon x (a). Pour différentes dimensions de bobine : 5 spires d'une hauteur de 1 mm (b), 10 spires d'une hauteur de 1 mm (c) et 10 spires d'une hauteur de 2 mm (d) et différentes directions de sensibilité du capteur : x (b), y (c) et z (d).

Le balayage d'un défaut parallélépipédique de $200\ \mu\text{m}$ de longueur, pour chacune des différentes dimensions d'émetteur présentées en figure 5-12, a été simulé avec le programme CIVIA pour les trois directions de sensibilité du récepteur (Figure 5-13).

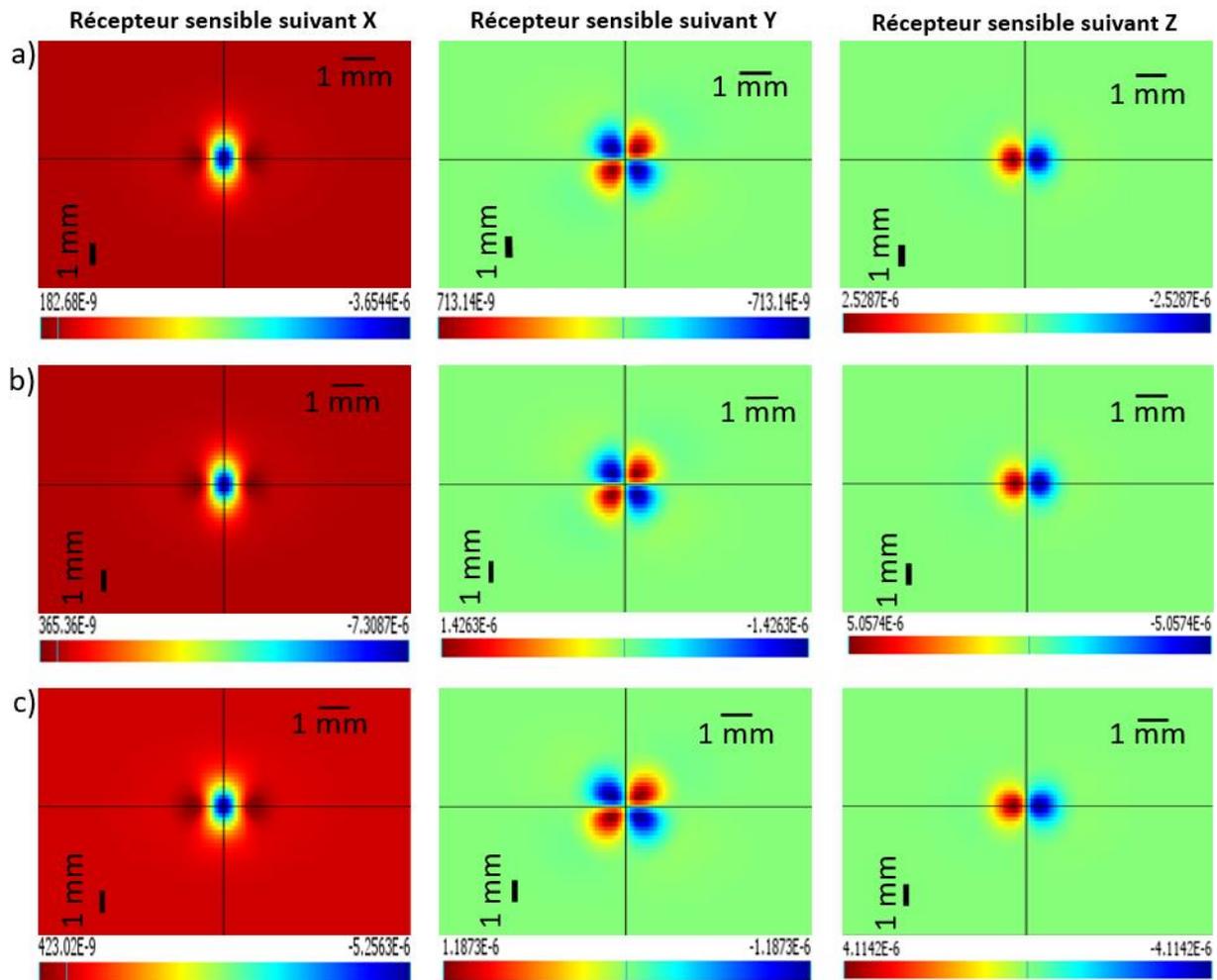


Figure 5-13 : Cartographie CIVA de la partie réelle de l'amplitude (en mV) du signal mesuré par le capteur CF (sensibilité = 1 V/T et courant_{excitation} = 1 mA) à l'issue du balayage d'un défaut parallélépipédique de 200 μ m de longueur, pour un récepteur sensible suivant x, y ou z et pour une bobine émettrice de 5 spires d'une hauteur de 1 mm (a), 10 spires d'une hauteur de 1 mm (b) et 10 spires d'une hauteur de 2 mm (c).

Les résultats des simulations CIVA (Figure 5-13) montrent que les variations de dimensions pour la bobine émettrice testées ont un impact négligeable sur l'amplitude du signal mesuré par le capteur CF lors du balayage d'un défaut parallélépipédique de 200 μ m de longueur. En effet, les ordres de grandeurs sont les mêmes dans les 3 directions de sensibilités du récepteur. Ainsi, les dimensions optimales choisies sont celles répondant au compromis signal-dimensions et possédant la hauteur la plus élevée. À savoir, une bobine émettrice de dimensions : H = 2 mm, L = mm, W = 5 mm, épaisseur de spire = 0.03 mm, nombre de spire = 10 (Figure 5-11).

En conditions réelles le récepteur sera constitué d'une sonde 3D sensible suivant les 3 directions x, y et z. Aussi, renouveler la simulation avec CIVA avec un capteur magnétique positionné selon l'axe z (par exemple pour z = - 0.6 mm) et en réalisant une rotation de 26° (angle d'inclinaison des capteurs sur la sonde 3D) autour de l'axe x et autour de l'axe y, ainsi qu'une

rotation de 90° autour de l'axe z, permet de simuler l'amplitude du signal mesuré par le capteur CF en conditions réelles pour le balayage du défaut parallélépipédique de $200\ \mu\text{m}$ de longueur. Le résultat obtenu est présenté en figure 5-14, pour une bobine émettrice possédant les dimensions optimales déterminées précédemment.

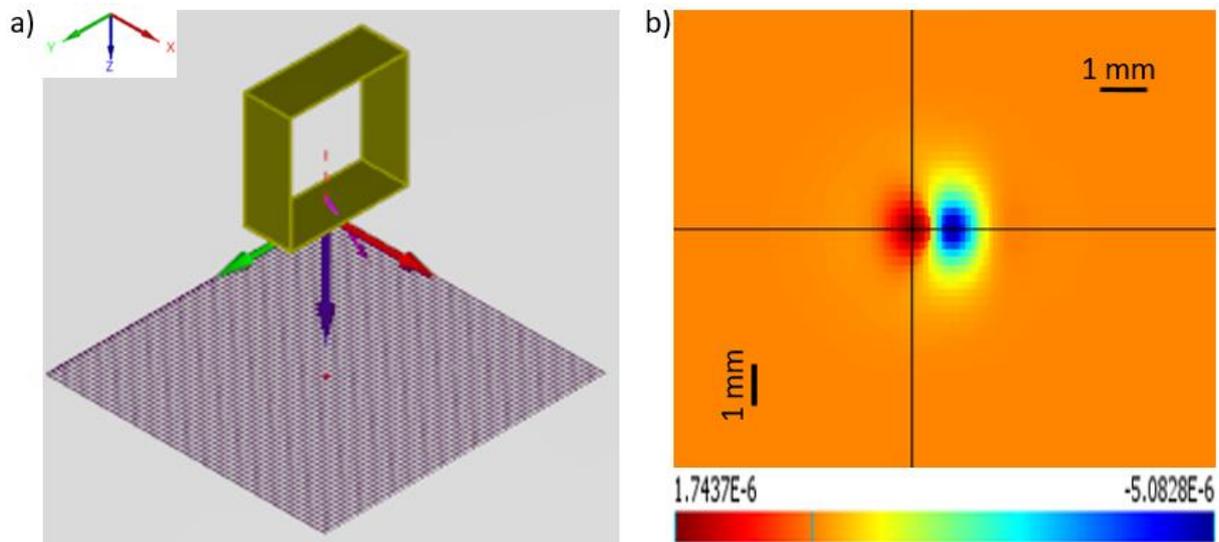


Figure 5-14 : Simulation avec le logiciel CIVA du signal mesuré par le capteur CF (sensibilité = $1\ \text{V/T}$ et courant_{excitation} = $1\ \text{mA}$) à l'issue du balayage d'un défaut parallélépipédique de $200\ \mu\text{m}$ de longueur, pour un récepteur sensible suivant x, y et z et pour une bobine émettrice ($f = 1\ \text{MHz}$) de 10 spires d'une hauteur de 2 mm, schéma de la simulation (a) et cartographie de la partie réelle de l'amplitude (en mV) du signal mesuré par le capteur CF (b).

2. Positionnement du récepteur par rapport à l'émetteur

Le positionnement du récepteur (capteur magnétique) par rapport à l'émetteur classique est au centre de la base de l'émetteur (Figure 5-14). Cependant, est-ce que le fait que le capteur magnétique soit situé entre deux spires de la bobine ou au centre d'une spire (Figure 5-15) a un impact significatif sur le signal ?

Le comportement au niveau des spires d'une bobine est schématisé avec des bobines, tel qu'une bobine simule le comportement au niveau d'une spire. Ainsi, la simulation CIVA est réalisée avec un émetteur constitué de deux bobines de 10 spires chacune et d'une hauteur d'1 mm chacune pour les deux positions du capteur magnétique (Figure 5-15). Le signal est simulé pour un capteur sensible suivant x, y ou z (Figure 5-16).

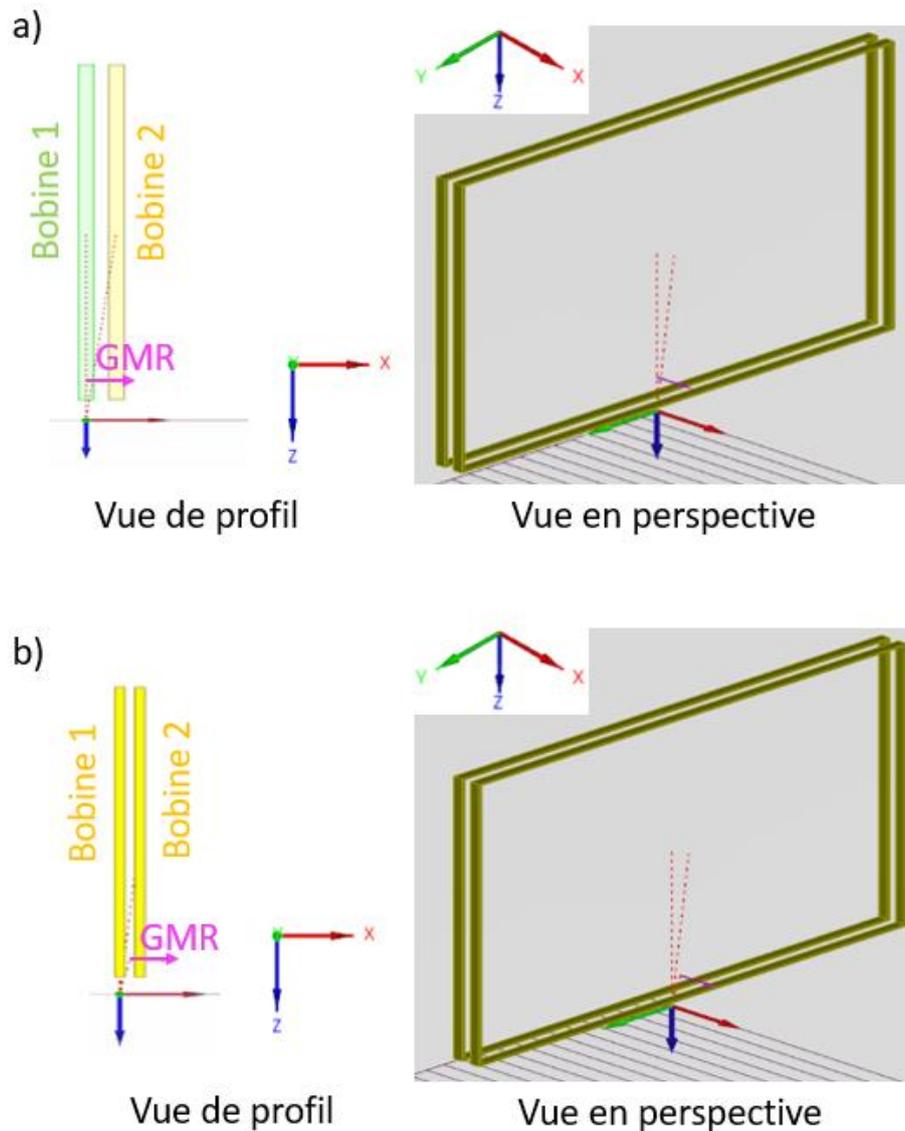


Figure 5-15 : Schémas des deux positions : avec le capteur magnétique au centre d'une bobine (a) et au centre des deux bobines (b).

Les résultats (Figure 5-16) montrent que le positionnement du capteur par rapport aux spires (schématisé par les bobines) possède un impact négligeable sur l'amplitude du signal mesuré par le capteur CF. Ainsi, le récepteur peut être positionné approximativement au centre de la base de la bobine rectangulaire sans modification significative du signal.

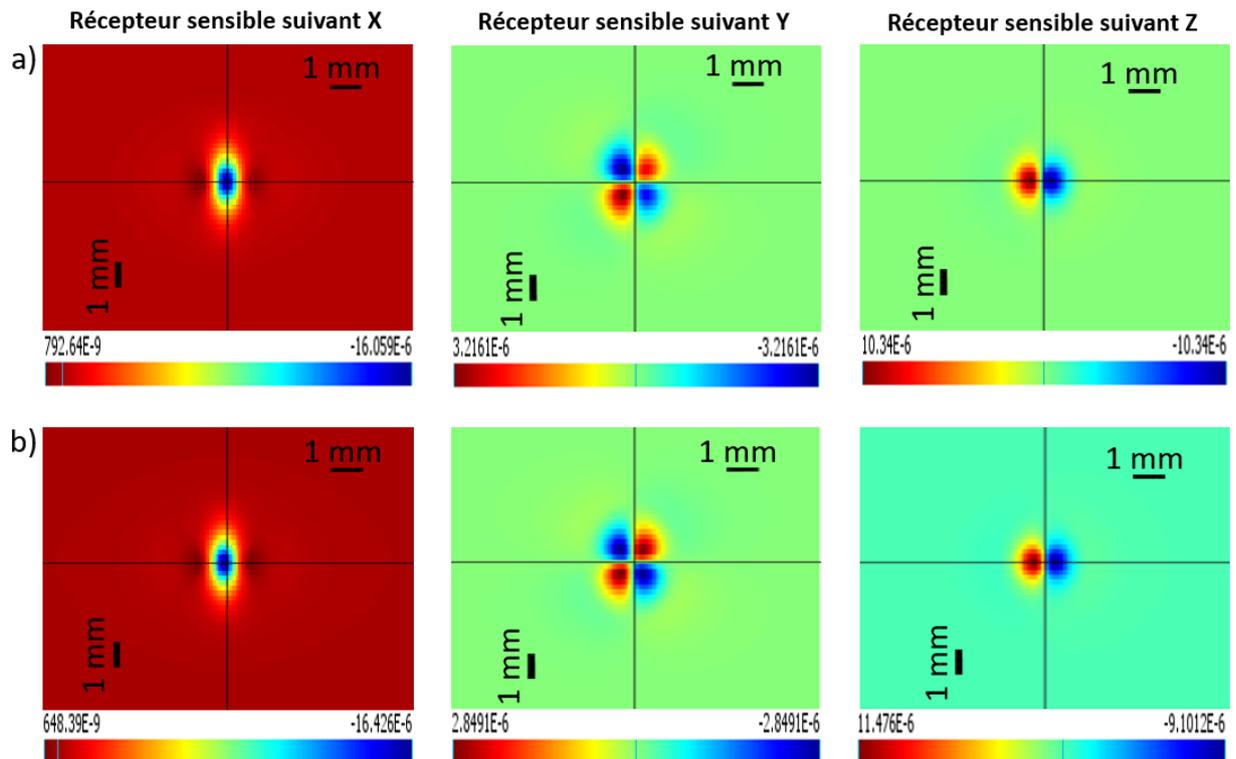


Figure 5-16 : Cartographie de la partie réelle de l'amplitude (en mV) du signal mesuré par le capteur CF (sensibilité = 1 V/T et courant_{excitation} = 1 mA) à l'issue du balayage d'un défaut parallélépipédique de 200 μm de longueur, pour une bobine émettrice constituée de deux bobines ($f = 1 \text{ MHz}$) de 10 spires d'une hauteur de 1 mm chacune et un récepteur sensible suivant x, y ou z pour les deux positions : avec le capteur magnétique au centre d'une bobine (a) et au centre des deux bobines (b).

3. Fréquence d'excitation et de la taille de l'entrefer

L'épaisseur de peau diminue lorsque la fréquence augmente (Figure 5-6). Ainsi, quand la fréquence augmente, le capteur CF doit être la plus proche possible de la surface de la pièce, car les courants de Foucault doivent être concentrés sur la surface de la pièce métallique inspectée (faible épaisseur de peau). De plus, si l'entrefer (distance entre le capteur et la pièce) augmente alors l'amplitude du signal est susceptible de diminuer car le capteur est éloigné de la surface.

Ainsi, l'étude de la variation fréquentielle du signal (en mV) (pour une simulation type figure 5-14) pour différentes valeurs d'entrefer à différentes fréquences, montre que le signal mesuré par le capteur CF augmente avec la fréquence d'excitation de la bobine émettrice et que le signal diminue quand l'entrefer augmente (Figure 5-17). La taille d'entrefer minimale atteignable en machine sans impacter le lit de poudre autour de la pièce est de 300 μm . Par ailleurs, une fréquence d'excitation de 1 MHz permet d'obtenir un compromis entre la valeur de l'entrefer

et la fréquence d'excitation, pour créer suffisamment de champs et garder suffisamment de détection en réception (même en conditions dégradées). En effet, nous cherchons à étudier la dernière couche et quelques couches en dessous, donc la fréquence doit être élevée pour maximiser le signal. De plus, nous ne pouvons pas être en contact, mais avec un entrefer de 300 μm la perte de signal est minimale. Le choix d'une fréquence d'excitation de 1 MHz permet également d'obtenir des résultats comparables à ceux obtenus avec les bobines [18].

Pour un entrefer de 300 μm et une fréquence d'excitation de 1 MHz, l'épaisseur de peau de l'aluminium est d'environ 3 à 5 couches fusionnées, soit 120 μm . L'épaisseur d'une couche fusionnée est d'environ 30 μm .

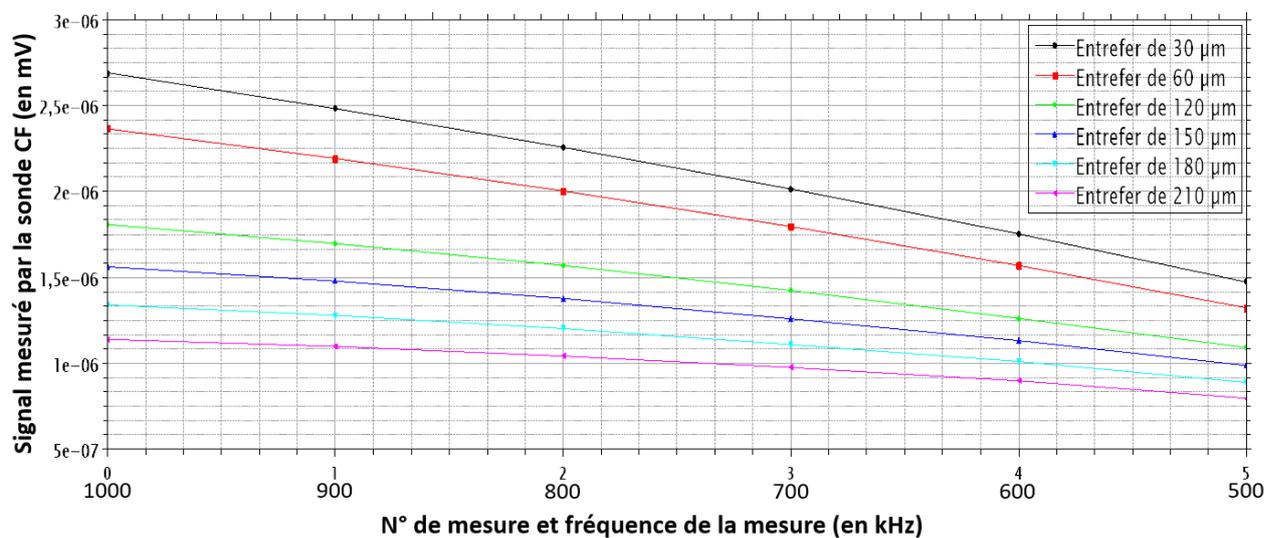


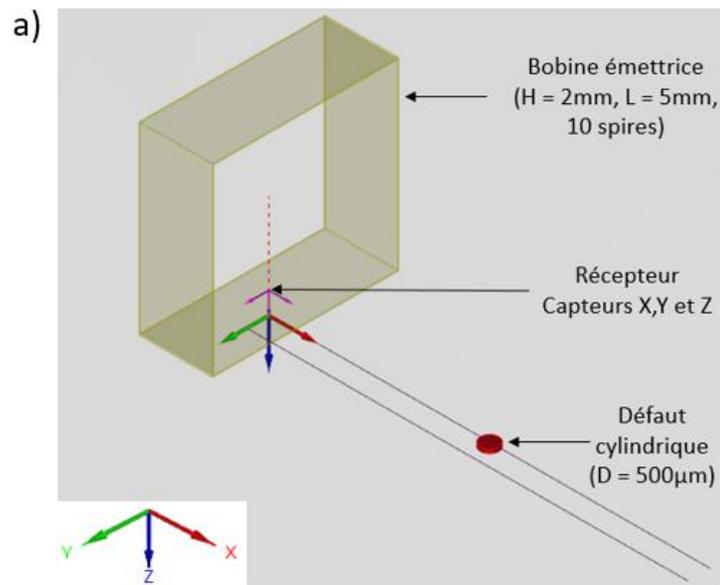
Figure 5-17 : Variation fréquentielle du signal en mV (pour une simulation type figure 5-14) pour différentes tailles d'entrefer à différentes fréquences.

Finalement, l'émetteur optimal pour l'étude est constitué d'une bobine rectangulaire de dimensions : $H = 2 \text{ mm}$, $L = 5 \text{ mm}$, $W = 5 \text{ mm}$, épaisseur de spire = 0.03 mm, nombre de spires = 10 (Figure 5-11), d'une fréquence d'excitation de 1 MHz et d'un entrefer de 300 μm . Le récepteur est positionné au centre de la base de la bobine émettrice.

ii. Récepteur

Le récepteur est constitué d'un ou plusieurs capteurs magnétiques (GMR). La simulation CIVA du signal mesuré par le capteur CF à l'issue du balayage d'un défaut cylindrique d'un diamètre de 500 μm pour un émetteur tel que décrit précédemment et un récepteur constitué de trois capteurs magnétiques, chacun sensible suivant une direction de l'espace, permet de

cartographier l'amplitude du signal généré par le champ de réaction dans les trois directions (x, y et z) (Figure 5-18). La sensibilité de récepteur est volontairement définie en conditions dégradées (1 V/T), pour plusieurs raisons. D'une part, cela permet d'anticiper les éventuelles perturbations liées aux conditions de la mesure, afin de concevoir un dispositif capable de maximiser le signal reçu par le récepteur, même en conditions dégradées. D'autre part, cela permet de pouvoir comparer plus facilement les résultats obtenus avec ceux obtenus avec des bobines classiques et ainsi pouvoir faire des calculs directs de configurations équivalentes.



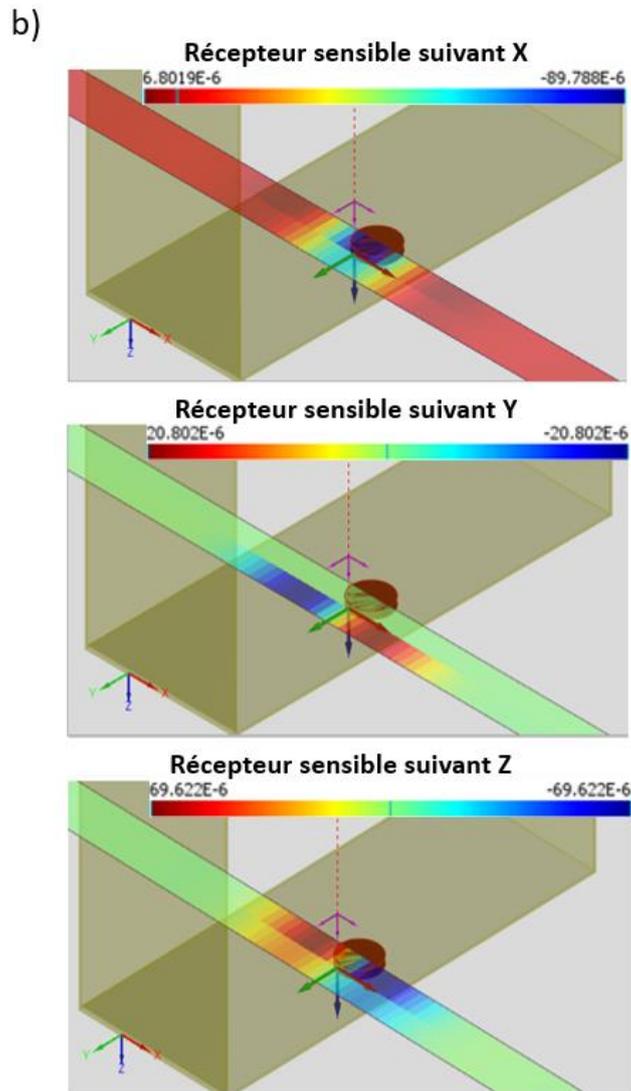


Figure 5-18 : Simulation avec le logiciel CIVA du signal mesuré par le capteur CF (sensibilité = 1 V/T et $\text{courant}_{\text{excitation}} = 1 \text{ mA}$) pour un défaut cylindrique d'un diamètre de $500 \mu\text{m}$ pour un émetteur type Figure 5-14 et un récepteur constitué de trois capteurs magnétiques chacun sensible suivant une direction de l'espace, schéma de la simulation (a) et cartographie de la partie réelle de l'amplitude (en mV) du signal mesuré par le capteur CF (b).

Le résultat de la simulation (Figure 5-18) met en évidence des amplitudes différentes selon la direction de sensibilité du récepteur. En particulier selon y, où le signal est nul sur le défaut (Figure 5-18 (b)). Ainsi, le balayage linéaire d'un défaut cylindrique (de $500 \mu\text{m}$ de diamètre) en son centre ne permettra pas sa détection si le récepteur est sensible suivant y. Cependant, avec un récepteur sensible selon x ou z l'amplitude du signal est répartie sur le défaut et autour du défaut, avec amplitude supérieure sur le défaut. Aussi, la détection d'un défaut de type porosité (cylindrique) est favorable pour un récepteur sensible selon x et z et défavorable pour un récepteur sensible selon y. Cependant, le fait qu'avec un récepteur sensible selon y, le signal

soit perçu en dehors des limites du défaut, peut être utilisé pour déterminer ses dimensions, dans le cas d'un défaut de type porosité circulaire ; ou encore pour estimer l'ouverture (largeur) de défaut, dans le cas d'un défaut rectangulaire. Ainsi, un récepteur sensible dans les trois directions de l'espace apparaît comme pertinent pour maximiser la probabilité de détection d'un défaut (de type porosité ou manque de fusion) et permettre sa caractérisation.

Par conséquent, il s'agit de développer une sonde sensible dans les trois directions à partir de capteurs GMRs sensibles de façon unidirectionnelle et planaire. Cette sonde doit pouvoir s'intégrer au centre de l'émetteur et le dispositif émission-réception (capteur CF) doit lui-même être intégrable dans la machine de fabrication additive par le procédé L-PBF (Figure 5-10). La sonde 3D telle que présentée précédemment et reposant sur l'utilisation d'un support pyramidal présente des contraintes spatiales incompatibles avec l'intégration en machine. Il convient donc de repenser la forme de la sonde et le design des puces.

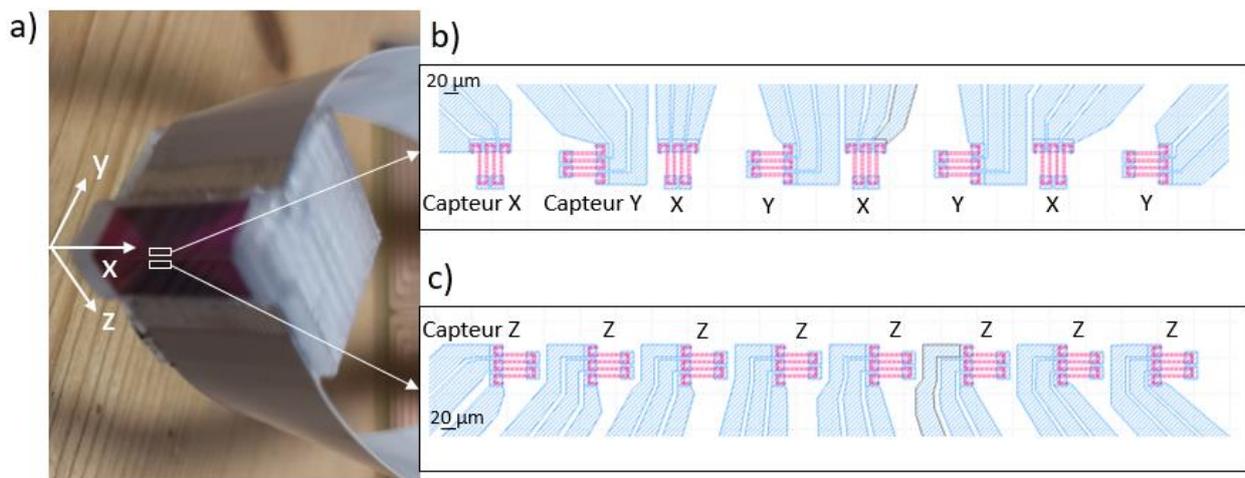


Figure 5-19 : Support cubique de la sonde 3D (a) avec la puce (X, Y) disposée à l'horizontale (b) et la puce (Z) à la verticale (c). Zoom sur les capteurs, photographie des masques Klayout associés (b,c). La largeur des méandres des capteurs GMRs est de 3 µm et la longueur de la zone active est de 33 µm.

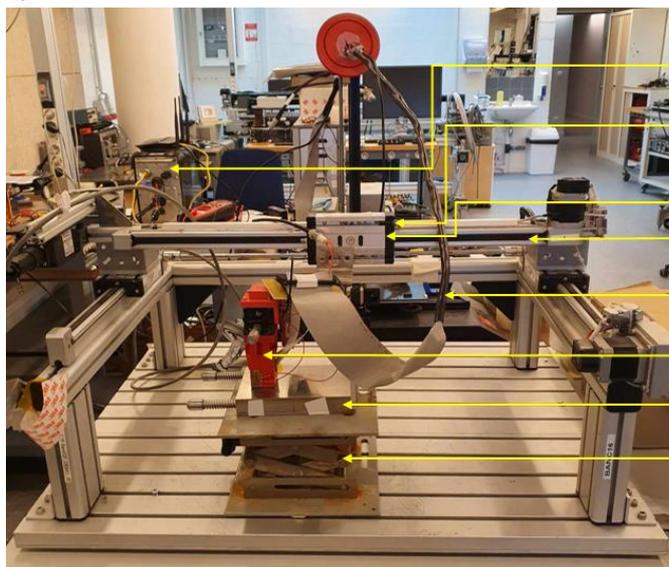
Compte tenu de la géométrie rectangulaire de l'émetteur, un support cubique sur lequel deux puces seraient disposées et séparées par un angle de 90° (Figure 5-19 (a)), l'une contenant une alternance de capteurs sensibles selon x et y (Figure 5-19 (b)) et l'autre contenant uniquement des capteurs sensibles selon z (Figure 5-19 (b)), apparaît compatible avec les différentes contraintes d'intégration, comme le montre l'intégration finale sur un dispositif de test (Figure 5-20). Les dimensions sont minimisées pour l'émetteur et le récepteur car il faut pouvoir fixer

le capteur CF sur le racleur et que l'espace y est limité. L'intérêt d'utiliser une barrette de capteur et de pouvoir mesurer une surface plus grande lors du passage du racleur.

c. Instrumentation

Dans l'objectif de préparer l'intégration en machine, un dispositif de mesure test a été développé au LIST (Figure 5-20), permettant d'inspecter une pièce métallique issue de fabrication additive et contenant un ou plusieurs défauts. Le support du banc mécanique a été adapté pour imiter le racleur et reproduire l'installation présente dans la machine de fabrication additive par le procédé L-PBF (Figure 5-10). Le balayage s'effectue à la main en déplaçant le support mécanique du banc imitant le racleur (sur lequel le support du capteur CF est fixé) et permet de contrôler une ligne de la pièce. Un encodeur est disposé au niveau du racleur pour suivre la position du capteur CF (Figure 5-20 (a)). L'électronique reprend les mêmes codes que pour le dispositif de mesure DC (demi ponts de Wheatstone, amplification, filtrage), appliqué à la mesure en fréquence (Figure 5-20 (c)). Par ailleurs, un logiciel d'instrumentation développé en Python permet de réaliser l'acquisition de la mesure et de tracer les résultats.

a)



- Appareil d'acquisition CF(SGNDT)
- Encodeur (calcul de la position)
- Support du banc mécanique imitant le racleur
- Rail du banc mécanique
- Câble vers l'électronique
- Support mécanique global capteur CF
- Pièce métallique issue de la Fabrication additive
- Support de l'échantillon

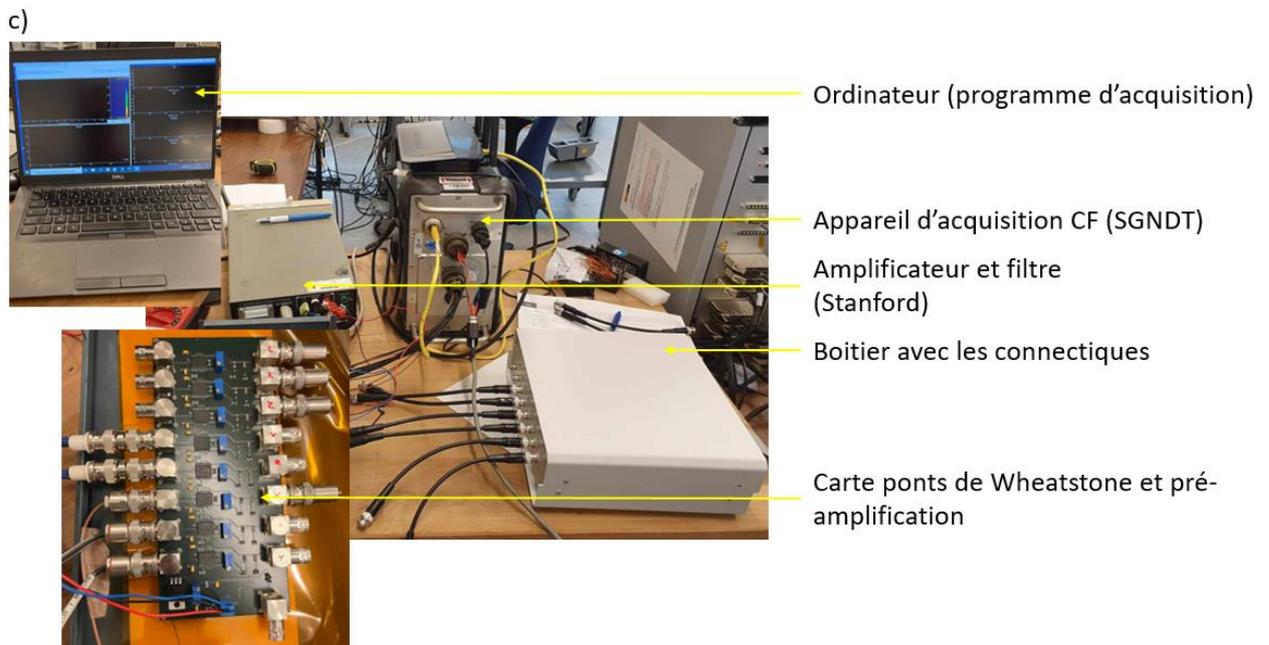
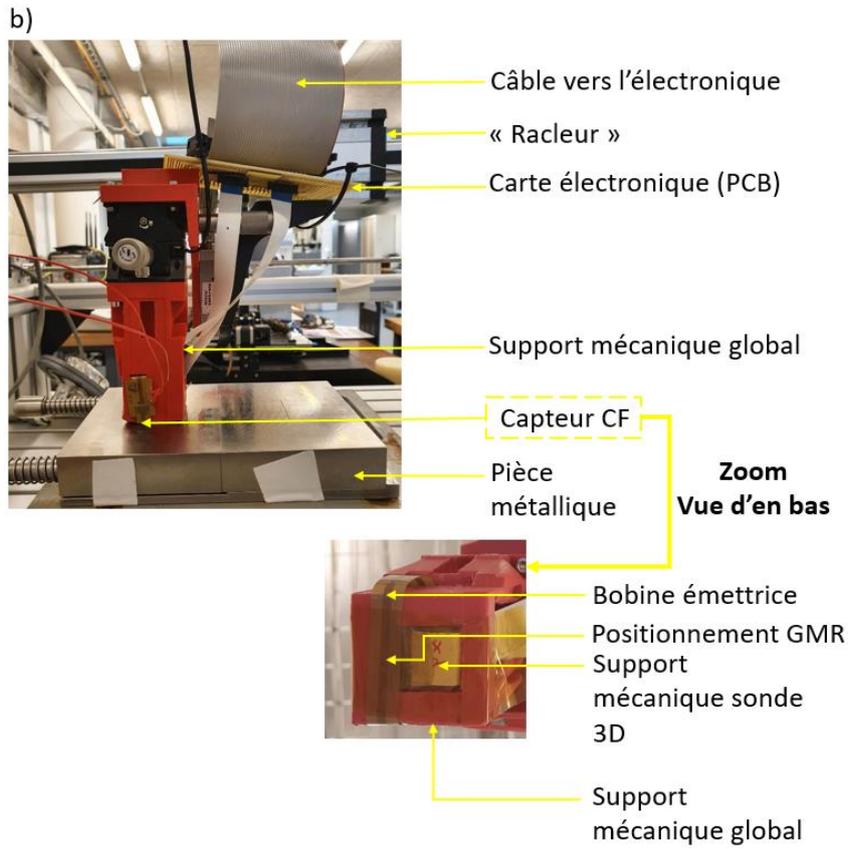


Figure 5-20 : Photographies commentées du dispositif de mesure test présent au LIST en vue d'ensemble (a), en zoom sur le capteur CF (b) et sur la chaîne d'acquisition (c).

d. Résultats

de répéter les mesures avec un pas inférieur. En effet, il est à noter que le pas du balayage (Figure 5-22, 5-23 et 5-24) a été prédéterminé par le logiciel de pilotage de l'appareil d'acquisition à 0.25 mm, cette valeur étant trop élevée pour la détection des défauts étudiés (Figure 5-21), elle devra être diminuée pour faciliter leur observation.

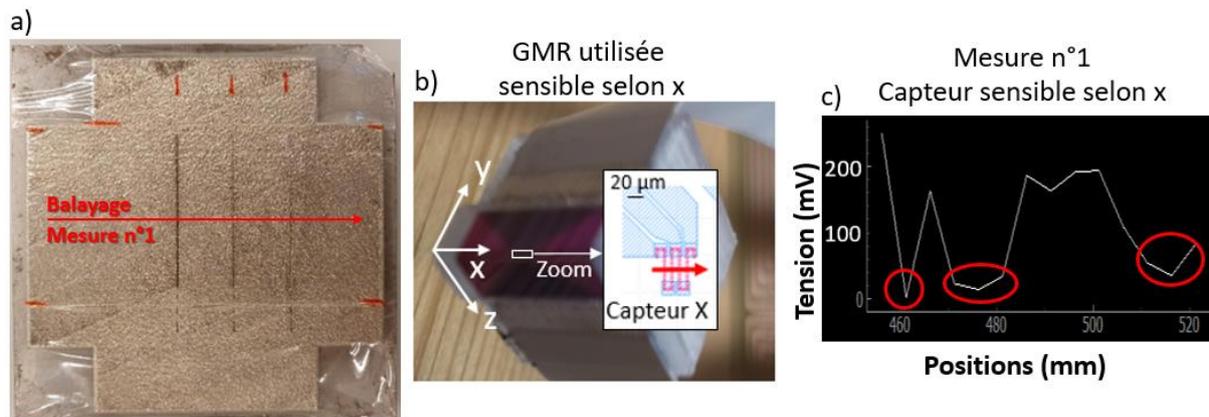


Figure 5-22 : Mesure n°1. Balayage 1D de la pièce métallique e1, du plus large défaut au plus fin (a) avec le capteur CF en utilisant un seul des capteurs GMRs du récepteur, pour lequel la sensibilité est suivent x (b). La partie réelle du signal (en mV) a été mesurée à l'issue de ce balayage et présente trois pics (entourés en rouge), qui semblent correspondre au passage sur les trois défauts (c). L'entrefer est minimisé et évalué à environ 300 μm . Le balayage est effectué manuellement et dure quelques secondes.

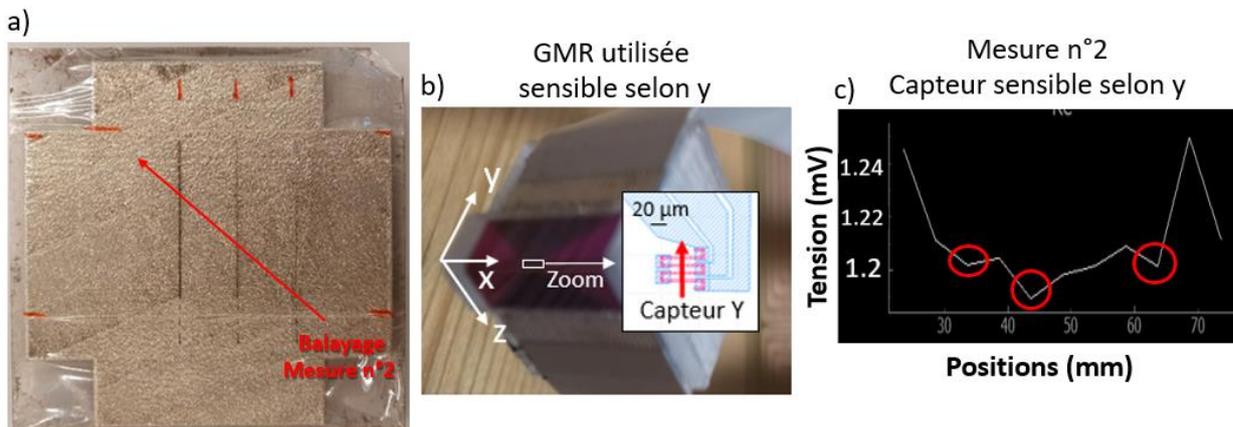


Figure 5-23 : Mesure n°2. Balayage 1D de la pièce métallique e1, du plus fin défaut au plus large (a) avec le capteur CF en utilisant un seul des capteurs GMRs du récepteur, pour lequel la sensibilité est suivent y (b). La partie réelle du signal (en mV) a été mesurée à l'issue de ce balayage et présente trois pics (entourés en rouge), qui semblent correspondre au passage sur les trois défauts (c). L'entrefer est minimisé et évalué à environ 300 μm . Le balayage est effectué manuellement et dure quelques secondes.

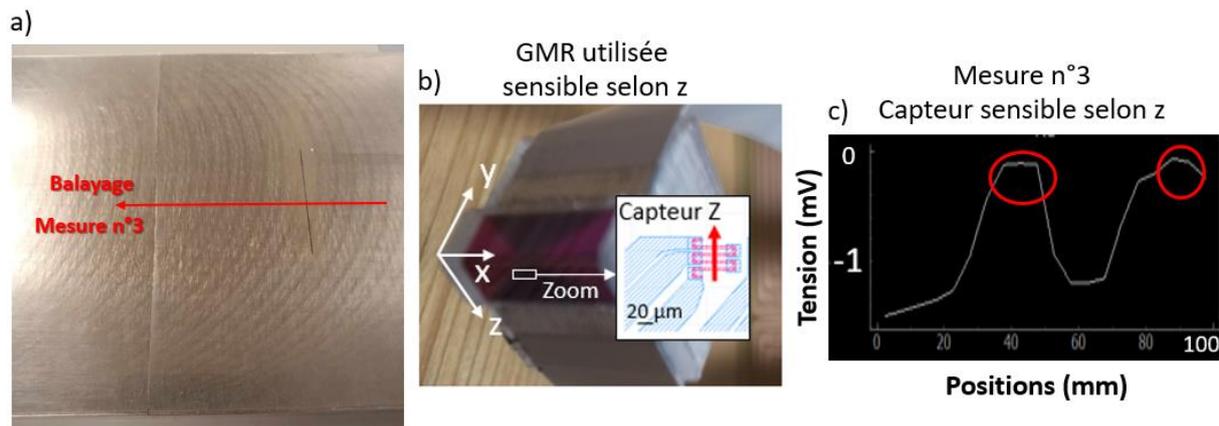


Figure 5-24 : Mesure n°3. Balayage 1D de la pièce métallique e2, du défaut le plus fin au plus large (a) avec le capteur CF en utilisant un seul des capteurs GMRs du récepteur, pour lequel la sensibilité est suivant z (b). La partie réelle du signal (en mV) a été mesurée à l'issue de ce balayage et présente deux pics (entourés en rouge), qui semblent correspondre au passage sur les deux défauts (c). L'entrefer est minimisé et évalué à environ 300 μm . Le balayage est effectué manuellement et dure quelques secondes.

Finally, the integration of the 3D GMR probe to the in-situ monitoring of additive manufacturing by the L-PBF process required a certain number of developments and optimizations, which allowed us to propose a promising prototype. In fact, a CF sensor (emission-reception device) integrable at the level of the tool was designed thanks to a simulation work carried out with the CIVA software; the 3D GMR probe was optimized to be able to be integrated as a receiver. A test device was built and allows to perform a 1D scan of the surface of a metal part issued from additive manufacturing. Results obtained on this device show that the developed CF sensor allows to detect defects (lack of fusion) present on a metal part with sensors sensitive in the three directions. In terms of this work, it appears that optimizations are still to be made. In particular, concerning the efficiency of the scan. In fact, it will be important to move to an automated displacement of the tool, with an equivalent speed to the displacement speed of the tool during the manufacturing. In addition, multi-element devices, containing several reception probe elements, would allow to perform several 1D scans at once and control a larger surface of the part.

Références :

- [1] Demonstration of array eddy current technology for real-time monitoring of laser powder bed fusion additive manufacturing process, PROCEEDINGS OF SPIE, Evgueni Todorov, Paul Boulware, Kingsley Gaah, (2018).
- [2] https://www.cofrend.com/jcms/mhe_5097/fr/methodes
- [3] Rimond Hamia, Thèse « Performances et apports des capteurs magnétiques à très haute sensibilité aux systèmes de contrôle Non Destructif par Courant de Foucault », (2014).
- [4] http://codep40.free.fr/_docs/2014/tiv/UC13-CND.pdf
- [5] N. Sergeeva-Chollet, et al., Development of instrumentation for eddy current in-situ monitoring of Laser Powder Bed Fusion, *Welding in the World*, 67, pp.1105-1112, (2023).
- [6] Chiara ZORNI, Thèse « Contrôle non destructif par courants de Foucault de milieux ferromagnétiques : de l'expérience au modèle d'interaction », (2012).
- [7] Benjamin Delabre, Thèse « Développement de capteurs flexibles à courants de Foucault : applications à la caractérisation des propriétés électromagnétiques des matériaux et à la détection de défauts par imagerie statique », (2016).
- [8] Yahya Choua, Thèse « Application de la méthode des éléments finis pour la modélisation de configurations de contrôle non destructif par courants de Foucault », (2009).
- [9] A. Standard. "F2792. 2012. Standard terminology for additive manufacturing technologies". In: ASTM F2792-10e1, p. 24, (2012).
- [10] Guo, N.; Leu, M.C. Additive manufacturing: Technology, applications and research needs. *Front. Mech. Eng.*, 8, 215–243, (2013).
- [11] Elnaz Asadollahiyazdi, thèse "Integrated design of additive manufacturing based on desing for manufacturing and skin-skeleton models", (2018)
- [12] <https://www.3dnatives.com/frittage-laser-poudres-metalliques-on-vous-explique-tout/>
- [13] Farag, H.E.; Toyserkani, E.; Khamesee, M.B. Non-Destructive Testing Using Eddy Current Sensors for Defect Detection in Additively Manufactured Titanium and Stainless-Steel Parts. *Sensors*, 22, 5440, (2022).

- [14] Todorov, E.; Boulware, P.; Gaah, K. Demonstration of array eddy current technology for real-time monitoring of laser powder bed fusion additive manufacturing process. In *Nondestructive Characterization and Monitoring of Advanced Materials, Aerospace, Civil Infrastructure, and Transportation XII*; SPIE: Bellingham, WA, USA, Vol. 10599, pp. 190–201, (2018).
- [15] E.I. Todorov, *Non-destructive Evaluation of Additive Manufacturing Components*. U.S. Patent US 2018/0266993 A1, (2018).
- [16] H. Ehlers, M. Pelkner and R. Thewes, Heterodyne eddy current testing using magnetoresistive sensors for additive manufacturing purposes, *IEEE Sens. J.*, 20, 5793–5800, (2020).
- [17] www.extende.com
- [18] R. Saddoud, et al., Eddy Current Sensors Optimization for Defect Detection in Parts Fabricated by Laser Powder Bed Fusion, *Sensors*, 23, 4336, (2023).

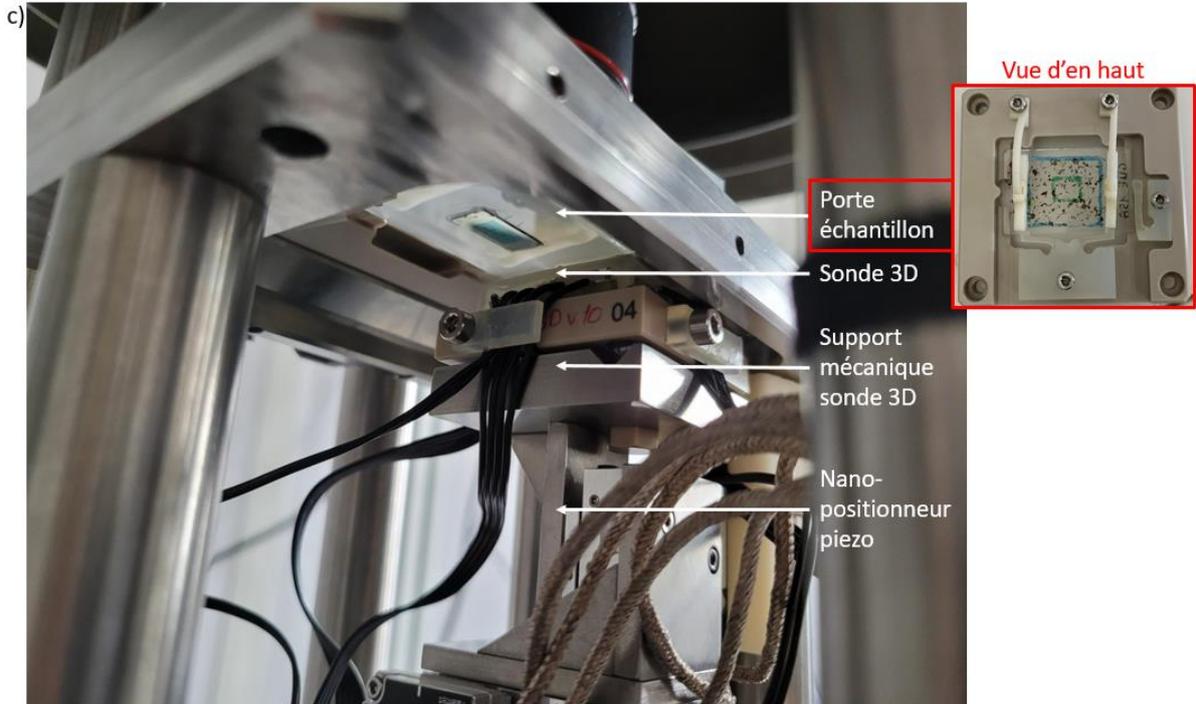
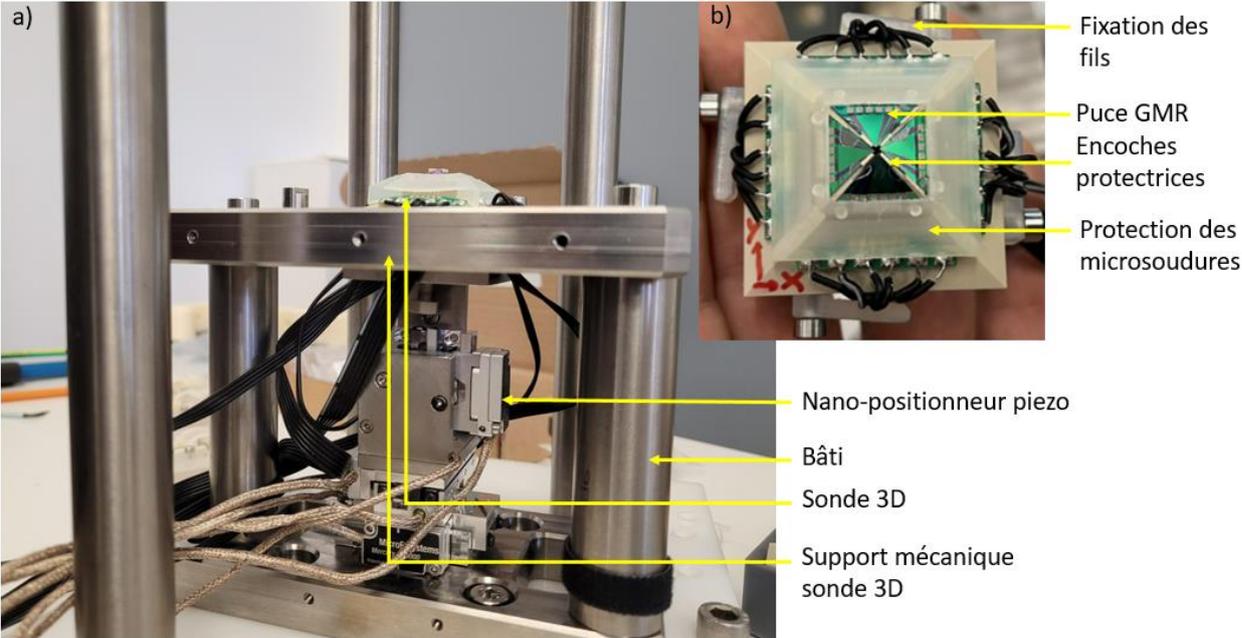
CONCLUSION & PERSPECTIVES

Ces travaux des thèses s'inscrivent dans le cadre de la recherche en spintronique et plus particulièrement de l'optimisation des méthodes d'investigation des matériaux magnétiques à l'échelle locale. En effet, le scanner magnétique à sonde 3D locale, ainsi que la méthode de reconstruction des champs, permettent de cartographier les trois composantes des champs magnétiques de fuite émis par un matériau, de manière quantitative et simultanée, avec une détectivité de l'ordre du nT/\sqrt{Hz} et une résolution inférieure à $100\ \mu m$. L'élément central de ce développement est la conception d'une sonde 3D, constituée de plusieurs capteurs GMRs optimisés, de tailles micrométriques, disposés sur un support pyramidal ; afin d'accéder à la mesure des trois composantes des champs magnétiques de fuite. Plusieurs éléments ont été développés dans l'objectif de construire l'instrument de mesure final. Tout d'abord, le dispositif expérimental, capable de balayer, à hauteur contrôlée, la surface d'un échantillon avec la sonde 3D, piloté par un logiciel permettant d'acquérir les données et de les afficher en temps réel. De plus, une électronique de mesure adaptée a permis de minimiser les perturbations liées à l'environnement et à la température. Ensuite, des programmes Python ont été développés, pour rendre les données de mesures exploitables et reconstruire les champs 3D. Ainsi, une méthode qui repose sur la caractérisation de la sonde 3D, par développement et utilisation d'un échantillon de calibration, a été proposée et validée. L'instrument a ainsi été éprouvé en champs statiques sur différents échantillons : lames minces de roches magnétiques pour le paléomagnétisme, pièces en acier pour le contrôle non destructif et nano-aimants pour la recherche fondamentale. Par ailleurs, l'utilisation de la sonde 3D a été étendue à des mesures en champs alternatifs, dédiées au contrôle non destructif de pièces métalliques issues de la fabrication additive par la méthode des courants de Foucault. Ainsi, une preuve de concept de cette technique a été obtenue.

Aux termes de ce travail de thèse, il est apparu que différentes optimisations peuvent encore être apportées.

D'abord, les capteurs GMRs peuvent être rendus plus robustes aux chocs par l'utilisation de substrats flexibles. Leur empilement peut également être amélioré, notamment afin de minimiser les champs de fuite générés par la GMR elle-même. En effet, l'utilisation d'un SAF et d'un léger piégeage de la couche libre (Figure 2-8) est une des pistes envisagées pour diminuer les champs de fuite, par compensation.

Ensuite, des améliorations peuvent être apportées au niveau du support mécanique de la sonde 3D et de l'installation. Un travail est en cours avec la DT-INSU, dans l'objectif de proposer un dispositif de mesure capable de minimiser toutes les formes d'erreurs introduites lors du montage de la sonde et au cours de la mesure (Figure C-1). Ce dispositif permettra de faciliter les mesures et d'améliorer la résolution spatiale.



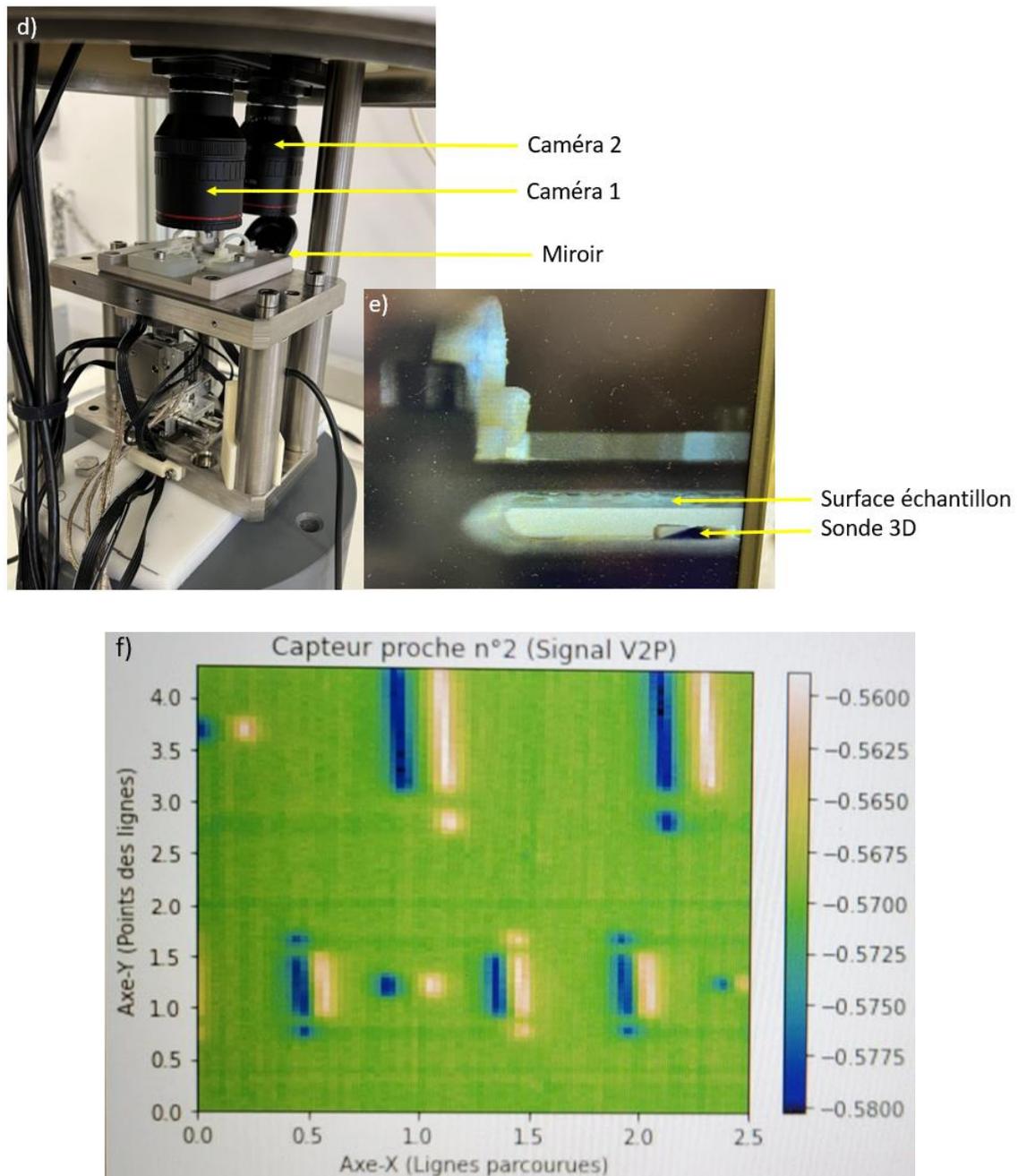


Figure C-1 : Dispositif de mesure développé par la DT-INSU et installé au GET. Photographie du support mécanique de la sonde 3D global (b) et zoom sur le support pyramidal de la sonde 3D (b). Photographie, du porte échantillon vu d'en bas, disposé au-dessus de la sonde 3D (c). Photographie de l'installation complète, avec les caméras pour l'aide au positionnement de la sonde par rapport à l'échantillon (caméra 1) et le réglage de la hauteur (caméra 2) (d), image prise par la caméra pour le contrôle de la hauteur (e). Cartographie en tension (V) issue du balayage d'un échantillon de calibration avec la sonde 3D, obtenue pour un capteur sensible selon y (f).

D'autre part, les programmes de traitement des données et de reconstruction peuvent être optimisés par utilisation de techniques spécifiques de machine learning, dans la continuité de la méthode présentée dans le chapitre 4, réalisée en collaboration avec l'UC Louvain.

Par ailleurs, il serait intéressant de tester le dispositif de suivi de la fabrication additive dans des conditions réelles de fonctionnement de la machine. De plus, en multipliant le nombre de sondes 3D disposées sur le racleur, il serait possible de balayer une partie plus importante de la pièce métallique, cela en seul passage.

Si l'inspection de défauts surfaciques a motivé ces travaux de thèse, la sonde 3D présente également un intérêt majeur pour les applications de contrôle profond à basses fréquences [1]. En effet, les GMRs présentent une réponse indépendante de la fréquence, ce qui permet de réaliser une inspection plus en profondeur du matériau à basses fréquences. De plus, l'imagerie des champs magnétique 3D présente également un intérêt pour les milieux austénitiques [2,3,4]. Il s'agit d'utiliser les GMRs pour déterminer des zones où la réponse magnétique diffère et ainsi observer les phases martensitiques.

En résumé, les recherches menées dans le cadre de cette thèse, ont permis de surmonter les défis majeurs du développement d'un scanner magnétique 3D à sonde locale, pour la cartographie 3D des champs magnétiques de fuites, émis par un matériau. Les résultats obtenus sont prometteurs et ouvrent la voie à des perspectives futures dans le domaine de l'imagerie des champs magnétiques, au service d'un vaste panel d'applications.

Références :

- [1] N. Sergeeva-Chollet, et al., Development of instrumentation for eddy current in-situ monitoring of Laser Powder Bed Fusion, *Welding in the World*, 67, pp.1105-1112, (2023).
- [2] D. O'Sullivan, et al., The characterisation of work-hardened austenitic stainless steel by NDT micro-magnetic techniques, *NDT&E International*, 37, pp. 265–269, (2004).
- [3] C.M. Souza, et al., The σ phase formation in annealed UNS S31803 duplex stainless steel: Texture aspects, *Materials Characterization*, Vol. 59, Issue 9, pp. 1301-1306, ISSN 1044-5803, (2008).
- [4] S.S.M. Tavares, et al., Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 322, Issue 17, pp. L29-L33, ISSN 0304-8853, (2010).