



HAL
open science

Domaines magnétiques périodiques pour la propagation guidée d'ondes de spin

Kosseila Aït Oukaci

► **To cite this version:**

| Kosseila Aït Oukaci. Domaines magnétiques périodiques pour la propagation guidée d'ondes de spin. Physique [physics]. Université de Lorraine, 2021. Français. NNT : 2021LORR0100 . tel-03356700

HAL Id: tel-03356700

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-03356700v1>

Submitted on 28 Sep 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



UNIVERSITÉ
DE LORRAINE

C2MP



Université de Lorraine, Collegium Sciences et Technologies

Ecole doctorale C2MP « Chimie - Mécanique - Matériaux – Physique »

THESE DE DOCTORAT
pour l'obtention du titre de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LORRAINE

SPECIALITE : PHYSIQUE ET CHIMIE DES MATERIAUX

Présentée par :

KOSSEILA AIT OUKACI

**DOMAINES MAGNETIQUES PERIODIQUES
POUR LA PROPAGATION GUIDEE
D'ONDES DE SPIN**

Thèse soutenue publiquement le 10 Mars 2021 devant le jury composé de :

Mme. Liliana Buda-Prejbeanu	Maître de conférence, Université Grenoble-Alpes	Rapporteur
M. Massimiliano Marangolo	Professeur, Sorbonne Université	Rapporteur
M. Bertrand Kierren	Professeur, IJL-UL	Examineur
M. Daniel Stoeffler	Chargé de recherche, IPCMS-CNRS	Examineur
Mme. Amina Taleb	Directeur de recherche, Synchrotron Soleil	Examineur
M. Daniel Lacour	Chargé de recherche, IJL-CNRS	Co-directeur
M. Rachid Belkhou	Chargé de recherche, Synchrotron Soleil	Co-directeur
M. Michel Hehn	Professeur, IJL-UL	Directeur

" Hard work beats talent when talent doesn't work hard," (Tim Tebow)

Dédicace

*À ma maman, mon père, mes sœurs et mon petit frère. Ce manuscrit
vous est dédié.*

Remerciements

De manière assez conventionnelle, je tiens tout d'abord à exprimer mes sincères remerciements aux membres de mon jury de thèse. Spécialement, Mme. Liliana Buda-prejbeanu et M. Massimiliano Marangolo pour en avoir accepté la difficile tâche, celle de rapporter mon tapuscrit. De la même manière, Mme. Amina Taleb et M. Daniel Stoeffler pour en avoir fait partie au tant qu'examineur. Enfin, M. Bertrand Kierren pour en avoir assuré la présidence. Sachez mesdames et messieurs que j'ai beaucoup apprécié les différents échanges que nous avons eus lors de ma soutenance, ainsi que les différentes remarques que vous avez portées sur mon travail.

Je remercie également la direction de l'Institut Jean Lamour ainsi que celle du synchrotron SOLEIL, de m'avoir permis de réaliser ma thèse en cotutelle. Ce sont en effet, deux endroits qui continuent de représenter le fleuron de la recherche scientifique en France, où on peut croiser des grands scientifiques, mais aussi des gens assez sympas. Un grand merci également, à l'Agence Nationale de Recherche d'avoir financé en partie mon travail de thèse.

Je remercie surtout mes directeurs de thèse, pour leurs participations, pour leurs compétences scientifiques qui m'ont permis de mener à bien cette étude, pour leurs encouragements quotidiens et pour leurs précieux conseils. M. Michel Hehn, M. Daniel Lacour et M. Rachid Belkhou, merci de m'avoir fait confiance. Vous avez toujours réussi à calmer mes ardeurs de folies (conneries pour les plus intimes), en me remettant à chaque fois dans le droit chemin. Pour cela, je tiens encore une fois à vous remercier et à exprimer ma grande estime envers les personnes, et les grands chercheurs que vous êtes. Je prends maintenant mon envol certes, mais je garde en tête tous vos conseils et le souvenir de trois belles années de thèse (les différents runs à soleil resteront à jamais graver dans ma mémoire). Ce n'était pas tout le temps facile, (cycles VSM, Images PEEM, anisotropie perpendiculaire, MFM) ça nous a rendus fous un moment, mais que ce que c'était bon. Je vous suis donc très reconnaissant pour tout le bien que vous m'avez apporté.

Je reviens maintenant à remercier ceux qui ont contribué de prêt à mon travail. M. Daniel Stoeffler encore une fois, qui m'a beaucoup aidé en réalisant les différentes simulations micromagnétiques, sans votre travail je pense que mes résultats expérimentaux n'auraient pas beaucoup de sens. Je remercie également les autres collaborateurs de l'ANR SWANGATE, spécialement M. Grassi Matias, M. Yves Henry, M. Matthieu Bailleul, M. Manu Sushruth, M. Thibaut Devolder, M. Jean-Paul Adam pour leurs aides et les différentes remarques.

Je tiens également à remercier M. François Montaigne pour son aide et tous ses conseils dans le travail que j'ai réalisé en salle blanche. J'ai en effet beaucoup apprécié de travailler avec toi car en plus du grand scientifique que tu es, ta bonne humeur et ton rire m'ont apporté beaucoup de joie. Plus sérieusement, François, (plus connu pour en avoir été la 1ere personne à avoir fait du STXM sans faisceau), faut que tu arrêtes d'être un fervent supporteur de l'abortement des images STXM qui ne dure que 2 secondes... Voilà c'était mon conseil pour toi..

Je remercie aussi M. Sébastien Petit-Watelot pour m'avoir aidé dans les caractérisations électriques des antennes, et la compréhension des résultats de la FMR (je t'avoue que tu partais un peu loin dans tes explications, tu es trop chaud haha). Je te remercie aussi d'être un titulaire indiscutable de l'équipe fontaine qui animait fortement mes soirées post-travail, j'ai beaucoup rigolé avec toi, nos blagues (pas tout le monde ne les comprenait mais bon), c'était un kiff.

Je remercie également tout le staff du CC MINALOR, en commençant par M. Laurent Badie qui m'a beaucoup aidé pour le développement du masque de titane, mais pas que, car tous tes conseils au quotidien (surtout pendant les pauses clopes) m'ont été d'une grande utilité, et m'ont fait aimer davantage la nanofab. Je remercie également M. Stefan McMurtry et Mme. Gwladys LENGAIGNE de m'avoir formé respectivement sur la lithographie électronique et la gravure IBE. Enfin, j'espère que mon nom sera un jour gravé dans la salle blanche, comme étant la première personne qui a réussi à la braquer (vous savez de quoi je parle).

Je remercie aussi le CC 3M, à sa tête M. Jaafar Ghanbaja pour les mesures TEM, et Mme. Sylvie Migot pour la préparation des lames FIB et M. Denis Mangin pour les mesures SIMS. Votre disponibilité et votre savoir-faire m'ont été indispensables pour la compréhension de mes échantillons, je vous suis donc reconnaissant.

J'en viens maintenant à remercier mes amis, mes plus proches collègues, mes spartiates (sans blague), que j'ai tous connus lors de mes 3 années de thèse, et qui ont rendu cette aventure très agréable pour moi.

A leur tête, la seule et unique Mme. Maryam Massouras, binôme de bureau et collègue de galères (j'ai mis le s mais ce n'est pas significatif du nombre de soucis qu'on a dû remonter ensemble). Je te remercie Maryam, car déjà tu as beaucoup facilité mon intégration dans l'équipe et car tu étais un peu mon guide sur Nancy les premiers jours quand je venais de débarquer. Je te remercie aussi pour la table, les chaises, (merci à ta maman et ton papa aussi), l'aide au déménagement...etc. Si je raconte tout ce que tu as fait ça ne va pas apparaître sérieux (je m'en fous en vrai). Sérieusement, merci pour ton soutien et l'ambiance que tu mettais dans le bureau (surtout quand tu faisais des grasses mat) et en dehors aussi (titulaire indiscutable de la team fontaine). Tu es une vraie amie et j'espère qu'on restera toujours en contact. Enfin, je veux te souhaiter pleins de bonheur pour la suite.

Je remercie également M. Fahad Alnjiman (capitaine de la team JL), pour le ravitaillement en clope du lux et l'organisation des matchs de foot (j'ai en effet du mal à être sérieux quand je parle des gens que j'aime beaucoup). Fahad, toi-même tu sais que tu étais mon bras droit à Nancy, un frère plus qu'autre chose. Nos sorties, nos délires, nos pauses-café au labo c'étaient toujours un moment de déconnade majestueuse. Je te souhaite le bonheur absolu car je sais que tu le mérites amplement. N'oublie pas tu as la JSK dans le sang maintenant.

Je tiens aussi à exprimer mes remerciements à Mme. Saima Siouane (la seule DZ que j'ai rencontrée au labo, la plus classe, ma préférée et membre titulaire aussi de la team JL), pour son soutien moral et ses encouragements, mais surtout pour m'avoir sauvé la vie pour les gâteaux lors de mon pot de thèse. Ta présence était d'un grand réconfort pour moi durant ces années de thèse, je te suis donc très reconnaissant.

Je profite aussi pour remercier les 2 autres titulaires de la team JL, Mme. Dorra Ibrahim et M. Soufiane eloualid pour l'animation qu'ils mettaient dans mes journées au labo et en dehors. Merci de m'avoir fait passer pleins de moments agréables à vos côtés, je suis en effet heureux de vous avoir connus.

Je remercie tous les thésards/ postdocs de l'équipe 101, que j'ai pu croiser durant ma thèse, qui chacun à leur façon ont contribué à tout ça. Je cite Gauthier (compagnon de thèse/ galères depuis le début), Valentin (mon plus récent co-bureau et le meilleur surtout lorsqu'il s'agit de faire des répets et de me donner des synonymes), Vincent, Charles, Elmer, Phillip, Ibrahim, Thibaut, Pierre, Quentin, Maxime, Jean-Lois, Boyu, Claudia, Boris, Anna, Yassine, Anton, Elodie, Danny, Marwan, Tom (merci pour le scotch qui a débloqué ma thèse) et tous ceux que j'ai pu oublier. De même pour tous les autres thésards/ postdocs de l'IJL ou de Soleil. Brice, Harshad, Cécile, Hannah, Mahmoud, Anes, Sébastien (tu as trop géré pour le lien YouTube, je te suis

reconnaissant). Je suis heureux de vous avoir tous croiser, et sans vous, ces 3 ans ne seraient pas passés aussi bien.

Je remercie également, tous les membres permanents de l'équipe 101, qui à un moment ou un autre, m'ont tous apporté un soutien ou une expertise qui m'a aidé dans mon travail. Je cite M. Stéphane Mangin (qui était quasiment un collègue de bureau tellement son bureau était proche), pour m'avoir accueilli dans l'équipe et m'avoir aidé personnellement à mes débuts. Je remercie également M. Stéphane Andrieu (Gardien de la team fontaine) pour m'avoir ouvert les portes de sa maison pour de nombreuses après-midis barbecue qui a contribué à mon bien-être à Nancy. Je remercie aussi M. Olivier Copie (capitaine de la team fontaine) pour ses nombreux conseils et sa disposition pendant la thèse et même pour la préparation de la soutenance, mais aussi pour les longs débats infinis qu'on avait pendant le chemin de retour de la fontaine. Un grand merci aussi à Mme. Karine Dumesnil, M. Julius Hohlfeld (également le meilleur partenaire au foot), M. Jon Gorchon, M. Grégory Malinowski, M. Thomat Hauet, M. Carlos Rojas-Sanchez (numéro 9 de la team fontaine). Je profite aussi pour remercier Mme. Isabelle Fournelle et Mme. Aurore Emonot pour leurs aides dans toutes les démarches administratives, mais surtout de leur bonne humeur à chaque fois que je rentrais dans leurs bureaux. Pour terminer, je remercie les autres permanents du CC Daum et de la fontaine, M. Ludovic Pasquier (le Laurent Blanc de la team fontaine), Mme. Danielle Pierre et enfin M. Olivier Lerbet pour les agréables moments qu'on a passés ensemble.

Ces remerciements ne peuvent se conclure sans une pensée à toutes les personnes qui m'ont supporté dès mon arrivée en France. Je remercie M. Tahar Si Serir, qui sans son aide, tout ça ne serait jamais atteint. Je te remercie cher Tahar, grand militant que tu es. Je remercie également Rym et sa maman, pour leurs aides, que je n'oublierais jamais.

Une pensée aussi à mes amis à Paris, ceux restés en Algérie ou ceux éparpillés un peu sur le continent américain. Je cite Jihad, Moh, Ayoub, Raouf, Juba, Zak, Ghani, Amine, Nadir, Abdellah, Hicham, Abdou, Khaled, Mahdi, Dahmane, Mustapaha, Lotfi, Hafid, Ramdane, Ahmed, Youness, Zoubir, Mouad, Farouk, Wassim, Amine, Toufik, Ahmed. Vous tous vous savez à quel point c'était dur pour obtenir ce grade de docteur. Vous m'avez tous soutenu de près ou de loin, je vous remercie donc pour tout.

Je tiens aussi à remercier ma tante Zahia, qui m'a hébergé lors de mes premiers jours en France, et qui m'était d'une grande aide. Sans toi, je n'imagine même pas quelle autre tournure mon aventure en France serait passer. De même pour Said, qui m'a beaucoup aidé, par ses conseils, et de m'avoir trouvé du travail pas mal de fois.

Enfin, bien sûr, je remercie mes parents, mes sœurs et mon petit frère, qui chacun à leur façon ont contribué à tout ça. Sachez que c'est grâce à vous que j'en suis arrivé là. J'espère vraiment vous avoir rendu fier(e)s. Ce manuscrit vous est dédié.

Table des matières

I. Introduction générale	12
1. Positionnement et contexte de ma thèse.....	13
2. Etat des études sur le sujet.....	16
3. Travaux réalisés dans le cadre de ma thèse.....	20
II. Les Domaines magnétiques dans les films minces à aimantation perpendiculaire.....	22
Introduction	22
1. L'énergie totale d'un film magnétique.....	24
1.1. Energie d'échange.....	24
1.2. Energie d'anisotropie	24
1.3. Energie de parois.....	26
1.4. Energie Zeeman	27
1.5. Energie dipolaire – Energie de champ démagnétisant	27
2. Configuration magnétique en fonction de l'épaisseur.....	28
3. Les domaines magnétiques à faible anisotropie perpendiculaire, <i>Weak Stripes</i>	30
3.1. Présentation des <i>Weak Stripes</i>	30
3.2. Les <i>Weak Stripes</i> dans la littérature	32
3.2.1. Conditions d'apparition	32
3.2.2. Taille des domaines à rémanence	34
3.2.3. Orientation des stripes	35
3.2.4. Angle maximum de la composante perpendiculaire de l'aimantation	37
3.2.5. Domaines de fermetures	37
3.3. Les <i>Weak Stripes</i> dans les couches de CoFeB	38
4. Les domaines magnétiques dans des systèmes à forte anisotropie perpendiculaire, <i>Strong Stripes</i>	40
4.1. Présentation des <i>Strong Stripes</i>	40
4.2. Théorie des <i>Strong Stripes</i>	41
4.2.1. Taille des domaines	41
4.2.2. Action d'un champ magnétique perpendiculaire	43
4.2.3. Action d'un champ magnétique planaire.....	47
Conclusion.....	49
III. Techniques expérimentales	50

1.	Techniques de dépôt de couches minces	51
1.1.	Pulvérisation cathodique	51
1.1.1.	Principe de fonctionnement	51
1.1.2.	Le banc de pulvérisation du laboratoire IJL	52
1.2.	Evaporateur	53
1.2.1.	Principe de fonctionnement	53
1.2.2.	L'évaporateur de centre de compétence Minalor à IJL	54
2.	Techniques de caractérisation	55
2.1.	Magnétomètre à échantillon vibrant	55
2.2.	Transport électronique sous champ magnétique	56
2.3.	Microscope de force magnétique (MFM)	56
2.3.1.	Instrumentation	57
2.3.2.	Principe physique du MFM	60
2.3.3.	Théorie de la réponse MFM et domaines magnétiques à aimantation perpendiculaire	62
2.4.	Scanning Transmission X-ray Microscope (STXM)	64
2.4.1.	Absorption du faisceau et dichroïsme magnétique	65
2.4.2.	Instrumentation	67
2.5.	X-ray PhotoEmitted Electron Microscope (X-PEEM)	70
3.	Techniques de nanofabrication	71
3.1.	Enrésinement	72
3.2.	Lithographie par faisceau d'électrons	72
3.3.	Développement	73
3.4.	Masque de gravure et lift-off	74
3.4.1.	Masque de gravure par lift-off	75
3.4.2.	Masque de gravure en Ti	75
3.5.	Gravure sèche par faisceau d'ions	77
IV. Les domaines magnétiques en Weak Stripes dans les couches minces de CoFeB		80
	Introduction	80
1.	Echantillons	81
2.	Propriétés structurales et chimiques	81
3.	Propriétés magnétiques macroscopiques	87
3.1.	Propriétés magnétiques statiques	87
3.1.1.	Détermination de l'aimantation à saturation (M_S)	87

3.1.2.	Réponse à l'application d'un champ dans le plan	88
3.1.3.	Réponse à l'application d'un champ perpendiculaire.....	97
3.2.	Propriétés magnétiques dynamiques.....	99
3.2.1.	Détermination de la constante d'anisotropie perpendiculaire	100
3.2.2.	Détermination de la constante d'amortissement magnétique.....	101
4.	Observation des différents états magnétiques à l'aide de la microscopie de force magnétique (MFM).....	103
4.1.	Structure en domaines et dépendance en épaisseur	103
4.2.	Evolution de la structure en domaines en présence d'un champ magnétique appliqué dans le plan	105
4.2.1.	Dépendance en épaisseur du comportement des <i>Weak Stripes</i>	105
4.2.2.	Influence des domaines de fermeture sur les configurations.....	110
4.2.3.	Cycle mineur sur les structures zigzag	113
5.	Détermination de structure <i>Weak Stripes</i> par STXM.....	114
5.1.	Dépendance angulaire de l'XMCD.....	116
5.2.	Utilisation de la polarisation de la lumière pour la détermination de l'angle maximum des <i>Weak Stripes</i>	117
5.3.	Angle de <i>Weak Stripes</i> en fonction d'un champ magnétique planaire	120
5.4.	Domaines de fermeture	121
6.	Micromagnétisme.....	123
6.1.	Structure des <i>Weak Stripes</i>	124
6.2.	Evolution sous champ magnétique	126
6.3.	Problème identifié dans MuMax3.....	129
6.4.	Influence de la présence d'un axe d'anisotropie dans le plan.....	130
7.	Observation des domaines de surface par X-PEEM	132
8.	Mesures de magnéto-résistance	133
8.1.	Echantillon de 270 nm d'épaisseur	134
8.2.	Echantillon de 180 nm d'épaisseur	136
	Conclusion.....	138
V. Les domaines magnétiques de type Strong Stripes dans les multicouches [Co/Ni]_n..... 140		
	Introduction	140
1.	Echantillons.....	141
2.	Propriétés structurales	141
3.	Propriétés magnétiques macroscopiques.....	145
3.1.	Détermination de l'aimantation à saturation (Ms).....	145

3.2.	En configuration perpendiculaire du champ magnétique	146
3.3.	En configuration planaire du champ magnétique	149
3.4.	Propriétés magnétiques extraites des mesures dynamiques	151
4.	Observation des différents états magnétiques sous MFM.....	153
4.1.	Etude en fonction de l'épaisseur	153
4.1.1.	Désaimantation dans le plan	153
4.1.2.	Caractérisation de la directivité des bandes.....	157
4.1.3.	Effet de la température de recuit.....	159
4.2.	Cas de l'échantillon de 50 nm d'épaisseur.....	159
	Conclusion	165
VI.	Antennes et mesures électriques	166
1.	Spécifications	167
2.	Nanofabrication	168
2.1.	Optimisation de l'étape de lithographie électronique	168
2.2.	Procédé.....	169
3.	Caractérisation électriques	171
3.1.	Choix de l'antenne	171
3.2.	Test de la puissance de claquage de l'antenne.....	174
3.3.	Test de résonance ferromagnétique.....	175
3.4.	Test électrique sur membranes.....	177
4.	Observation de la propagation d'ondes de spins dans les parois de domaines magnétiques par TR-STXM	177
4.1.	TR-STXM.....	178
4.2.	Tests réalisés sur le CoFeB	178
4.3.	Tests réalisés sur le [Co/Ni] _n	179
VII.	Conclusions et Perspectives.....	182
	Références	188
	Liste des figures	200
	Abstract	211

I. Introduction générale

L'International Technology Roadmap for Semiconductors (ITRS) a identifié les dispositifs à base d'ondes de spin (SWD pour *Spin Waves Devices*) comme une alternative à la technologie CMOS pour les dispositifs logiques [1]. Les SWD sont un type de dispositifs logiques magnétiques exploitant l'oscillation de spin collective (ondes de spin) pour la transmission et le traitement des informations. L'intérêt de cette approche émergente réside dans la scalabilité nécessaire pour traiter la quantité toujours croissante de données générées par notre société de l'information et de la communication. Cependant, l'approche standard pour les SWD souffre de plusieurs inconvénients avec la miniaturisation [1] et n'offre pas la possibilité d'aborder le domaine des dispositifs logiques entièrement reprogrammables qui sont une pierre angulaire des technologies de l'information et de la communication (TIC). L'objectif de ma thèse est d'établir une nouvelle voie vers des dispositifs logiques évolutifs et reprogrammables.

1. Positionnement et contexte de ma thèse

Afin de concurrencer les technologies CMOS en silicium en termes d'intégration, les guides d'ondes magnoniques doivent être très étroits, certainement en dessous de 100 nm [2]. Dans ce contexte, l'utilisation des ondes de spin (SW pour *Spin Waves*) dans les futurs dispositifs impliquera inévitablement le guidage efficace des SW dans des nanostructures sophistiquées. Actuellement, la plupart des approches proposées sont basées sur des systèmes nanofabriqués, qui nécessitent des processus de micro et nanofabrication sensibles [3], [4]. Mais il n'est pas clair comment la mise à l'échelle des prototypes de SWD de l'ordre du micromètre (développés jusqu'à présent) à des dispositifs sub-micrométriques affecterait les performances des dispositifs. En particulier, la tolérance aux défauts tels que la rugosité des bords de piste pourrait être critique pour le fonctionnement du dispositif [1].

Un aspect original de l'approche proposée dans le cadre de ma thèse implique l'utilisation de guides d'ondes magnétiques sub-micrométriques naturels, à savoir les parois de domaines magnétiques (DW) qui permettent de surmonter le besoin de pistes définies par lithographie. En évitant l'utilisation de procédés de micro et nanofabrication, cette approche nous permettra de contourner les problèmes liés aux défauts introduits lors du processus de lithographie.

L'approche proposée ici est basée sur les résultats obtenus par Garcia-Sanchez et ses collaborateurs qui ont démontré par des simulations micromagnétiques [5] qu'il est possible d'exciter des modes d'ondes de spin localisés uniquement dans les parois de domaines (DW pour *Domain Walls*), sans exciter les modes dans les domaines magnétiques pour les films minces ferromagnétiques à aimantation perpendiculaire (Figure I-1). Comme la largeur des parois de domaines dans les milieux à aimantation perpendiculaires peut être ajustée avec précision en dessous de 10 nm avec des matériaux appropriés [6], le dispositif résultant est naturellement de taille submicrométrique. En outre, Garcia-Sanchez *et al.* montrent la possibilité d'utiliser des DW de formes variées, ici un coude (Figure I-1), pour guider l'onde de spin. Pour toute utilisation pratique, ce résultat est crucial. En effet, tout comme dans les puces actuelles à base de silicium, la courbure des éléments de construction ne peut être évitée dans les circuits à ondes de spin réels. Plusieurs approches originales ont été testées pour optimiser la propagation à travers une bande ferromagnétique courbée [7], mais elles reposent sur un processus de nanofabrication et/ou des propriétés complexes des empilements de matériaux. L'approche proposée par [5] représente une solution efficace à ce problème de première importance et permet d'aborder la question des dispositifs reprogrammables.

En l'état, le travail de thèse démarré en 2017 consistait dans une première partie à faire la démonstration expérimentale de la possibilité de générer et de détecter efficacement les modes SW hébergés par des DW. La seconde partie du travail de thèse porte sur la reprogrammation. En effet, les dispositifs à logique non volatile qui peuvent être reprogrammés à la demande sont hautement souhaitables pour le traitement massif des données [1]. Comme les SWD sont très prometteurs pour le traitement futur de l'information, l'objectif de cette deuxième partie du projet est de démontrer la possibilité de réaliser un dispositif logique reprogrammable en utilisant des DWCSW. L'idée est d'utiliser la possibilité d'écrire des modèles de DW complexes à la demande. Comme nous allons le voir, notre approche repose sur l'utilisation de matériaux qui présentent des domaines sous forme de bandes naturelles à la rémanence.

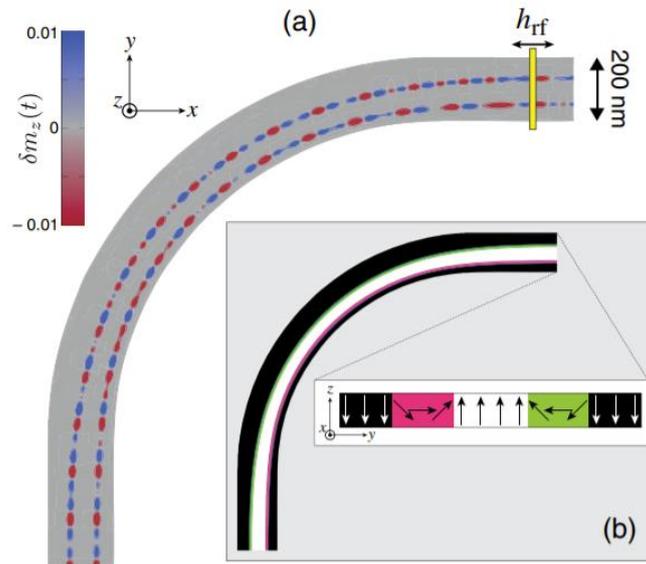


Figure I-1. a) Profil SW généré par le champ micro-ondes à 5 GHz localisé sous l'antenne (jaune). La fréquence d'excitation est inférieure à l'écart des modes SW du domaine. On peut voir que les SW excités sont confinés à l'intérieur des DW ; b) Simulations d'une bande ferromagnétique incurvée de 200 nm de large et de 1 nm d'épaisseur. La bande est séparée en trois domaines, deux vers en bas (noir) et un vers le haut (blanc). Les deux DW qui sont ici de type Néel, apparaissent en rose et vert. Tirée de [5].

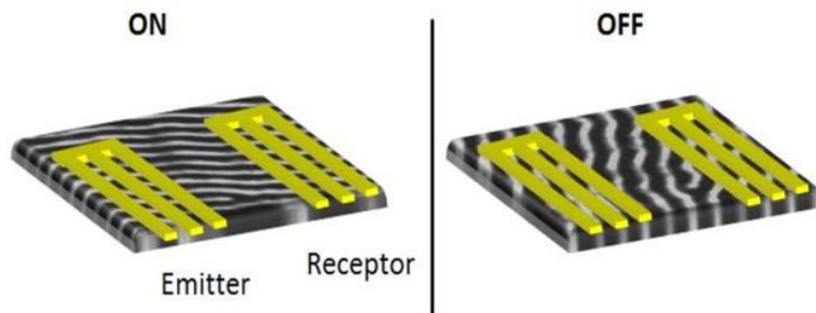


Figure I-2. Dispositif à propagation d'ondes de spin véhiculées dans les parois de domaines magnétiques. L'antenne de gauche excite l'onde de spin. Cette dernière est véhiculée jusqu'à l'antenne réceptrice à droite dans le cas « ON » alors que dans le cas « OFF », le canal de propagation des ondes n'est pas connecté à l'antenne réceptrice.

La Figure I-2 donne un exemple de dispositif à propagation d'ondes de spin véhiculées dans les parois de domaines magnétiques. L'antenne de gauche excite l'onde de spin. Cette dernière est véhiculée jusqu'à l'antenne réceptrice à droite dans le cas « ON » alors que dans le cas « OFF », le canal de propagation des ondes de spin n'est pas connecté à l'antenne réceptrice.

Les deux parties ont été menées en parallèle et cela dès le début de mon travail de thèse en 2017 car le développement technologique de l'antenne émettrice se fera en même temps que l'antenne réceptrice. En ce qui concerne les matériaux, des matériaux à faible amortissement ont porté toute notre attention. Il est difficile de concilier matériaux à anisotropie perpendiculaire et matériaux à faible amortissement (inférieurs à 2×10^{-2}) car souvent l'obtention

d'une anisotropie perpendiculaire nécessite l'utilisation de métaux lourds, comme le Pt, l'Ir ou l'au qui ont des forts couplages spin orbite [8].

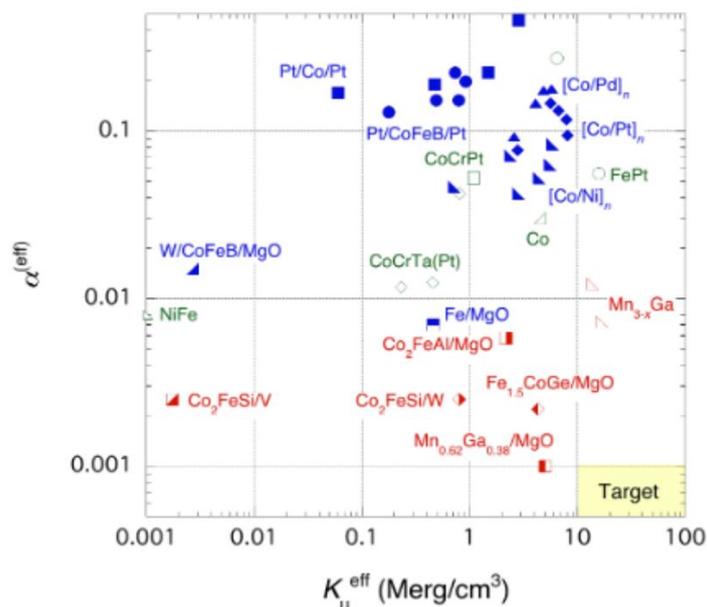


Figure I-3. Relation entre la constante d'anisotropie effective, K_u^{eff} , et le coefficient d'amortissement α . Tirée de [8].

Nous sommes partis sur l'étude de films en multicouches de $[\text{Co/Ni}]_n$ qui semblent posséder de faible coefficient d'amortissement et qui peuvent être réalisés épais (ce qui permettra la détection des ondes de spin de manière inductive). Nous espérons stabiliser des structures sous forme de bandes comme celles observées dans le cas du Co épitaxiés [9], [10].

Sur le chemin, nous avons exploré la possibilité de propager des ondes de spin dans des structures micromagnétiques plus complexes qui sont les structures *Weak Stripes*. Ces dernières sont stabilisées dans des matériaux dont l'anisotropie perpendiculaire est plus faible, relaxant totalement la nécessité d'utiliser les métaux lourds. Nous avons étudié les structures *Weak Stripes* qui pouvaient se développer dans le CoFeB. Ce matériau est connu pour son faible *damping* et de plus est très utilisé en spintronique pour son intégration notamment dans les jonctions tunnel magnétiques à forte magnétorésistance tunnel. Si la détection inductive, telle que prévue au début de la thèse pose problème, nous aurons ainsi un moyen plus sensible de détecter la propagation des ondes de spin.

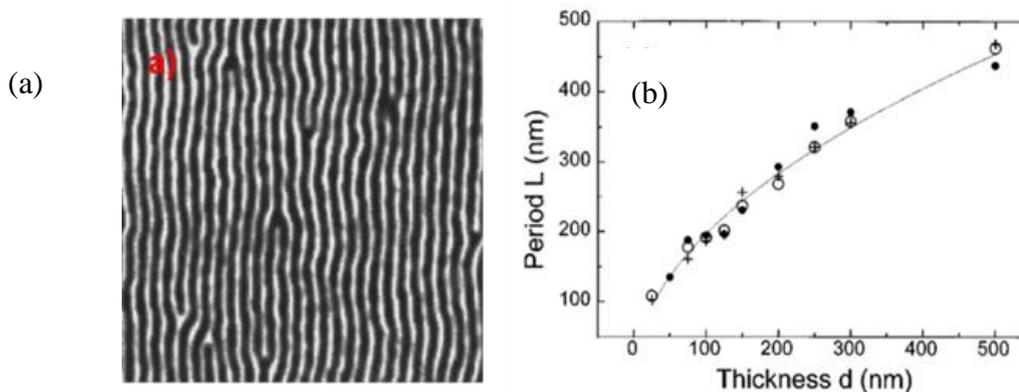


Figure I-4. (a) Structure strong stripes obtenue dans une couche unique de Co à anisotropie perpendiculaire (b) Variation de la période des domaines avec l'épaisseur de la couche. Tirées de [9].

Initialement, la spectroscopie de diffusion de la lumière de Brillouin (BLS) et des méthodes électriques telles que la spectroscopie d'onde de spin à propagation inductive (PSWS) [11] étaient prévues pour accéder à la relation de dispersion des différents modes de SW. Très vite nous avons dû nous reporter sur le STXM pour essayer de visualiser la propagation des ondes de spin car l'accès aux mesures BLS faisait défaut. Cela a eu de lourdes conséquences sur les développements technologiques puisque les dispositifs ont dû être réalisés sur membranes transparentes aux rayons X.

2. Etat des études sur le sujet

En 2015, le domaine était vierge. Suite aux prédictions de Garcia-Sanchez et ses collaborateurs [5], différents groupes se sont lancés dans l'aventure. De manière surprenante, c'est dans les films à aimantation planaire que la première démonstration de guidage d'onde de spin a été faite. Suite à la discussion autour de la Figure I-3, cela peut s'expliquer par la difficulté de l'obtention de faibles *damping* dans les matériaux à aimantation perpendiculaire. La difficulté rencontrée dans les matériaux à aimantation planaire est la stabilisation des parois, droites et à une localisation spatiale définie (en dessous de l'antenne excitatrice).

La première démonstration de guidage d'ondes de spin dans les parois a été faite par K. Wagner et collaborateurs en 2016 [12]. De manière élégante, K. Wagner et collaborateurs utilisent la structure de Landau stabilisée dans une couche de $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ de 40 nm d'épaisseur ayant été microstructurée. Une image obtenue en microscopie électronique à balayage est reportée Figure I-5. L'utilisation d'une forme rectangulaire de largeur 5 μm d'un côté et 10 μm de l'autre côté permet la stabilisation d'une paroi Néel à 180° le long de la nanostructure. Pour obtenir cet état rémanent de manière reproductible, un champ magnétique oscillant et décroissant est appliqué le long du petit axe du rectangle. La distribution bidimensionnelle de l'intensité des ondes de spin a été mesurée par Brillouin Light Scattering (BLS). On voit apparaître une onde de spin se propageant le long du nanocanal formé par la paroi de domaines et cela sur une distance d'environ 3 μm . Cette première mesure valide la prédiction théorique de Garcia-Sanchez et ses collaborateurs et cela même pour des configurations micromagnétiques à aimantation planaire.

D'autres démonstrations ont été faites par E. Albisetti et collaborateurs [13] ou V. Sluka et collaborateurs [14] en 2018 et 2019 toujours dans des systèmes à aimantation planaire. Dans le

cas du travail de E. Albisetti et collaborateurs [13], une bicouche ferromagnétique/antiferromagnétique $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ (20 nm)/ $\text{Ir}_{22}\text{Mn}_{78}$ (10 nm) est chauffée localement à l'aide d'une pointe sous champ magnétique pour imprimer localement un champ de biais dans une direction, dans un sens ou dans le sens opposé. Ainsi, en champ nul, la couche ferromagnétique aura son aimantation locale soit dans un sens, soit dans l'autre, définissant ainsi la position d'une paroi de domaines (voir Figure I-6). A l'aide du STXM dynamique, il a alors été possible de montrer la propagation d'ondes de spin dans la paroi, que cette paroi soit droite ou incurvée (Figure I-7).

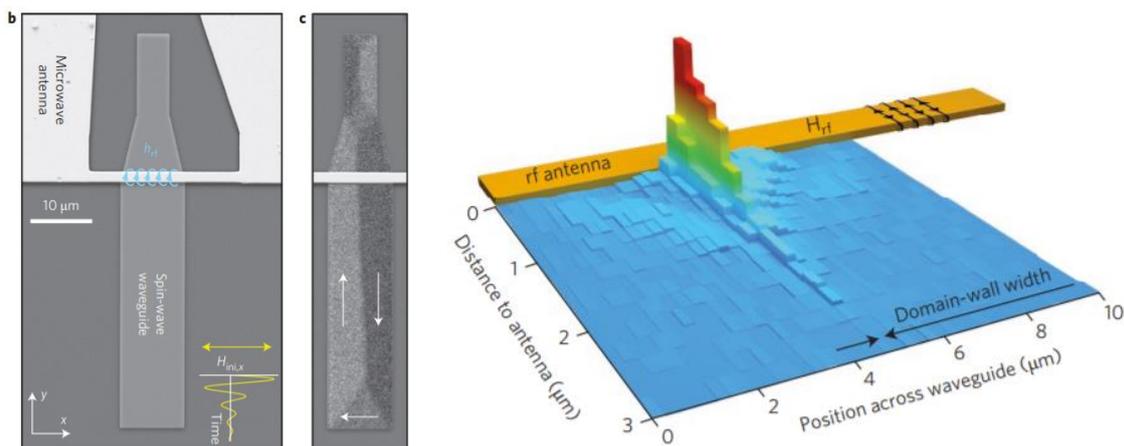


Figure I-5. A gauche, b) une image MEB de la structure en NiFe étudiée et de l'antenne micro-ondes pour l'excitation externe de la dynamique de spin. Encadré (en bas à droite) : balayage du champ magnétique utilisé pour initialiser la configuration des domaines ; c) Le contraste noir-blanc de l'image de microscopie Kerr confirme la formation d'une structure en domaines de type Landau. A droite, distribution bidimensionnelle de l'intensité des ondes de spin mesurée par BLS et se propageant le long du nanocanal formé par la paroi de domaines au centre du guide d'onde. Tirées de [12].

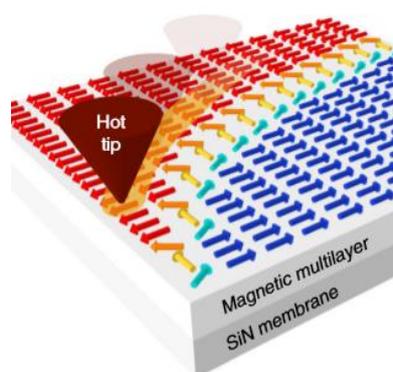


Figure I-6. Texture de spin à l'échelle nanométrique imprimée par l'intermédiaire d'un chauffage local d'une bicouche ferromagnétique/antiferromagnétique sous champ magnétique. Tirée de [13].

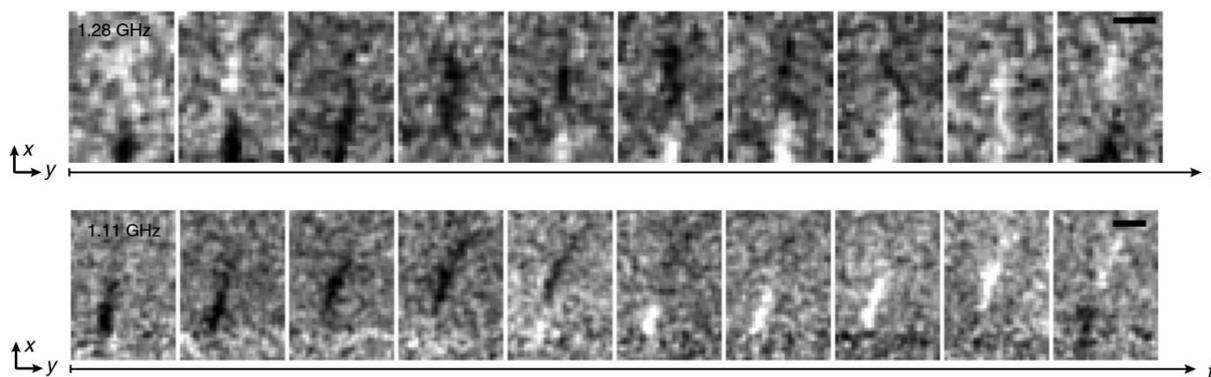


Figure I-7. Images de microscopie à rayons X à transmission par balayage à résolution temporelle normalisée (STXM) montrant la propagation d'ondes de spin localisée le long d'une paroi de Néel à 180° droite (ligne du haut) et d'une paroi de Néel à 180° parabolique (ligne du bas), respectivement. La fréquence du courant d'excitation était de 1,28GHz (1,11GHz) pour la paroi droite (courbe). Tirées de [13].

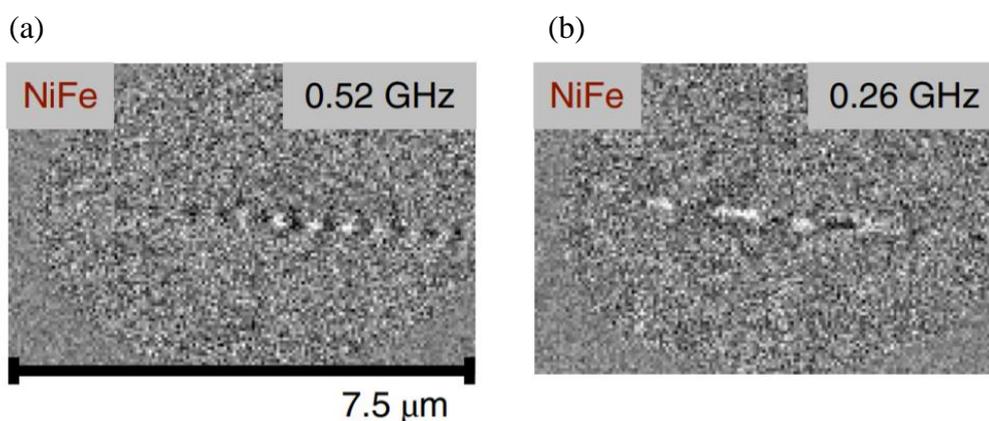


Figure I-8. Ondes de spin dans une paroi de domaines dans une couche de NiFe excitée à (a) 0,52 et (b) 0,26 GHz. Tirées de [14].

Dans le cas du travail de V. Sluka et collaborateurs [14], c'est une spinvalve qui est utilisée et nanostructurée sous forme de plot. Là encore, à l'aide du STXM, il a été possible de montrer la propagation d'ondes de spin dans la paroi (Figure I-8).

Il a fallu attendre 2019 pour avoir la première démonstration dans un système à aimantation perpendiculaire. C. Liu et collaborateurs ont étudié les ondes de spin dans une structure de bandes périodiques de 100 nm de large dans des couches minces de $\text{La}_{0,67}\text{Sr}_{0,33}\text{MnO}_3$ [15]. La structure en bandes est identique à celle que nous avons proposé d'utiliser au début de la thèse ainsi que le concept de dispositif logique reprogrammable. En plus des modes basse fréquence ordinaires, un mode haute fréquence autour de 10 GHz est observé et se propage le long des bandes avec une dispersion des ondes de spin différente du mode basse fréquence. Sur la base d'un modèle théorique qui prend en compte deux domaines couplés d'orientation opposée, ce mode haute fréquence est considéré comme un mode d'onde de spin antiferromagnétique. Les ondes de spin présentent des vitesses de groupe de $2,6 \text{ km s}^{-1}$ et se propagent même en champ nul. De plus, une impulsion de courant électrique d'une densité de seulement 105 A cm^{-2} peut modifier de manière contrôlable l'orientation des domaines et passer d'une configuration de bandes perpendiculaires aux antennes à une configuration de bandes parallèles aux antennes.

Il est clairement démontré que si les bandes sont perpendiculaires aux antennes, un signal est transmis alors que si elles sont parallèles aux antennes, aucun signal n'est transmis. Si la démonstration est faite qu'une porte logique est réalisée, il n'est pas prouvé (l'imagerie n'a pas été faite) que les ondes de spin sont canalisées dans les parois. Cette question est toujours encore ouverte.

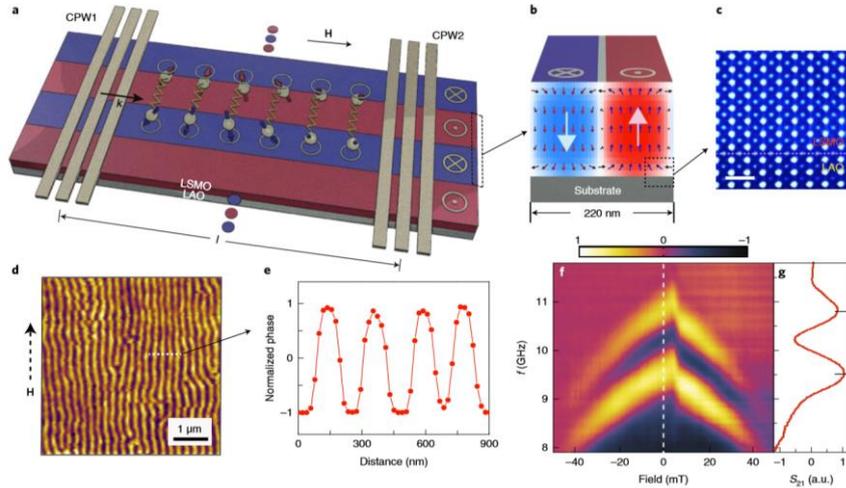


Figure I-9. Structures en domaines sous forme de bandes et spectres d'ondes de spin mesurés par un VNA. a) Croquis d'un film mince de LSMO avec des domaines up (rouge) et down (bleu). Les antennes sont intégrées sur le dessus pour exciter et détecter les ondes de spin. Le vecteur d'onde de spin k est parallèle aux bandes des domaines. b) Textures magnétiques dans la section transversale de la paroi du domaine provenant de simulations micromagnétiques. c) Une image de microscopie électronique en transmission en champ sombre du LSMO déposée sur le substrat du LAO (Barre d'échelle, 1 nm). d) Image MFM de la structure en domaines en champ nul. e) Section de la structure en domaines qui donne une largeur de domaine de 90 nm et une largeur de la paroi de domaines de 20 nm. f) Spectres de transmission codés en couleur S_{21} mesurés comme la partie imaginaire de l'AVN sur le dispositif montré en a). g) Un spectre d'onde de spin unique extrait à champ magnétique nul. Tirées de [15].

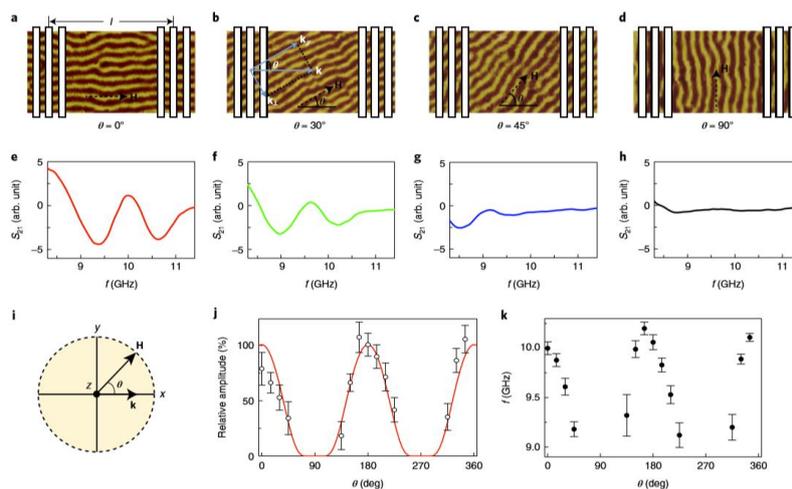


Figure I-10. Contrôle de la propagation des ondes de spin par rotation de la structure en domaines sous forme de bandes. a-d, imagerie MFM d'un film LSMO avec différentes orientations des bandes 0° (a), 30° (b), 45° (c) et 90° (d). e-h, Spectres de transmission des ondes de spin S_{21} à champ magnétique nul avec $\theta = 0^\circ$ (e), 30° (f), 45° (g) et 90° (h). θ est défini comme l'angle entre le vecteur d'onde \vec{k} et le champ magnétique externe utilisé pour aligner les bandes de domaine. (j), Amplitude de transmission de l'onde de spin en fonction de θ . (k), Fréquence de l'onde de spin f en fonction de θ . Les barres d'erreur sont basées sur l'incertitude de la détermination de la fréquence. Tirées de [15].

3. Travaux réalisés dans le cadre de ma thèse

Mon travail de thèse est rapporté dans les 6 chapitres qui suivent.

Dans le *chapitre II*, j'ai rassemblé les concepts de base du magnétisme, les différents termes d'énergies qui régissent la réponse d'un matériau magnétique et notamment la structure en domaines magnétiques. En fonction de l'épaisseur du film magnétique, des structures en domaines de type *Weak Stripes* ou *Strong Stripes* peuvent se développer. J'ai rassemblé dans le chapitre les travaux théoriques et expérimentaux qui constituent l'état de l'art dans ce domaine. Nous utiliserons ces travaux pour expliquer nos résultats mais également pour en montrer les limites.

Dans le *chapitre III*, j'ai rassemblé la description des techniques expérimentales que j'ai pu utiliser et apprendre à utiliser durant mon travail de thèse. Elles portent sur l'ensemble de la chaîne de fabrication d'un échantillon, du dépôt de film mince jusqu'aux mesures magnétiques macroscopiques et nanoscopiques (imagerie) en passant par la nanofabrication en salle blanche. J'ai ainsi pu durant ces 3 années de thèse me former à une palette de techniques expérimentales conséquente qui me sera bien utile dans mes futurs travaux de recherche.

Le *chapitre IV* est entièrement dédié à l'étude des propriétés de l'alliage $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$. Dans ce matériau, les domaines magnétiques s'apparentent à des *Weak Stripes*. Nous avons étudié cette structure en domaines sous toutes ses coutures. Nous montrons qu'elles sont facilement orientables, ce qui permettra de facilement ouvrir ou fermer le canal de transmission des ondes de spin. Nous montrons qu'un faible coefficient d'amortissement peut être obtenu ce qui permet de propager les ondes de spin sur de longue distance. Nous avons étudié les propriétés structurales de couche d'épaisseur variant entre 100 et 300 nm, leurs propriétés magnétiques macroscopiques mais également microscopiques. Nous avons déterminé l'angle de l'aimantation dans les bandes et montré pour la première fois la configuration de surface de ces *Weak Stripes*.

Le *chapitre V* est entièrement dédié à l'étude des propriétés de multicouche $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$. Dans ce matériau, les domaines magnétiques s'apparentent à des *Strong Stripes*. Elles ressemblent fortement à celles observées dans les couches de Co épitaxiées même si certains comportements diffèrent (notamment lors de l'application d'un champ dans le plan). Il est également possible de les orienter, ce qui permettra de facilement ouvrir ou fermer le canal de transmission des ondes de spin. Un faible coefficient d'amortissement a pu être obtenu, supérieur à celui du CoFeB mais parmi les plus petits pour des systèmes à aimantation perpendiculaire. Nous avons étudié les propriétés structurales de couche d'épaisseur variant entre 10 et 200 nm, leurs propriétés magnétiques macroscopiques mais également microscopiques.

Le *chapitre VI* est dédié aux mesures d'imagerie dynamique avec le développement d'un procédé technologique de salle blanche qui m'a permis de fabriquer des antennes pour la génération des ondes de spin dans ces structures en domaines. De surcroît, pour me permettre l'observation à l'aide du STXM, ce développement a été fait sur membrane qui permet la

transmission des rayons X. Nous avons pu réaliser un modèle électrique de ces antennes et valider leur fonctionnement. Des premières mesures de STXM ont été faites mais n'ont pas permis pour le moment de démontrer la propagation d'une onde de spin. Le manque de temps et surtout d'accès au rayonnement synchrotron (à cause de la pandémie de COVID) ne m'a pas permis de conclure sur ce sujet.

Le *chapitre VII* donne quelques pistes pour des travaux futurs notamment la propagation unidirectionnelle d'ondes de spin dans des structures de type *Strong Stripes*.

II. Les Domaines magnétiques dans les films minces à aimantation perpendiculaire

Introduction

Avant de rentrer dans le détail des formules rencontrées dans ce chapitre, nous procéderons à la définition de quelques quantités qui seront utilisées tout au long de ce chapitre et de cette thèse.

On définit le vecteur « aimantation » par le vecteur $\vec{M}(\vec{r})$ qui est égal au moment magnétique par unité de volume

$$\vec{M}(\vec{r}) = \frac{d\vec{\mu}_{mag}(\vec{r})}{dV} \quad (\text{Eq II-1})$$

Où $\vec{\mu}_{mag}(\vec{r})$ est le moment magnétique existant dans l'élément de volume dV à la position \vec{r} .

On définit le scalaire « aimantation à saturation » par la quantité M_S qui est égale à la norme du vecteur $\vec{M}(\vec{r})$ lorsque ce dernier est saturé, c'est-à-dire que tous les moments magnétiques atomiques sont orientés dans la même direction et le même sens dans le volume dV . C'est une caractéristique de tout matériau magnétique, indépendamment de sa forme, ou de son anisotropie.

On définit le vecteur unitaire qui sous-tend le vecteur « aimantation » par :

$$\vec{m}(\vec{r}) = \frac{\vec{M}(\vec{r})}{M_S} \quad (\text{Eq II-2})$$

Dans un référentiel cartésien, on aura donc : $\vec{M}(\vec{r}) = (M_x(\vec{r}), M_y(\vec{r}), M_z(\vec{r}))$ et $\vec{m}(\vec{r}) = (m_x(\vec{r}) = \frac{M_x(\vec{r})}{M_S}, m_y(\vec{r}) = \frac{M_y(\vec{r})}{M_S}, m_z(\vec{r}) = \frac{M_z(\vec{r})}{M_S})$.

L'utilisation du terme d'aimantation perpendiculaire (où hors du plan) dans ce manuscrit revient à dire que l'aimantation est dirigée selon l'axe \vec{z} , qui est lui-même défini comme l'axe suivant la normal \vec{n} à la surface de l'échantillon comme montré dans la [Figure II-1](#). Dans la suite, t sera défini comme l'épaisseur du film magnétique.

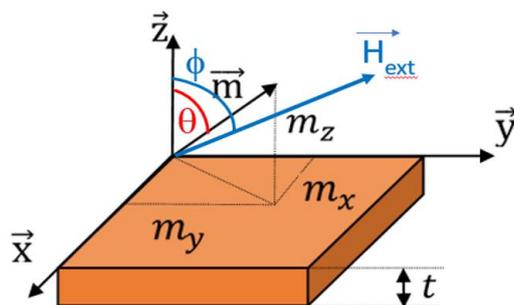


Figure II-1. Système de coordonnées utilisé durant cette thèse.

Dans les paragraphes qui suivent, on donnera les différents termes d'énergies qui régissent le comportement magnétique d'un film mince ou d'une nanostructure magnétique. Nous donnerons les expressions des énergies et, à chaque fois, leurs contributions au développement de domaines magnétiques. Etant donné que dans le cadre de la thèse, nous nous sommes intéressés aux domaines magnétiques de type *Weak Stripes* (abrégé WS) et *Strong Stripes* (abrégé SS), nous exposerons les termes d'énergie dans le cadre de la présence d'un axe d'anisotropie perpendiculaire, d'ordre 2. Ainsi, nous utiliserons les angles θ et ϕ que font $\vec{M}(\vec{r})$ et champ magnétique extérieur $\vec{H}_{ext}(\vec{r})$ par rapport à l'axe \vec{z} (voir Figure II-1).

Plus d'informations pourront être trouvés dans le livre rédigé en français par Etienne du Tremolet de Lacheisserie « Magnétisme I – fondements » [16], où celui écrit en anglais par B. D. Cullity et C. D. Graham « Introduction to magnetic materials » [17], ou bien S. Chikazumi dans « Physics of ferromagnetism » [18]. En ce qui concerne les domaines magnétiques de façon général, le livre « Magnetic domains » de A. Hubert et R. Schäfer est extrêmement détaillé et très complet [6]. Une grande partie de ce chapitre est tiré de ces différents ouvrages.

1. L'énergie totale d'un film magnétique

1.1. Energie d'échange

Inhérent à l'existence d'un ordre magnétique, ce terme d'énergie provient des interactions coulombiennes entre électrons associées au principe d'exclusion de Pauli. L'expression de l'énergie d'échange entre 2 spins premiers voisins est donnée par

$$E_{Ech}^{i,j} = -J_{(\vec{r}_i - \vec{r}_j)} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (\text{Eq II-3})$$

où J est l'intégrale d'échange, qui favorise un ordre ferromagnétique quand $J > 0$ et un ordre antiferromagnétique quand $J < 0$. Ce dernier est fonction de la distance entre les deux spins \vec{S}_i et \vec{S}_j . Dans le cas d'un matériau ferromagnétique, on comprend de l'expression (Eq II-3) que tout désalignement de la position parallèle entre deux spins premiers voisins coute en énergie et donc qu'un état uniformément aimanté est favorisé.

Pour avoir l'énergie d'échange totale, il faut sommer toutes les énergies entre premiers voisins et prendre garde à ne pas compter des énergies deux fois. Il vient :

$$E_{Ech} = \sum_{i,j} E_{Ech}^{i,j} \quad (\text{Eq II-4})$$

Lorsqu'on tient compte d'une variation continue de l'aimantation, et non pas à des spins discrets, l'équation (Eq II-4) devient [6] :

$$E_{Ech} = \frac{A_{Ech}}{M_S^2} \int_V (\vec{\nabla} \cdot \vec{M}(\vec{r}))^2 dV \quad (\text{Eq II-5})$$

Avec A_{Ech} est appelée la constante d'échange et s'exprime en [J/m].

1.2. Energie d'anisotropie

Ce terme d'énergie traduit le fait que l'aimantation s'oriente selon certaines directions préférentielles en champ appliqué nul. Dans le cas de la présence d'un axe d'ordre 2, orienté dans la direction \vec{z} (voir Figure II-1), l'expression générale est donnée par :

$$E_{Ani} = K_{Perp} V \sin^2 \theta \quad (\text{Eq II-6})$$

Pour $K_{Perp} > 0$, cette énergie est minimale lorsque $\vec{M}(\vec{r})$ est selon \vec{z} , dans un sens ou l'autre. Plusieurs contributions à ce terme d'énergie existent avec notamment des contributions d'origine volumique et d'autres d'origine surfacique. Ces dernières ne contribuent significativement que lorsque l'épaisseur de la couche magnétique est petite. On peut alors écrire $K_{Perp} = K_V + \frac{K_S}{t}$. K_{Perp} s'exprime en [J/m³], K_V rassemble toutes les anisotropies d'origine volumique et s'exprime en [J/m³], K_S rassemble toutes les anisotropies d'origine surfacique et s'exprime en [J/m²].

- Contributions de volume

L'*anisotropie magnétocristalline (MC)* résulte de l'interaction des moments magnétiques avec le champ cristallin. Cette anisotropie est donc dépendante de l'arrangement cristallographique

des atomes dans la couche magnétique (cubique, hexagonale ...etc.). Pour un matériau possédant une symétrie uniaxiale selon \vec{z} , l'expression de l'anisotropie magnétocristalline s'écrit au premier ordre

$$E_V^{MC} = K_V^{MC} V \sin^2 \theta \quad (\text{Eq II-7})$$

Avec K_V^{MC} la constante d'anisotropie uniaxiale du premier ordre en $[\text{J}/\text{m}^3]$, θ l'angle entre la direction de l'aimantation et l'axe \vec{z} .

Ainsi, si $K_V^{MC} > 0$, l'axe de facile de l'aimantation est selon \vec{z} ; si $K_V^{MC} < 0$, cela indique que le plan de facile aimantation est le plan (\vec{x}, \vec{y}) .

L'**anisotropie magnétoélastique de volume** provient des contraintes pouvant exister au sein d'un matériau. Ces contraintes peuvent par exemple être dues aux différences de paramètre de maille entre des couches. L'expression prend la forme [19] :

$$E_V^{ME} = K_V^{ME} V \sin^2 \theta \quad (\text{Eq II-8})$$

avec $K_V^{ME} = \left(\frac{3}{2}\right) \lambda_s \sigma$ dans le cas d'un matériau isotrope, exprimée en $[\text{J}/\text{m}^3]$, λ_s est le coefficient de magnétostriction à saturation, σ l'amplitude de la contrainte, θ l'angle entre la direction de l'aimantation et la direction de la contrainte.

- Contributions de surface et d'interface

L'**anisotropie magnétoélastique de surface** provient des dislocations qui peuvent se créer à l'interface entre 2 couches de paramètres de maille différents après la relaxation plastique. Elle prend la forme

$$E_S^{ME} = \frac{K_S^{ME,1} + K_S^{ME,2}}{t} V \sin^2 \theta \quad (\text{Eq II-9})$$

avec $K_S^{ME,1}$ et $K_S^{ME,2}$ les constantes d'anisotropie magnétoélastiques aux deux interfaces de la couche magnétique en $[\text{J}/\text{m}^2]$, θ l'angle entre la direction de l'aimantation et la direction de la contrainte.

L'**anisotropie de surface ou d'interface** provient de la brisure de symétrie à l'interface entre 2 matériaux. Elle prend la forme de :

$$E_S^{int} = \frac{K_S^{int,1} + K_S^{int,2}}{t} V \sin^2 \theta \quad (\text{Eq II-10})$$

avec $K_S^{int,1}$ et $K_S^{int,2}$ les constantes d'anisotropie d'interface aux deux interfaces (ou de surface) de la couche magnétique en $[\text{J}/\text{m}^2]$, θ l'angle entre l'aimantation et la normale aux interfaces.

Ces deux derniers termes sont d'importance dans l'apparition d'une forte anisotropie perpendiculaire dans les multicouches $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$ comme nous le verrons au chapitre V.

- Bilan

Finalement, l'expression de l'énergie d'anisotropie peut donc se réécrire simplement comme ceci :

$$E_{Ani} = \left(K_V^{MC} + K_V^{ME} + \frac{K_S^{ME,1} + K_S^{ME,2}}{t} + \frac{K_S^{Int,1} + K_S^{Int,2}}{t} \right) V \sin^2 \theta \quad (\text{Eq II-11})$$

Dans la suite, le terme $\left(K_V^{MC} + K_V^{ME} + \frac{K_S^{ME,1} + K_S^{ME,2}}{t} + \frac{K_S^{Int,1} + K_S^{Int,2}}{t} \right)$ sera remplacé par K_{Perp} qui est défini comme la somme de toutes les contributions à l'anisotropie perpendiculaire. Selon le système étudié, il y aura des contributions majoritaires de volume ou de surface/interface.

L'expression finale de l'énergie d'anisotropie, dans le cas de la présence d'un axe d'ordre 2, orienté dans la direction \vec{z} (voir Figure II-1) est donnée par :

$$E_{Ani} = K_{Perp} V \sin^2 \theta \quad (\text{Eq II-12})$$

1.3. Energie de parois

Comme nous venons de le voir, en présence d'un axe d'anisotropie d'ordre 2, l'aimantation se trouve dans un minimum d'énergie d'anisotropie lorsque $\theta = 0^\circ$ et $\theta = 180^\circ$. Si certaines zones d'aimantation à $\theta = 0^\circ$ se trouvent en contact avec des zones d'aimantation à $\theta = 180^\circ$, il doit y avoir une zone de transition entre $\theta = 0^\circ$ et $\theta = 180^\circ$. Cette zone s'appelle une **paroi de domaines**. L'aimantation à l'intérieur de cette paroi varie graduellement. Si l'aimantation tourne parallèlement au plan de la paroi, la paroi est dite de type *Bloch* (Figure II-2-a). Si l'aimantation tourne perpendiculairement au plan de la paroi, la paroi est dite de type *Néel* (Figure II-2-b). L'une et l'autre peuvent être rencontrées dans les films minces selon les termes d'énergie en présence.

L'extension d'une paroi de domaine est finie. Dans le cas d'une paroi de Bloch, une paroi trop étendue coûte extrêmement chère en énergie d'anisotropie alors qu'une paroi trop étroite coûte extrêmement chère en énergie d'échange. Un calcul rigoureux qui peut être trouvé dans [6] montre que l'extension de la paroi est donnée par :

$$\Delta_{Paroi} = \pi \sqrt{\frac{A_{Ech}}{K_{Perp}}} \quad (\text{Eq II-13})$$

Pour cette extension spatiale, l'énergie de la paroi par unité de surface est donnée par :

$$\sigma_{paroi} = 4\sqrt{A_{Ech} K_{Perp}} \quad (\text{Eq II-14})$$

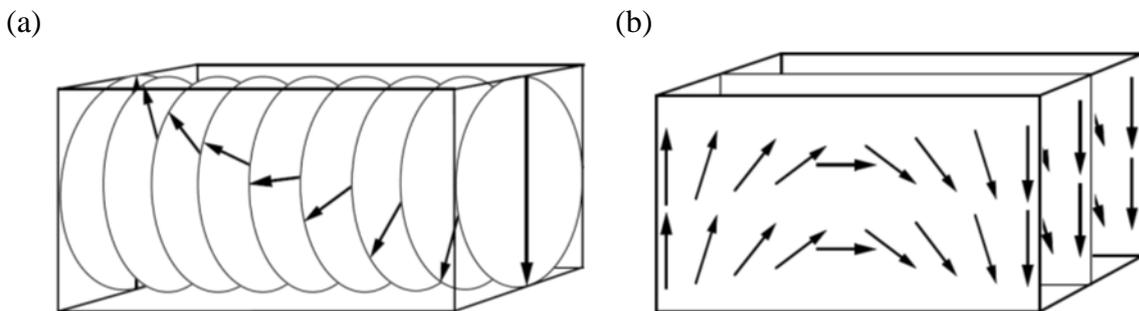


Figure II-2. Rotation de l'aimantation à l'intérieur d'une paroi (a) de type Bloch (b) et de type Néel. Tirée de [6].

1.4. Energie Zeeman

Le terme d'énergie Zeeman est le terme d'énergie de l'interaction entre un champ magnétique extérieur et un moment magnétique. Si l'on considère un échantillon de volume V , possédant une aimantation $\vec{M}(\vec{r})$ soumise à un champ magnétique extérieur $\vec{H}_{ext}(\vec{r})$, l'énergie Zeeman s'écrit

$$E_{Zee} = -\mu_0 \int_V \vec{M}(\vec{r}) \cdot \vec{H}_{ext}(\vec{r}) dV \quad (\text{Eq II-15})$$

Qui devient :

$$E_{Zee} = -\mu_0 M_s H_{ext} V \cos(\theta - \phi) \quad (\text{Eq II-16})$$

si l'aimantation est uniforme.

Avec $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ [H/m] la perméabilité du vide, H_{ext} en [A/m], M_s l'aimantation à saturation en [A/m], V en [m³]. En conséquence, E_{Zee} est donnée en [J]. θ est l'angle entre l'aimantation et l'axe \vec{z} , ϕ est l'angle entre le champ externe et l'axe \vec{z} .

On constate que l'énergie Zeeman est minimale quand l'aimantation de tout l'échantillon est dirigée dans la direction et le sens du champ magnétique. Ainsi, si l'amplitude du champ magnétique extérieur est forte, ce terme d'énergie est minimum quand une configuration uniforme de l'aimantation est stabilisée (disparition de la configuration en domaines vers le monodomaine).

1.5. Energie dipolaire – Energie de champ démagnétisant

Un moment magnétique local $\vec{\mu}_{mag}(\vec{r})$ rayonne un champ dipolaire $\vec{H}_{Dip}(\vec{r})$. Chaque moment magnétique est donc soumis au champ magnétique rayonné par tous les autres. Cela donne lieu un terme d'énergie appelé énergie dipolaire. Au sein du matériau magnétique, le champ dipolaire est opposé à la direction de l'aimantation locale et est donc appelé champ désaimantant ou démagnétisant. L'expression de l'énergie de champ démagnétisant est donnée par la même expression que (Eq II-15) où $\vec{H}_{ext}(\vec{r})$ est remplacé par le champ démagnétisant $\vec{H}_{Démag}(\vec{r})$ et l'ensemble est multiplié par un facteur $\frac{1}{2}$ car sinon l'énergie d'interaction est comptée deux fois. Il vient alors :

$$E_{Dip} = -\frac{\mu_0}{2} \int_V \vec{M}(\vec{r}) \cdot \vec{H}_{Démag}(\vec{r}) dV \quad (\text{Eq II-17})$$

L'expression du champ démagnétisant est donnée par $\vec{H}_{Démag}(\vec{r}) = -\vec{N} \cdot \vec{M}(\vec{r})$ où \vec{N} est un tenseur, appelé tenseur de champ démagnétisant. En général, le calcul du champ démagnétisant est compliqué excepté pour les ellipsoïdes contenant une aimantation uniforme. Dans ce cas, seuls les termes diagonaux sont non nuls et tels que $N_{xx} + N_{yy} + N_{zz} = 1$.

Dans le cas d'une couche mince orientée perpendiculairement à l'axe \vec{z} , dont l'épaisseur du matériau magnétique est petite par rapport à ses dimensions latérales, les coefficients de champ démagnétisant sont nuls, sauf $N_{zz} = 1$. En conséquence, l'expression de l'énergie de champ démagnétisant s'écrit :

$$E_{Dip} = \frac{\mu_0 V}{2} \vec{M} \cdot (\vec{M} \cdot \vec{N}) = \frac{\mu_0}{2} M_S^2 V (\cos \theta)^2 \quad (\text{Eq II-18})$$

Où θ est l'angle entre l'aimantation et l'axe \vec{z} . Comme nous allons le voir plus loin, le terme $\left(\frac{\mu_0}{2} M_S^2\right)$ est associé à une constante d'anisotropie démagnétisante $K_{Démag}$. On reviendra plus tard sur l'importance de cette dernière.

On voit tout de suite à partir de (Eq II-18) que le minimum d'énergie est obtenu lorsque l'aimantation est dans le plan de la couche.

En toute généralité, $\vec{H}_{Démag}$ est calculé à partir des densités de courant d'aimantation de surface, \vec{J}_{as} , et de volume \vec{J}_{av} , eux même égaux à $\vec{J}_{as} = \vec{M} \times \vec{n}$ et $\vec{J}_{av} = \vec{\nabla} \times \vec{M}$ [20]. Lorsque les densités de courant libres sont nulles, l'une des équations de Maxwell donne $\vec{\nabla} \times \vec{H} = \vec{0}$, ce que montre que le champ magnétique \vec{H} dérive d'un potentiel scalaire V , $\vec{H} = \vec{\nabla} V$, tout comme le champ électrique. $\vec{H}_{Démag}$ pourra alors être calculé en prenant les équations de l'électrostatique et en tenant compte des charges magnétiques de surface, $\sigma_m = \vec{M} \cdot \vec{n}$ (\vec{n} est la normale à la surface, orientée vers l'extérieur du matériau magnétique) et des charges magnétiques de volume, $\rho_m = -\vec{\nabla} \cdot \vec{M}$. On retrouve alors le même résultat évoqué plus haut : dans un film mince uniformément aimanté (donc $\rho_m = 0$), le minimum de E_{Dip} s'obtient lorsque $\sigma_m = \vec{M} \cdot \vec{n} = 0$ c'est-à-dire l'aimantation est dans le plan de la couche.

Cette description en termes de charges magnétiques de surface et de volume est très utilisée pour comprendre facilement l'évolution de E_{Dip} en fonction des configurations, $\sigma_m = \vec{M} \cdot \vec{n}$ et $\rho_m = -\vec{\nabla} \cdot \vec{M}$ étant plus simples à évaluer que $\vec{J}_{as} = \vec{M} \times \vec{n}$ et $\vec{J}_{av} = \vec{\nabla} \times \vec{M}$. Dans la suite, c'est donc ce que nous utiliserons.

2. Configuration magnétique en fonction de l'épaisseur

Comme nous venons de le voir dans les paragraphes précédents, l'énergie totale d'un film magnétique homogène en champ nul s'écrit :

$$\begin{aligned} E &= \left(K_{Perp} - \frac{\mu_0}{2} M_S^2 \right) V \sin^2 \theta \\ &= \left(K_V^{MC} + K_V^{ME} + \frac{K_S^{ME,1} + K_S^{ME,2}}{t} + \frac{K_S^{Int,1} + K_S^{Int,2}}{t} - \frac{\mu_0}{2} M_S^2 \right) V \sin^2 \theta \end{aligned} \quad (\text{Eq II-19})$$

Lorsque l'épaisseur t d'un film magnétique est très petite, en fonction des valeurs de $K_S^{ME,i}$ et $K_S^{Int,i}$, la situation où $K_{Perp} > \frac{\mu_0}{2} M_S^2$ peut être rencontrée. Dans ce cas, l'énergie totale est minimale lorsque $\theta=0^\circ$ (180°) : l'aimantation est perpendiculaire (Figure II-3-a). C'est ce qui a été observé dans des systèmes Co/Au(111) [21], Fe/Cu [22], CoFeB/Pd [23], CoFeB/MgO [24] ayant une épaisseur de quelques plans atomiques (à partir de 1.5 pour le cas du Fe/Cu). Cette configuration est stabilisée jusqu'à une épaisseur t égale à 1-2 nm (5.7 monocouches dans le cas du Fe/Cu). Au-delà de cette dernière, l'aimantation se réoriente dans le plan de la couche.

En effet la décroissance en $1/t$ des termes de surface et d'interface fait que K_{Perp} devient inférieure à $\frac{\mu_0}{2} M_S^2$: l'aimantation passe dans le plan (Figure II-3-b). On pourrait penser que l'histoire se termine là.

Cependant, en augmentant encore l'épaisseur de la couche magnétique, cette dernière explore la possibilité de stabiliser des configurations magnétiques dans lesquelles l'aimantation n'est plus uniforme : des structures en domaines apparaissent (Figure II-3-c, Figure II-3-d). Dans la fonctionnelle énergie totale E , une contribution énergétique de paroi apparaît, égale à $\sigma_{paroi} S$ où S est la surface totale des parois. Ces parois permettent de générer une alternance d'aimantation perpendiculaire qui permet de diminuer le coefficient de champ démagnétisant N_{zz} passant de 1 à une valeur plus petite, égale à N_{\perp} , dépendante de la période des domaines formés. On comprend très bien cette situation à partir de la répartition des charges. En considérant l'existence parois de Bloch qui possèdent $\rho_m = 0$, on passe d'une situation monodomaine où sur l'une des faces de la couche $\sigma_m = M_S$ et sur l'autre $\sigma_m = -M_S$ à une situation où sur chaque face existe une alternance de $\sigma_m = M_z$ et $\sigma_m = -M_z$ ce qui diminue grandement E_{Dip} .

La composante $K_{Perp} - \frac{\mu_0}{2} M_S^2$ de E passe alors d'une valeur négative à une valeur positive égale à $K_{Perp} - \frac{\mu_0}{2} N_{\perp} M_S^2$ et l'axe perpendiculaire redevient un axe de facile aimantation. Dans un premier temps, la composante d'aimantation perpendiculaire est petite et l'aimantation est majoritairement dans le plan : on appelle cette configuration, la configuration *Weak Stripes* (Figure II-3-c). En augmentation encore l'épaisseur de la couche, la composante perpendiculaire se développe et la structure *Strong Stripes* apparaît (Figure II-3-d).

Pour savoir si l'on doit s'attendre à l'apparition d'une phase *Weak ou Strong Stripes*, on se réfère souvent au calcul du **facteur de qualité (Q)**, qui désigne le ratio entre la constante d'anisotropie perpendiculaire et la constante d'énergie dipolaire monodomaine, comme suit :

$$Q = \frac{K_{Perp}}{\frac{\mu_0}{2} M_S^2} \quad (\text{Eq II-20})$$

Lorsque Q est supérieur ou égale à 1, on s'attend à observer une phase *Strong Stripes* ; Lorsque Q est inférieur voir très inférieur à 1, on s'attend à observer une phase *Weak Stripes*.

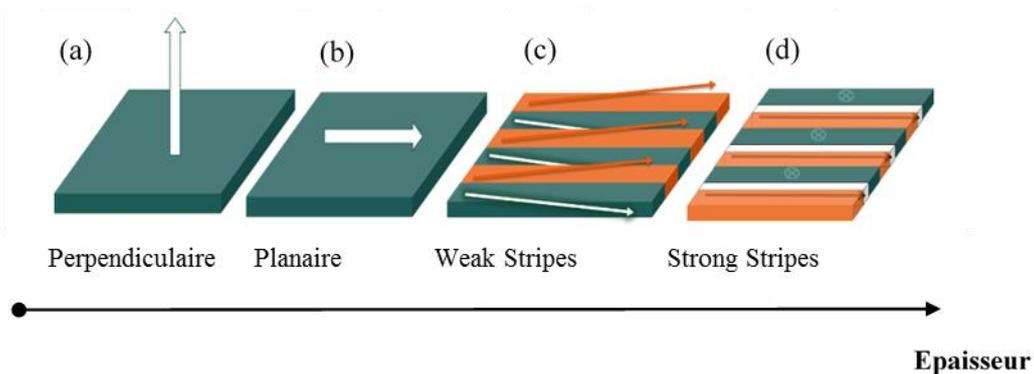


Figure II-3. Illustration des différentes configurations magnétiques en fonction de l'épaisseur. (a) aimantation perpendiculaire, (b) aimantation planaire, (c) configuration en Weak Stripes, (d) configuration en Strong Stripes.

Au cours de mon travail de thèse, et dans le but de construire un système magnétique adapté à la propagation d'ondes de spins guidées dans les parois de domaines magnétiques, nous avons décidé de travailler sur une échelle d'épaisseur qui stabilise ces deux dernières configurations. Dans les paragraphes qui suivent, nous allons détailler l'état de l'art sur les phases *Weak et Strong Stripes*.

3. Les domaines magnétiques à faible anisotropie perpendiculaire, *Weak Stripes*

3.1. Présentation des *Weak Stripes*

On associe le terme de domaines magnétiques en *Weak stripes* à une configuration où l'aimantation est majoritairement dans le plan de la couche, et seule une légère composante perpendiculaire de l'aimantation est présente. Cette composante alterne, oscille entre une valeur positive et négative, d'un domaine à un autre pour diminuer l'énergie de champ démagnétisant (Figure II-3-c). L'élément déclencheur est la réduction de E_{Ani} et E_{Dip} par la réorientation alternée de l'aimantation le long de l'axe de facile aimantation, la géométrie des domaines provient de la compétition entre un terme d'énergie à longue portée, E_{Dip} , et une terme d'énergie à courte portée E_{Ech} .

Ce type de configuration de domaines peut être observé dans des systèmes à anisotropie perpendiculaire modérée avec des facteurs de qualité Q inférieurs voir très inférieurs à 1. En tenant compte de la forte composante dans le plan, dans les domaines, l'aimantation forme un angle avec le plan de la couche, ce dernier variant de quelques degrés à 90° dans la structure *Strong Stripes* que nous évoquerons plus loin.

En terme de compétition, l'énergie dipolaire tend à rapprocher les charges magnétiques et donc à réduire la période des domaines. De l'autre côté, l'échange tente d'éviter une réorientation brusque de l'aimantation d'un domaine à un autre et affiche alors une tendance à augmenter la période du système. Un compromis doit donc être trouvé pour satisfaire ces termes d'énergies et une période d'une valeur donnée est stabilisée pour une épaisseur donnée. Les composantes de l'aimantation hors plan laissent apparaître des charges magnétiques libres en surface. Cette situation, n'étant pas favorable à l'énergie dipolaire, pousse le système à développer des domaines de fermetures en surface pour entre autre réduire son énergie dipolaire mais au prix de l'échange et de l'anisotropie. On verra par la suite que la présence de ces derniers a un effet direct sur la taille des domaines lorsque le compromis énergétique est établi.

Pour compléter cette présentation, il convient de souligner certains points :

- Nous avons évoqué au début de cette section l'oscillation de la composante perpendiculaire de l'aimantation. La forme de cette oscillation est encore débattue dans la communauté. Alors qu'une oscillation sinusoïdale est majoritairement utilisée dans les calculs, un profil en dents de scie a aussi été suggéré dans [25]. On apportera plus loin dans le manuscrit des preuves expérimentales sur ce sujet (Chapitre IV).
- L'angle maximal que fait la composante perpendiculaire de l'aimantation au centre de chaque domaine par rapport au plan de la couche dans les *Weak Stripes* est toujours défini comme étant inférieur à 90° . Cette quantité est rarement étudiée de manière expérimentale. Dans le chapitre IV, une étude approfondie sera faite à l'aide du STXM.
- La détermination et la configuration expérimentale des domaines de fermeture sont elles aussi rarement explorées de manière expérimentale. A l'aide de la comparaison d'une technique de surface (XPEEM) et d'une technique de volume (STXM), cette détermination sera possible.

- Selon les modèles, la période des domaines est proportionnelle à la racine carrée ou la racine un tiers de l'épaisseur. On s'attardera à comparer ces modèles à nos données expérimentales encore une fois dans le chapitre IV dédié aux *Weak Stripes* dans CoFeB.

L'existence d'une configuration de type *Weak Stripes* peut être identifiée en scrutant l'allure du cycle d'aimantation macroscopique. La forme typique de ce dernier est montrée dans la [Figure II-4](#) quand le champ magnétique est appliqué dans le plan de la couche. On trouve que cette forme du cycle est souvent désignée dans la littérature par le terme en anglais *transcritical-shape loop*. La compréhension théorique de ce type de cycle et des domaines magnétiques associés fut traitée par de multiples auteurs. On se restreint ici à citer les travaux pionniers de Saito *et al* [25] et de Murayama [26], [27].

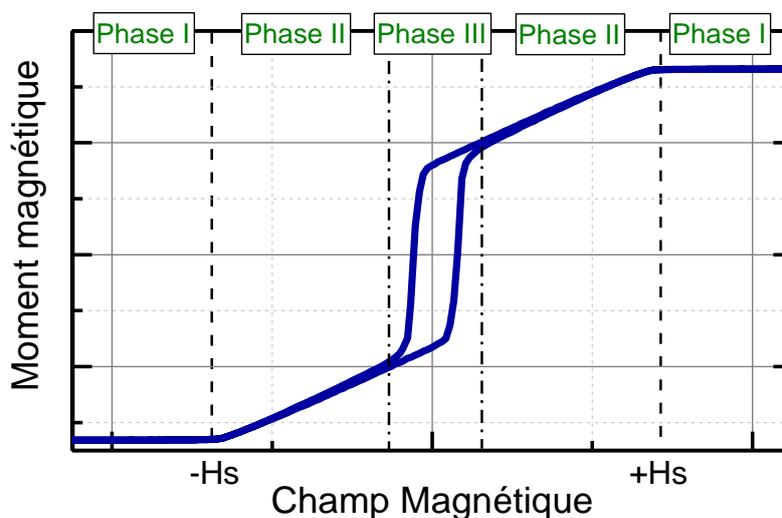


Figure II-4. Cycle d'aimantation typique d'une structure en domaines *Weak Stripes*.

L'analyse du cycle, à partir des configurations micromagnétiques, montre l'existence de trois phases magnétiques qui existent suivant le domaine d'intensité du champ magnétique :

- Phase I : toute l'aimantation est dirigée uniformément dans la direction et le sens du champ magnétique quand ce dernier est supérieur au champ de saturation (terme Zeeman dominant).
- Phase II : la composante planaire de l'aimantation subit une réduction linéaire lorsque le champ appliqué est ramené de la saturation positive (respectivement négative) jusqu'au champ coercitif négatif (respectivement positif). Cette réduction est liée à l'augmentation de la composante perpendiculaire qui se réoriente dans la direction de l'anisotropie magnétique pour réduire l'énergie d'anisotropie magnétique. Plus le champ appliqué est faible, plus cette composante est grande. Cette réorientation s'apparente à de la rotation, comme celle d'un macrospin dans le modèle de Stoner – Wohlfarth lorsque le champ est appliqué perpendiculairement à l'axe d'anisotropie. La structure en domaines se développe sur la considération de minimisation de l'énergie de champ démagnétisant déjà évoqué plus haut.
- Phase III : elle apparaît entre les deux champs coercitifs pour lesquels on observe un renversement « brusque » du signe du moment magnétique mesuré et qui laisse

apparaître une hystérèse. Ce comportement suggère que la composante d'aimantation dans le plan tourne de manière irréversible. L'explication de cette irréversibilité ne peut être entreprise à ce stade du manuscrit, mais nous y reviendrons plus tard en apportant des preuves sur la distribution de l'aimantation dans cette phase, et cela par le biais d'expériences et de simulations micromagnétiques. Une manière simple d'entrevoir la configuration serait de considérer que, comme dans un film aimanté dans le plan, la composante planaire de l'aimantation tourne tout en conservant la structure en bandes. Très peu de travaux expérimentaux rapportent cette configuration car, dans le passé, l'observation des configurations sous champ magnétique était rare car difficile à mettre en œuvre.

Après cette introduction très générale, nous allons par la suite faire un état de l'art des connaissances sur cette structure en domaines particulière. On s'attardera à résumer le contenu de certaines publications pour faire apparaître les données clef nécessaires à notre étude et pour mettre en évidence les points d'ombre qui persistent malgré la littérature foisonnante à leur sujet. Nous donnerons également quelques informations des structures stabilisées dans le matériau choisi pour notre étude à savoir le CoFeB (Chapitre IV).

3.2. Les *Weak Stripes* dans la littérature

Les premières preuves de l'existence des structures *Weak Stripes* ont été données par Cohen *et al* [28] ainsi que par Spain *et al* [29] dans du NiFe par le biais d'imagerie de Bitter au début des années soixante. A l'heure actuelle, elles ont été observées dans une large gamme de matériaux. On peut citer notamment NiFe [30]–[40], NdCo₅ [41]–[43], FePt [23],[24], FeZrN [46], FeCoAlON [47]–[49], FeSiB [29],[30], FeTaC [52], Ni/BaTiO₃ [53], Fe-B/Co-Si-B [54], Fe-N [55], FeGa [56]–[58], Mn₅Ge₃C_{0.7} [59], Co/Gd [60], Co [9]. Pour l'observation de ces structures ou leurs études, on dénombre l'utilisation de multiples techniques de caractérisation, telles que la microscopie électronique à transmission [30], la magnétométrie à échantillon vibrant [32]–[34], [36], [37], [39], [44]–[52], [54], [56], [57], la microscopie de force magnétique [32], [33], [36]–[39], [41], [44]–[52], [54]–[57], [59], la résonance ferromagnétique [33], [34], [36], [37], [39], [40], [49], les techniques synchrotron telles que le TXM [43], PEEM [53], [61], STXM [61], XRMS [62]–[64] ou encore les mesures électriques de magnétorésistance [56], [63], les mesures de spectroscopie Brillouin [39] ou Mössbauer [46].

3.2.1. Conditions d'apparition

Pour les matériaux magnétiques sous forme de film mince possédant une anisotropie perpendiculaire avec un facteur de qualité modéré ou même très faible ($Q \ll 1$), l'apparition d'une configuration magnétique en WS en champ nul est prédite dans le modèle de Murayama [26] et elle intervient dès lors que l'épaisseur du film dépasse l'épaisseur critique

$$t_{cr} = 2\pi \sqrt{\frac{A_{Ech}}{K_{Perp}}} \quad (\text{Eq II-21})$$

Expérimentalement, cette épaisseur critique a été déterminée pour une large palette de matériaux et quelques exemples sont reportés dans le [Tableau II-1](#). D'après les lectures des

publications, l'équation (Eq II-21) donne des valeurs proches de celles observées expérimentalement. Il a d'ailleurs été démontré que la dépendance de cette épaisseur critique est sensible aux conditions de dépôt. Ces observations viennent tout simplement de la dépendance des paramètres intrinsèques du matériau tels que M_s , K_{Perp} , A_{Ech} aux conditions de dépôt (pression de travail, structure cristallographique, température du substrat ..etc). On ne s'attardera pas trop sur ce point, mais des données expérimentales peuvent être consultées par exemple dans [32], [34], [45].

<i>Matériau</i>	<i>Épaisseur critique t_{cr}</i>	<i>Facteur de qualité Q</i>
NiFe [37]	$t_{cr} = 355$ nm	$Q=0.012$
FePt [44], [45]	$t_{cr} = 300$ nm $t_{cr} = [25-78]$ nm	$Q=0.3$ $Q=[0.18-0.32]$
$Mn_5Ge_3C_{0.7}$ [59]	$t_{cr} = 28$ nm	$Q=0.2$

Tableau II-1. Liste des épaisseurs critiques pour l'apparition d'une configuration WS ainsi que le facteur de qualité Q mesuré sur ces derniers.

En deuxième lieu, l'apparition des domaines magnétiques en WS est aussi dépendante de la présence d'un champ magnétique planaire. Le formalisme développé par Hubert [6], [65], qui redonne la formule déterminée par Murayama, s'écrit de cette manière :

$$t_{cr} = \left(2\pi \sqrt{\frac{A_{Ech}}{K_{Perp}}} \right) \left(\frac{1}{1-h} \right), \quad h = \frac{H_{ext}M_s}{2K_{Perp}} \quad (\text{Eq II-22})$$

Un diagramme de phase réalisé par Hubert et al [6] montre dans la Figure II-5, l'évolution de l'épaisseur critique en fonction du facteur de qualité et du champ magnétique appliqué. De cette figure, on constate que dans un régime WS ($Q \ll 1$), la présence d'un champ magnétique planaire implique directement une augmentation de l'épaisseur critique à atteindre pour la visualisation des domaines en WS.

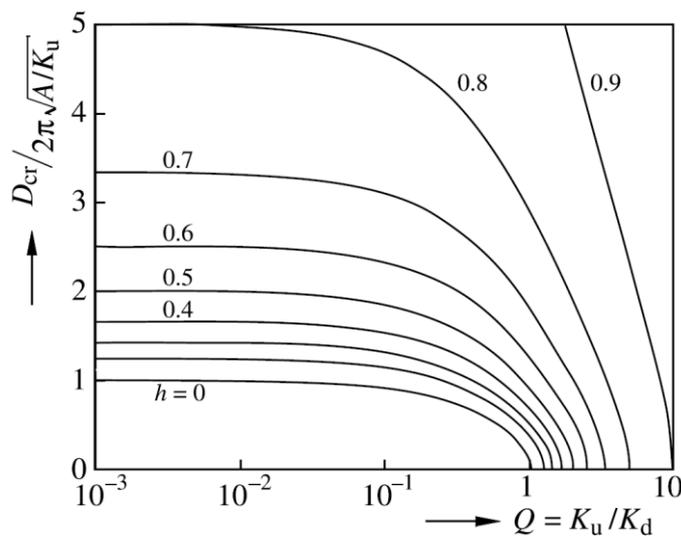


Figure II-5. Evolution de l'épaisseur critique normalisée pour l'apparition d'une structure magnétique en WS en fonction du facteur de qualité Q pour différentes valeurs du champ magnétiques planaire. Tirée de [6].

De manière intéressante, l'équation (Eq II-22) permet également, pour une épaisseur de film donnée, de déterminer le champ de saturation dans le plan. Ainsi, on montre que le champ de saturation dans le plan est donné par :

$$H_s = \frac{2}{M_s} \left(K_{Perp} - \frac{2\pi}{t} \sqrt{A_{Ech} K_{Perp}} \right) \quad (\text{Eq II-23})$$

3.2.2. Taille des domaines à rémanence

Il existe dans la littérature une multitude de modèles traitant ce sujet. Il serait donc difficile pour nous de faire une revue complète de ces travaux. On s'attardera uniquement sur les modèles proposés par Murayama dans [26]. Ces modèles sont un exemple idéal pour comprendre les différentes contributions énergétiques nécessaires à la stabilisation des WS et comment la taille des domaines en WS se dessine.

Dans un système à faible anisotropie perpendiculaire ($Q < 1$), Murayama propose 3 modèles de complexité croissante. Les définitions des angles utilisés par la suite sont données dans la Figure II-6-a.

- Dans le premier modèle, le plus simple, l'aimantation oscille de manière sinusoïdale avec un certain angle φ par rapport au plan de la couche. L'angle θ est pris égal à zéro. Cette configuration correspond à une oscillation de l'aimantation parallèle aux parois lorsqu'on se déplace selon x , la direction perpendiculaire aux parois.

Ainsi, Modèle I : $\varphi = \varphi(x), \theta = 0$

- Dans le deuxième modèle, l'angle θ est toujours pris égal à zéro mais pour permettre l'intégration de l'influence du champ démagnétisant sur φ , une dépendance en épaisseur est introduite, selon \vec{z} .

Ainsi, Modèle II : $\varphi = \varphi(x, z), \theta = 0$

- Dans le 3^{ème} modèle, il reprend la même configuration présentée auparavant en introduisant le fait que des domaines de fermeture puissent exister. Pour ce faire, il autorise l'aimantation à sortir du plan de la paroi, l'angle θ ne sera plus nul.

Ainsi, Modèle III : $\varphi = \varphi(x, z), \theta = \theta(x, z)$

Les tailles des domaines qui minimisent l'énergie magnétique totale du système pour les 3 configurations magnétiques sont données par (en unité GCS) :

$$L = \pi \left[2 \frac{A_{Ech}}{2\pi M_s^2} \right]^{1/3} \left(t^{1/3} \right) \quad (\text{Eq II-24})$$

$$L = \left[\pi^2 \frac{A_{Ech}}{2\pi M_s^2} \right]^{1/4} \left(t^{1/2} \right) \quad (\text{Eq II-25})$$

$$L = \left[\pi^2 \frac{A_{Ech}}{K_{Perp} 2\pi M_s^2} (K_{Perp} + 2\pi M_s^2) \right]^{1/4} \left(t^{1/2} \right) \quad (\text{Eq II-26})$$

A noter que dans le second papier de Murayama [27], l'auteur traite aussi le cas où les bandes ondulent. Dans ce dernier, la période des domaines reste inchangée comparée au modèle III.

Une représentation graphique de ces 3 dernières expressions est donnée dans la **Figure II-6-b** dans le cas d'une couche de NiFe standard. On peut constater dans cette dernière que l'état magnétique tel que défini dans le modèle III est celui qui présente les domaines magnétiques les plus larges. En effet, Murayama explique que dans ce système, l'existence des domaines de fermeture pousse à l'élargissement des domaines. Cette constatation va également dans le sens des conclusions tirées par Kittel pour les systèmes à plus forte anisotropie (voir [66], [67]). En effet, l'auteur avait déjà montré que la période des domaines est influencée par l'état magnétique de surface.

A noter aussi que dans les travaux de Murayama, il est démontré que la configuration magnétique en *stripes* avec des domaines de fermeture est celle qui stabilise l'état de plus basse énergie tant que ($Q < 1$).

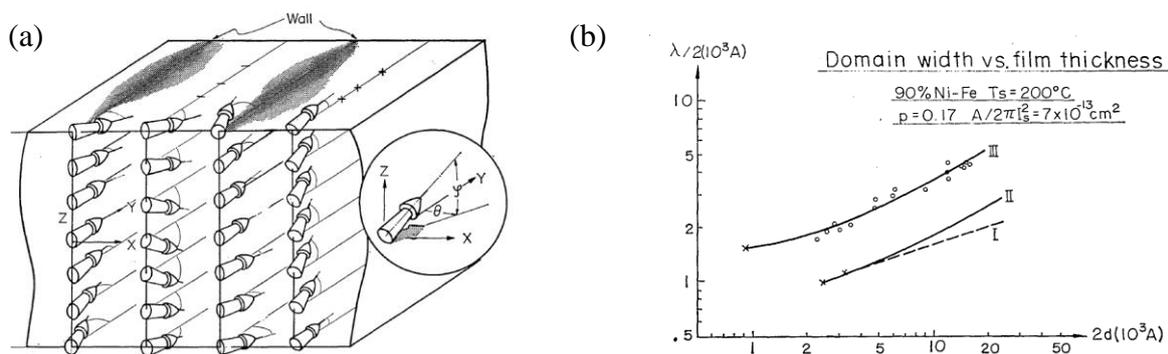


Figure II-6. (a) Illustration de la structure magnétique considérée. (b) Evolution de la taille des domaines magnétiques en fonction de l'épaisseur pour les 3 configurations magnétiques telles que calculée par Murayama. Tirées de [26].

Pour ce qui est de la comparaison aux autres modèles, l'expression proposée par Saito *et al* [25], qui est de $L = 2 \left(\frac{\pi^2}{8}\right)^{2/3} \left(\frac{A_E c h t}{M_s^2}\right)^{1/3}$, est proche de celle donnée par Murayama dans le modèle I. La légère différence dans les expressions provient du profil en dent de scie qui a été considéré par Saito *et al*. Etant donné que les domaines de fermeture ne sont pas pris en compte par Saito *et al* et qu'ils sont d'une importance essentielle pour nous, nous ne présenterons pas plus en détails les travaux de Saito *et al*.

3.2.3. Orientation des stripes

De ce qui est rapporté majoritairement dans la littérature, on trouve que les *Weak Stripes* s'alignent dans la direction d'application du champ magnétique. Cet état de fait est lié à l'orientation de la composante planaire de l'aimantation qui s'aligne dans la direction du champ magnétique. Par couplage d'échange avec la composante planaire de l'aimantation, les bandes s'alignent dans la direction du champ. Lorsque le champ est ramené à zéro, les bandes restent alignées dans la direction d'application du champ magnétique. Cette conclusion est valable uniquement lorsque la couche magnétique est magnétiquement isotrope dans le plan (pas d'axe d'anisotropie dans le plan).

Pourtant, quelques papiers rapportent des orientations inhabituelles des stripes.

En premier, il a été rapporté que la magnétostriction joue un rôle important dans la stabilisation de la direction des *stripes*. Selon l'intensité de cette dernière, les *stripes* peuvent s'orienter perpendiculairement à la direction d'application du champ ou même former des zigzags. Des informations supplémentaires peuvent être retrouvées dans le diagramme de phases construit par Paterson *et al*, et reporté dans le livre de Hubert *et al* [6]. Cet état zigzag a également été constaté par Asenjo *et al* [54] lorsqu'un champ magnétique planaire est appliqué transverse à la direction d'élongation des *stripes*. Barturen *et al* [57] ont quant à eux remarqué que dans du FeGa épitaxié, lorsque le champ est appliqué selon certains axes cristallins et puis ramené à rémanence, certains échantillons laissent apparaître des ondulations (Figure II-7-a). Alors que dans [54], les auteurs sont démunis devant cette constatation et suggèrent un effet de l'existence d'une anisotropie planaire, cet effet est clairement démontré dans FeGa épitaxié par O. V. Billoni et collaborateurs [68].

Théoriquement, l'existence intrinsèque d'ondulations ou de zigzag dans les *Weak Stripes* ou *Strong Stripes* a été adressée pour savoir quelle configuration entre *stripes* qui ondulent et *stripes* droites stabilise l'état de plus basse énergie. En suivant les calculs de Kittel rapportés en [66], il est clair que l'état en damier de charges (Figure II-7-b) qui se construit quand les *stripes* ondulent ou bien forment des zigzag, minimise le terme d'énergie dipolaire. Cependant, cette distribution de charges magnétiques admet la multiplication du nombre de parois, au prix de l'augmentation de l'énergie totale du système. Au final, les *stripes* droites devraient toujours constituer l'état de plus basse énergie. Cette conclusion est partagée aussi par Kaplan *et al* [69] même si le calcul de l'énergie dipolaire est réalisé différemment. Dans [69], les auteurs admettent tout de même que la différence en énergie est extrêmement petite, et qu'aucune configuration ne peut être considérée comme prépondérante. Czech *et al* [70] ainsi que Zablotskii *et al* [71] ne sont pas du même avis. Dans ce dernier papier, ils expliquent que l'amplitude et la période des ondulations sont des facteurs qui déterminent fortement la stabilisation de telle ou telle configuration.

En résumé, l'existence d'orientations inhabituelles des *stripes* reste une question ouverte et nourrit quelques désaccords dans la communauté. Dans les quelques travaux rapportant des états zigzag, quand une explication est donnée, une origine extrinsèque (axe d'anisotropie) semble être la cause de la réorientation de l'aimantation dans le plan.

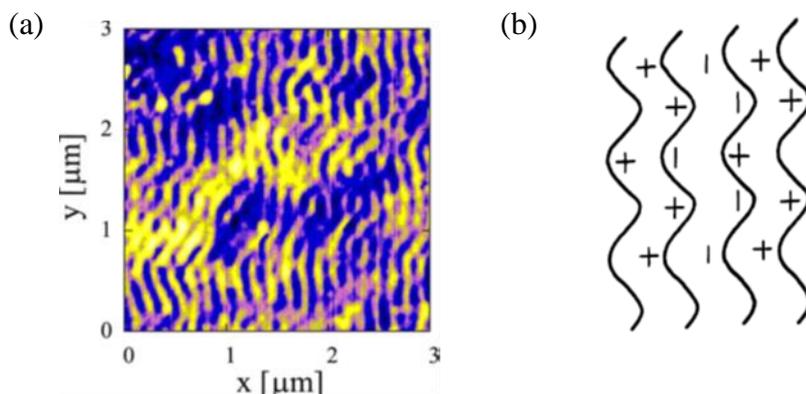


Figure II-7. (a) Image MFM d'un échantillon FeGa affichant une structure WS avec des stripes qui ondulent, tirée de [57]. (b) Représentation de la distribution de charges magnétiques dans une configuration WS avec les stripes qui ondulent. Tirée de [71].

3.2.4. Angle maximum de la composante perpendiculaire de l'aimantation

Un paramètre important de la structure WS est l'angle maximum que fait l'aimantation au centre de chaque domaine par rapport au plan de la couche. A notre connaissance, la valeur de cet angle n'a été rapportée que très rarement de manière expérimentale dans une mesure directe.

Le premier travail à s'être intéressé à cette valeur est celui de Koikeda *et al* (1964) [30]. En utilisant un microscope électronique à transmission, un angle de 36° a été mesuré dans du Permalloy. Il a fallu attendre 2015 pour que Blanco *et al* [43] fasse une mesure sur un système NdCo_5 en utilisant judicieusement un microscope à rayons X en transmission (TXM). Leur idée était de scruter la variation du signal magnétique dichroïque en fonction de l'angle du faisceau incident de rayons X. Une représentation du protocole utilisé par les auteurs est montrée dans la Figure II-8.

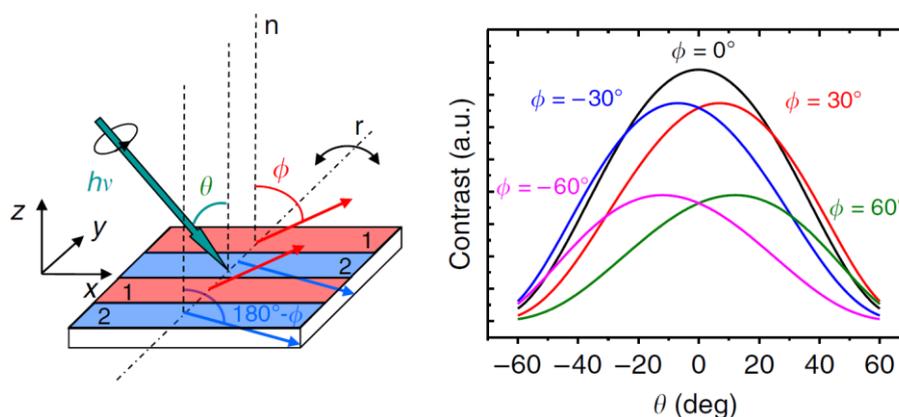


Figure II-8. Géométrie et principe de mesure de l'angle de l'aimantation dans des échantillons NdCo_5 réalisé par Blanco *et al* en utilisant un Microscope à Transmission à Rayons X. Tirées de [43].

Des mesures indirectes ont également été faites. Wei *et al* [40] ont pu déduire un angle de 8° , à partir de la modélisation des résultats d'expériences de résonance ferromagnétique dans du Permalloy. En utilisant les résultats de la spectroscopie Mössbauer dans du Fe-Zr-N , Crauss *et al* [46] ont mesuré un angle quant à lui compris entre 55° et 78° . Ce qui est à noter aussi dans cet article est l'extraction de l'angle de l'aimantation à partir des cycles VSM. Dans ce dernier, les auteurs travaillent dans l'hypothèse que les domaines de fermetures en surface forment un angle $(\pi/2)$ par rapport à l'axe d'élongation des *stripes* pour reproduire le comportement du cycle d'aimantation. Les résultats obtenus des 2 expériences affichent tout de même un certain désaccord entre-elles.

3.2.5. Domaines de fermetures

Théoriquement, la présence de domaines magnétiques de fermeture est fréquemment relayée dans la littérature, notamment par Murayama dans [26]. Depuis la démocratisation des codes de calcul micromagnétique (OOMMF, Mumax3 etc...), il est facile de montrer que selon l'angle maximum de l'aimantation dans les domaines, l'existence de domaines de fermeture est

plus ou moins importante afin de réduire l'énergie dipolaire de la texture micromagnétique, et d'atteindre ainsi un état magnétique de plus basse énergie.

On peut alors toujours dire que l'observation de ces domaines de fermeture n'apporte pas grande chose car ils sont prédits par les codes micromagnétiques (dixit certains referees de journaux). Cependant, l'incertitude dans la détermination des constantes micromagnétiques du matériau (A_{Ech} , M_S , K_{Perp} , ...) rend incertaine la prédiction des états de surface. De plus, à notre connaissance, aucune observation de l'évolution en champ n'a été faite. Les seules preuves expérimentales de la présence des domaines de fermeture ont pu être obtenues par le biais d'expériences XRMS. Le premier à l'avoir réalisé est Dürr *et al* [62] dans un échantillon FePd affichant une structure *Weak Stripes*. Les auteurs ont ainsi mesuré un signal provenant des domaines de fermetures et ont pu estimer à 25 % leurs contributions au volume de l'échantillon. Ce résultat fut confirmé par la suite dans Dudzik *et al* [64] sur le même type d'échantillon en utilisant la même technique de mesure. L'une des majeures constatations de ce travail, est celle de l'effacement des domaines de fermetures lorsque l'anisotropie perpendiculaire est de plus en plus forte dans le système. Ces observations sont en adéquation avec les attentes théoriques qui prédisent une configuration à flux fermé stabilisant l'état de plus basse énergie tant que le facteur de qualité Q est petit. Enfin, au moment de rédiger cette thèse, la même technique fut reprise par Pianciola *et al* [63] sur des échantillons FeGa et a confirmé une fois de plus l'existence de ces domaines de fermetures quand une structure *Weak Stripes* est stabilisée.

3.3. Les *Weak Stripes* dans les couches de CoFeB

Au commencement de cette thèse, très peu d'articles relataient la stabilisation d'une structure *Weak Stripes* dans les couches de CoFeB. Parmi les articles publiés, la majeure partie s'est intéressée à la détermination de l'épaisseur critique et au comportement de cette dernière dans diverses conditions expérimentales.

Tout d'abord, on note les travaux de Sharma *et al* [72], [73], qui par des mesures VSM et MFM ont traité le comportement magnétique des couches de CoFeTaB d'épaisseurs allant de 0.4 à 2.5 μm . Dans cette étude, la transition d'une aimantation dans le plan à une configuration WS fut observée à 210 nm. Celle-ci montre une forte dépendance aux conditions de dépôt, spécialement à la température du substrat. Ensuite, Gayen *et al* [74], [75] ont étudié une série d'échantillons $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ et $\text{Co}_{20}\text{Fe}_{60}\text{B}_{20}$ préparée par pulvérisation magnétron sur substrats de Si, où l'épaisseur varie de 7 à 200 nm. De la forme des cycles d'aimantation, les auteurs ont suggéré que les domaines en WS se stabilisent quand l'épaisseur du film dépasse 50 nm. Cette dernière valeur est proche de celle mesurée par Das et al (67 nm) [76], qui de plus, ont montré une transition inverse (WS à aimantation dans le plan) en réalisant des multicouches [CoFeB/Ta]/CoFeB avec l'augmentation du nombre de répétitions [77]. Enfin, Tang et al [78] ont étudié le comportement d'une couche de CoFeB d'une épaisseur allant de 5 à 200 nm réalisée par pulvérisation magnétron sur substrat flexible. Une réorientation de la configuration magnétique d'une aimantation dans le plan à une aimantation en *Weak Stripes* fut ainsi observée à 150 nm.

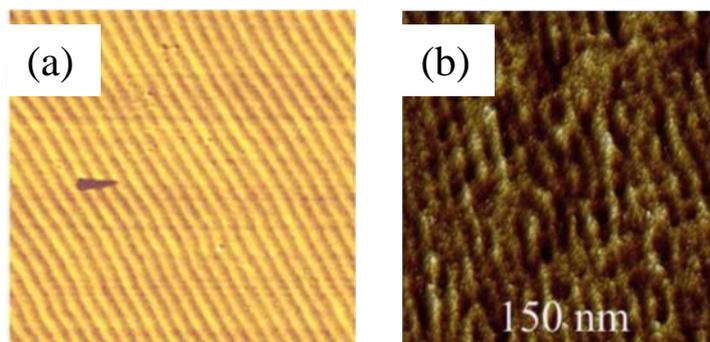


Figure II-9. (a) Image MFM d'un échantillon CoFeTaB d'épaisseur égale à 650 nm affichant une structure WS. Tirée de [73] ; (b) Image MFM d'un échantillon CoFeB 150 nm déposé sur un substrat flexible, tirée de [78].

Ensuite, un intérêt fut porté au comportement de cette phase magnétique aux basses températures. Il a été constaté que sur un échantillon CoFeTaB de 650 nm d'épaisseur que la phase WS a tendance à disparaître aux basses températures, avec une température critique aux alentours de $T=200$ K [73]. A l'opposé, Gayen et al [74] n'ont observé aucun changement de la forme des cycles aux basses températures (30K-300K) pour une couche de CoFeB de 200 nm d'épaisseur. Ces observations sont rapportées dans la Figure II-10.

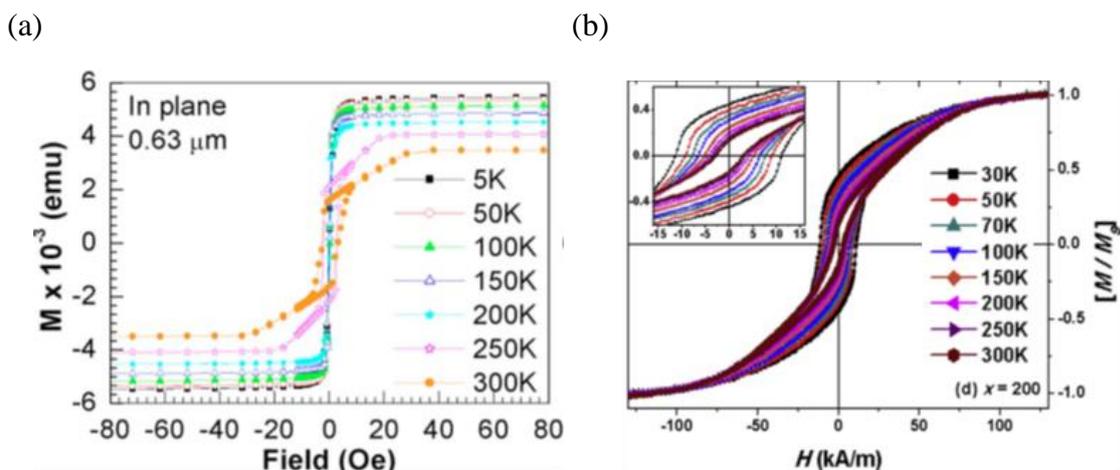


Figure II-10. Evolution de la forme des cycles d'aimantation pour des échantillons affichant une structure en WS en fonction de la température (a) CoFeTaB (650 nm). Tirée de [73]; (b) CoFeB 200 nm. Tirée de [74].

Comme discuté auparavant, dans certains papiers, l'angle de l'aimantation a été déterminé de manière indirecte à partir des cycles VSM. Das *et al* dans [76], [77] affichent des valeurs comprises entre 28° et 58° selon l'épaisseur du film alors que Gayen *et al* dans [74] trouvent des valeurs entre 46° et 80° selon l'épaisseur et la stœchiométrie des couches.

4. Les domaines magnétiques dans des systèmes à forte anisotropie perpendiculaire, *Strong Stripes*

4.1. Présentation des *Strong Stripes*

Le terme de domaines magnétiques de type *Strong Stripes* est communément utilisé pour décrire une texture magnétique où les domaines s'arrangent en bandes rectilignes à aimantation perpendiculaire, d'aimantations alternées entre deux domaines premiers voisins. Ce type de structure en domaines est stabilisé dès lors que $Q > 1$. Ces domaines sont délimités par des parois de type *Bloch*. Les aimantations de centre parois peuvent être dirigées dans n'importe quelle direction. Dans la Figure II-11, c'est la configuration qui serait obtenue après l'application d'un champ dans le plan : les centres de parois sont alors tous alignés dans la direction et le sens du champ appliqué.

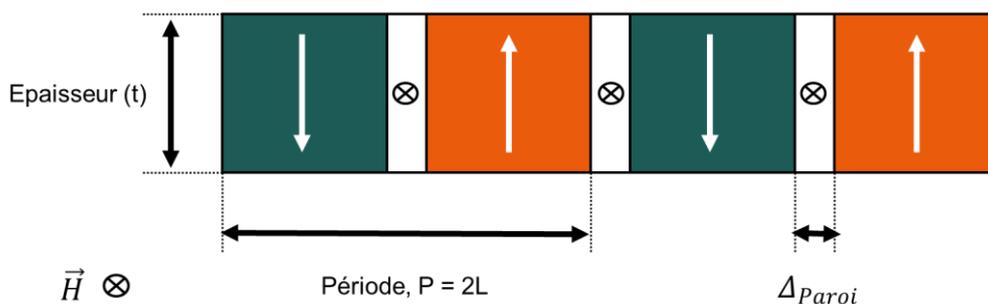


Figure II-11. Vue de côté d'une texture magnétique type *Strong Stripes*. Les flèches blanches représentent la direction de l'aimantation dans les domaines.

L'origine de la stabilisation de cette structure est identique à celle des *Weak Stripes* c'est à dire permettre de diminuer l'énergie d'anisotropie et l'énergie de champ démagnétisant en créant une structure d'aimantations alternées. Cette redistribution de l'aimantation s'opère au prix d'introduire des parois dans le système qui vont coûter en énergie d'échange et d'anisotropie. Un compromis est donc trouvé entre ces trois termes d'énergies, et qui va se traduire essentiellement par l'adaptation de la période des domaines. On reviendra au prochain point sur l'expression de l'énergie totale du système, qu'on utilisera pour exprimer la taille des domaines qui fixent cette configuration magnétique.

Ce qui contraste fortement avec la structure *Weak Stripes* c'est qu'une variété de textures peut être observée (*stripes* rectilignes, labyrinthes, bulles...etc.). Ces dernières correspondent à des états métastables où un léger apport énergétique ou une histoire en champ/température peut faire basculer le système d'une configuration à une autre.

En pratique, on observe cette configuration dans de nombreux matériaux dès lors qu'une forte anisotropie perpendiculaire existe. On cite parmi eux Co [9], [10], [79], [80], Co/Pt [81]–[83], Co/Pd [84], CoTb [85], Fe/Pt [86], Fe/Pd [87], Fe/Au [88], CoFeB/MgO [89], $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ [90], Fe_3GeTe_2 [91]. Les observations de ces textures magnétiques ont essentiellement été faites par le biais d'expérience MFM, où plus récemment avec des techniques synchrotron comme XRMS [84], TXM [88], [92], PEEM [91]. On peut également noter la présence d'un unique

travail réalisé par Toyoki *et al* [93] sur la stabilisation des domaines en *Strong Stripes* dans le [Co/Ni] par mesure VSM et MFM.

4.2. Théorie des Strong Stripes

Cet arrangement si spécial des domaines magnétiques a suscité l'intérêt d'un grand nombre d'études scientifiques. Sous forme de bandes, bulles ou labyrinthes, les *Strong Stripes* sont observés dès lors que Q est de l'ordre ou supérieur à 1. D'un point de vue technologique, les *Strong Stripes* sous forme de bulles sont utilisés dans des dispositifs de stockage d'information appelés mémoire à bulles. La compréhension de ces structures a donc donné lieu à des développements théoriques poussés. Dans la suite, nous ferons une revue des différents aspects relatifs à ces textures nécessaires à la compréhension du comportement des *Strong Stripes* observés dans les multicouches [Co/Ni]_n présenté dans le chapitre V. Pour compléter cette courte revue, le lecteur pourra consulter les travaux publiés dans [6], [66], [67], [94]–[97].

4.2.1. Taille des domaines

Divers auteurs se sont penchés sur la détermination théorique de la taille des domaines en fonction des divers paramètres du matériau mais également de l'épaisseur du film. Nous retrouvons notamment historiquement Kittel [66], [67], Kooy et Enz [98], Kaplan et Gehring [69] et finalement Gehanno *et al* [99], [100]. Les modèles sont de complexité croissante, le point clef étant l'évaluation de l'énergie dipolaire. Ici, nous rapportons le modèle le plus complet, celui donné par Gehanno *et al* [99], [100]. A partir de ce modèle, les comportements faibles épaisseurs et fort Q de Kaplan et Gehring [69] ainsi que fortes épaisseurs de Kittel [66], [67] peuvent être retrouvés. De même, pour simplifier les calculs, surtout dans les modèles les plus complexes, une structure sous forme de bandes est considérée.

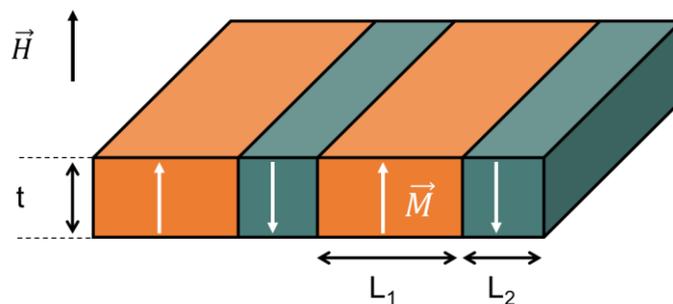


Figure II-12. Configuration en domaines magnétiques dans le cas des fortes anisotropies.

Dans les modèles évoqués, le facteur de qualité Q est de l'ordre ou supérieur à 1 et l'approximation est faite d'une taille de paroi négligeable devant la taille des domaines. Sans domaines de fermeture, la structure en domaines produit une distribution de charges magnétostatiques en surface dont la forme est une fonction créneau $\pm M_s$. Les parois quant à elles sont des parois de Bloch à 180° dont l'énergie est égale à $\sigma_{paroi} = 4\sqrt{A_{Ech} K_{Perp}}$.

Nous considérons donc une couche mince d'épaisseur t dans laquelle la direction de l'aimantation M est perpendiculaire au plan de la couche (Figure II-12). La période des domaines magnétiques est $2L$. En champ nul, la taille des domaines magnétiques up, L_1 , est égale à la taille des domaines down, L_2 .

L'énergie totale du système est la somme de l'énergie des parois et de l'énergie de champ démagnétisant que nous rapporterons à l'unité de volume. Pour obtenir la période, on cherchera le minimum de cette densité d'énergie volumique par rapport à la période. Nous donnons ci-après les expressions des énergies volumiques

- La densité d'énergie d'une paroi (par unité de surface de paroi) est constante et égale à $\sigma_{paroi} = 4\sqrt{A_{Ech} K_{perp}}$. Donc la densité d'énergie de paroi (par unité de volume) s'écrit :

$$e_{paroi} = \frac{2l_{Dip}\alpha}{t\sqrt{\mu}} \quad \text{Eq II-27}$$

$$\text{avec } l_{Dip} = \frac{\sigma_{paroi}}{2\pi M_S^2}, \alpha = \frac{t\sqrt{\mu}}{2d} \text{ et } \mu = 1 + \frac{2\pi M_S^2}{K_{perp}}$$

Gehanno *et al* ont inclus ici « l'effet de μ » qui rend compte de la présence de charges magnétostatiques de volume lorsque l'énergie d'anisotropie perpendiculaire K_{perp} est à peine supérieure à l'énergie $2\pi M_S^2$.

- La densité d'énergie de champ démagnétisant est obtenue en considérant la distribution de charges en surface ayant la forme d'une fonction créneau. Elle est égale à :

$$e_{Dip} = 2\pi M_S^2 \left(\frac{8\sqrt{\mu}}{\alpha\pi^3} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n^2} \sin^2 \left(\frac{n\pi}{2} (1+m) \right) \left(\frac{\sinh(n\pi\alpha)}{n \sinh(n\pi\alpha) + \sqrt{\mu} \cosh(n\pi\alpha)} \right) \right) \quad \text{Eq II-28}$$

La minimisation de l'énergie totale donne la variation de la taille L des domaines notamment en fonction de l'épaisseur t de la couche mince (Figure II-13). Pour les faibles épaisseurs, la taille des domaines décroît rapidement lorsque l'épaisseur augmente alors qu'aux fortes épaisseurs, la taille des domaines augmente lentement. Ce comportement se comprend qualitativement

- Dans le domaine des fortes épaisseurs, l'augmentation de la taille des domaines avec l'épaisseur de la couche mince résulte du fait que l'énergie de paroi augmente avec l'épaisseur : minimiser l'énergie totale revient à diminuer le nombre de parois, ce qui se traduit par une plus grande taille de domaines.
- Dans le domaine des faibles épaisseurs, le comportement est différent car dans ce cas, le terme dominant est l'interaction magnétostatique entre les deux surfaces de la couche mince et cette interaction favorise les grandes tailles de domaines.

Selon le domaine d'épaisseurs considéré, différentes expressions approchées peuvent être utilisées pour prendre compte de la variation de la taille des domaines magnétiques en fonction de l'épaisseur.

- Dans le cas des faibles épaisseurs, le logarithme du rapport $\left(\frac{L}{t}\right)$ suit un comportement linéaire en fonction de l'inverse de l'épaisseur. Il vient alors que :

$$\ln\left(\frac{L}{t}\right) \approx \frac{\pi l_{Dip}}{2t} + \Upsilon \quad \text{Eq II-29}$$

Avec $\Upsilon = \ln(\pi) - 1 + \mu\left(\frac{1}{2} - \ln(2)\right)$.

- Dans le cas des fortes épaisseurs, on peut montrer aisément que la taille des domaines varie comme la racine carrée de l'épaisseur. On retrouve une expression analogue à celle proposée par Kittel [66] (en CGS) :

$$L = 1.92\sqrt{l_{Dip}t} \quad \text{Eq II-30}$$

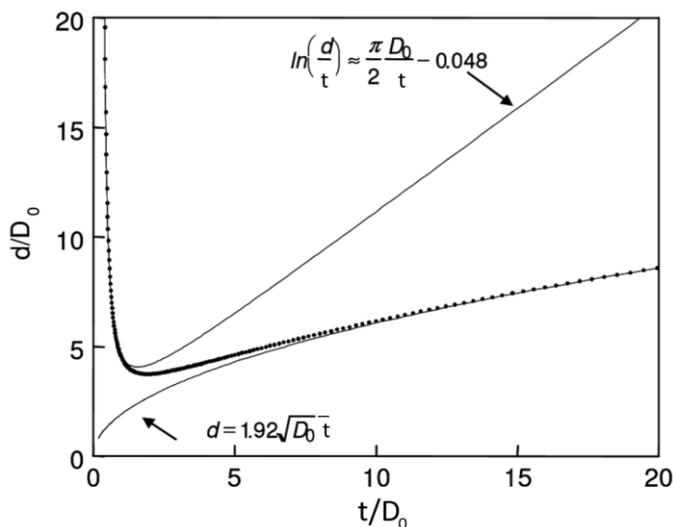


Figure II-13. . Taille des domaines en fonction de l'épaisseur du film magnétique lorsque l'aimantation est perpendiculaire au plan du film dans toute la gamme d'épaisseur. Tirée de [100].

4.2.2. Action d'un champ magnétique perpendiculaire

Lorsque le champ magnétique est appliqué perpendiculairement au plan de la couche, le cycle caractéristique qu'une structure *Strong Stripes* est donné dans la Figure II-14. On peut facilement le confondre avec un axe difficile d'aimantation si le champ magnétique n'est pas poussé proche de la saturation à laquelle des ouvertures hystérétiques apparaissent.

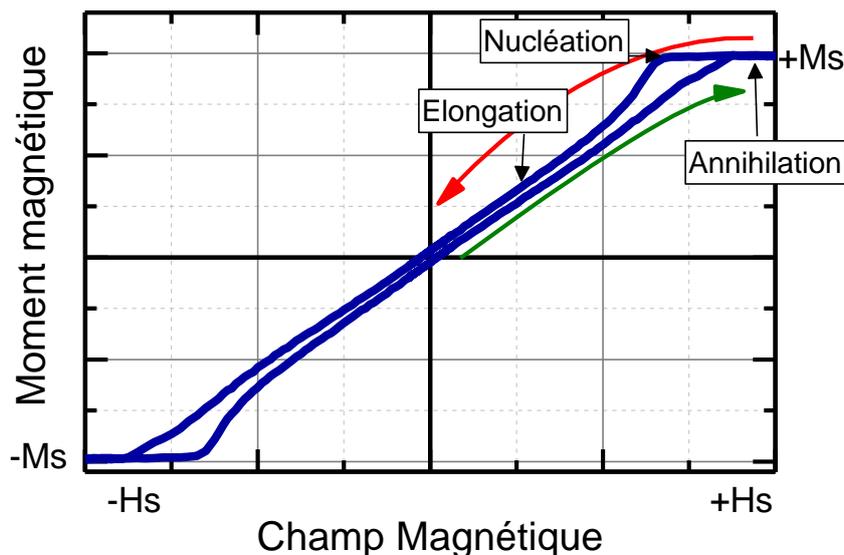


Figure II-14. Cycle d'aimantation typique de la présence d'une configuration magnétique en Strong Stripes avec le champ appliqué perpendiculairement au plan de la couche.

De manière qualitative, la forme du cycle passe par trois régimes essentiels (nucléation, élongation, annihilation). Nous essayerons donc d'apporter un commentaire sur la forme du cycle, en sachant que plus loin dans le manuscrit, des évidences expérimentales de nos propos seront montrées.

- Chemin I (sens de la flèche rouge dans la Figure II-14) : On part donc du champ de saturation positif le point zéro champ.

L'effet de la diminution de l'intensité du champ magnétique se traduit essentiellement par le grossissement de bulles résiduelles dans un premier temps (ou la nucléation et le grossissement de bulles). Ensuite, les bulles magnétiques commencent à se déformer et s'allongent au champ de nucléation H_{Nuc} identifié sur la Figure II-14. Des zones d'aimantation antiparallèle au champ sont donc créées. L'état magnétique se compose alors de bulles et de domaines un peu plus allongés. En poursuivant la descente en champ, les bulles disparaissent laissant place à une structure de bandes. A champ nul, la structure obtenue est soit labyrinthique, soit composée de bulles allongées ou de bandes allongées [20]. Dans la dernière situation, à peu de chose près, les volumes des bandes à aimantation vers le haut et vers le bas sont les mêmes (il y a quasiment toujours une petite rémanence). Un des processus de transformation bulles – bandes sera évoqué un peu plus loin.

- Chemin II (sens de la flèche verte, champ partant de zéro, Figure II-14) : On part donc d'une configuration magnétique avec des stripes bien alignés à rémanence en allant vers le champ de saturation positif.

L'augmentation de l'intensité du champ favorise en premier lieu l'élargissement des domaines où l'aimantation est parallèle au champ mais au prix de réduire les domaines où l'aimantation est antiparallèle. Dans ce premier régime, la période des domaines est tout de même conservée.

En augmentant davantage le champ, un état magnétique énergétiquement métastable apparaît en premier lieu. Dans ce dernier, on observe la coexistence de bulles magnétiques qui se forment suite à un premier mouvement de pincement des stripes. De l'autre côté, certaines stripes

demeurent encore présentes à ce stade. Ces dernières s'effacent petit à petit en augmentant encore l'intensité du champ. Suite à ça, seule une configuration magnétique en bulles est gardée. L'aimantation dans ces bulles magnétiques est dirigée de façon antiparallèle à la direction du champ et une sorte de maillage se construit tout autour de ces bulles avec l'aimantation quant à elle parallèle au champ.

Quand le champ magnétique est ramené à la saturation, la densité de bulles chute fortement mais quelques bulles résiduelles peuvent être toujours présentes.

La transformation bandes-bulles a été étudiée Grundy *et al* sur des échantillons de Cobalt par microscopie Lorentz [101] en présence d'un champ perpendiculaire. Les bandes ont été préparées par l'application d'un champ dans le plan de telle sorte que l'aimantation dans toutes les parois soient parallèles. L'application de ce champ perpendiculaire entraîne un mouvement de pincement des domaines. Les bulles sont alors réparties en hexagones pour minimiser leur interaction dipolaire. Le processus de pincement est accompagné par la création de deux lignes de Bloch à l'extrémité de chaque bulle formée comme le montre la Figure II-15.

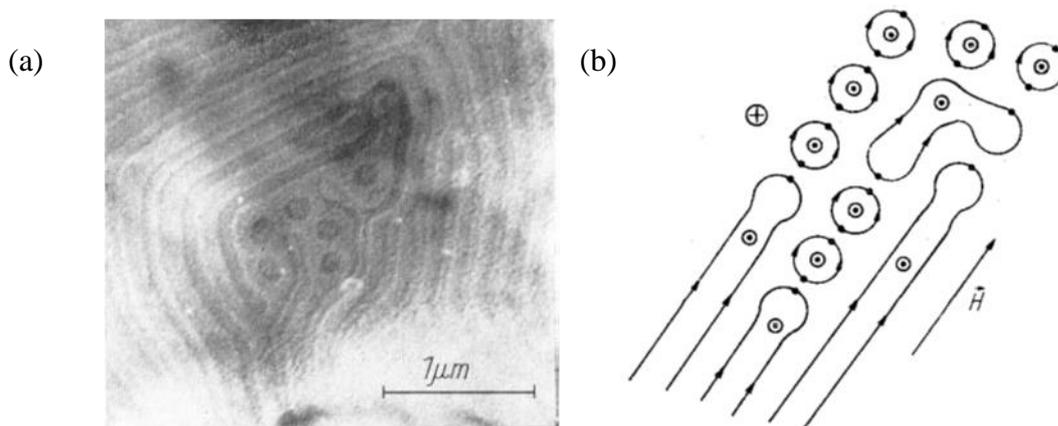


Figure II-15. (a) Cliché de microscopie Lorentz de bulles magnétiques en présence d'un champ magnétique perpendiculaire, (b) représentation de la structure en domaines. Tirées de [101].

De manière quantitative, les points les champs de nucléation et d'annihilation ont été calculés par Thiele dans [102]. Dans son modèle, l'auteur considère le cas d'une bulle magnétique unique (isolée) de forme cylindrique. Cette dernière est traitée en présence d'un fort champ magnétique dirigé selon l'axe d'anisotropie (perpendiculaire). Une illustration du système est montrée Figure II-16.

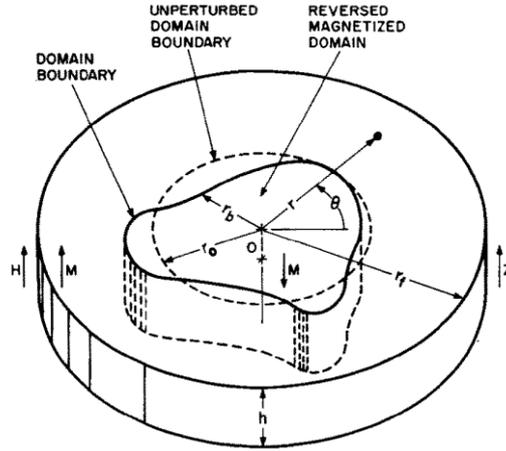


Figure II-16. Systèmes de coordonnées et configuration magnétique tels que traités dans [101].

Ici, seuls les termes E_{Dip} , E_{Paroi} , E_{Zee} sont considérés dans le calcul de l'énergie totale du système. La largeur de la paroi est supposée très petite devant la taille de la bulle et sera donc négligée. La forme de la bulle magnétique est identifiée par la fonction $r_b(\theta)$. Cette dernière détermine la déviation du rayon de la bulle de son point d'équilibre (r_0) comme suit :

$$r_b(\theta) = r_0 + \Delta r_0 + \sum_{n=1}^{\infty} \Delta r_n \cos n(\theta - \theta_n - \Delta\theta_n) \quad (\text{Eq II-31})$$

Avec (n) le n^{eme} ordre de déformation que subit la bulle magnétique. En supposant que lorsque un champ magnétique est présent, la variation de la forme (Δr_n) n'excède jamais le rayon de la bulle au point d'équilibre (r_0), autrement dit $|r_0| \gg |\Delta r_0| + \sum_{n=1}^{\infty} n |\Delta r_n|$.

La minimisation de l'énergie totale du système passe déjà par le calcul des dérivées premières et secondes de (E_{Tot}) par rapport à (Δr_n) et ($\Delta\theta_n$). Cette dernière donne naissance à la condition d'équilibre, qui dépend uniquement de r_0 comme suit ($\Delta E_{Tot} = \frac{\partial E_{Tot}}{\partial r_0} = 0$), les autres termes sont considérés comme invariants.

Ainsi, le terme (ΔE_{Tot}) qu'on normalise ici par unité de ($4\pi M_s^2$), et du volume de la bulle ($2\pi t^3$) s'écrit de la façon suivante¹

$$\frac{\Delta E_{Tot}}{2(4\pi M_s^2)(\pi t^3)} = \left(\frac{l}{t} + \frac{d}{t} \frac{H}{4\pi M_s} - F\left(\frac{d}{t}\right) \right) \frac{\Delta r_0}{t} + \frac{1}{2} \left\{ - \left(2 \frac{t}{d} \right) \left[\frac{l}{t} - S_0\left(\frac{d}{t}\right) \right] \left(\frac{\Delta r_0}{t} \right)^2 + \sum_{n=2}^{\infty} (n^2 - 1) \left(\frac{t}{d} \right) \left[\frac{l}{t} - S_n\left(\frac{d}{t}\right) \right] \left(\frac{\Delta r_n}{t} \right)^2 \right\} + O_3 \quad (\text{Eq II-32})$$

Avec :

- ($d = 2r_0$) et (t), le diamètre et la hauteur (épaisseur) de la bulle respectivement.
- (l) longueur caractéristique définit ici comme $l = \frac{\sigma_{Paroi}}{4\pi M_s^2}$.
- $F\left(\frac{d}{t}\right)$, $S_n\left(\frac{d}{t}\right)$ sont définis respectivement comme les fonctions force et stabilité d'une bulle magnétique en présence de champ.

Le champ de stabilité d'une bulle magnétique est alors obtenu de l'équation II-32 et égal à :

¹ L'expression est donnée en CGS.

$$\frac{l}{t} + \frac{d}{t} \frac{H}{4\pi M_s} - F\left(\frac{d}{t}\right) = 0 \rightarrow H = 4\pi M_s \frac{t}{d} \left(F\left(\frac{d}{t}\right) - \frac{l}{t} \right) \quad (\text{Eq II-33})$$

La solution reviendrait donc à déterminer le diamètre pour lequel l'équation II-33 est vraie pour des valeurs de M_s , l et t données. Ceci par respect à la condition de stabilité, $S_0\left(\frac{d}{t}\right) > \frac{l}{t} > S_n\left(\frac{d}{t}\right)$ avec $n \geq 2$.

Cette entité peut donc être déterminée de manière graphique en représentant les fonctions $F\left(\frac{d}{h}\right)$, $S_0\left(\frac{d}{t}\right)$, $S_n\left(\frac{d}{t}\right)$ tel que proposé par l'auteur (voir Fig 3 dans [102]). Cependant, de notre côté, on a préféré déterminer ces entités de manière analytique, où le calcul en détail peut être retrouvé dans la thèse de M. Hehn pour l'étude des couches de Co affichant une structure SS (voir annexe B dans [20]).

Il est donc donné dans ce dernier que les points en champs qui déterminent le point d'annihilation d'une bulle H_S , et celui propre à une seconde déformation elliptique de la même bulle H_N , sont les suivants :

$$H_S \approx 4\pi M_s \left(1 - 1.596 \sqrt{\frac{l}{t}} \right) \quad (\text{Eq II-34})$$

$$H_N \approx 4\pi M_s \left(1 - 2.66 \sqrt{\frac{l}{t}} \right) \quad (\text{Eq II-35})$$

On utilisera ces équations plus tard dans pour comprendre les comportements de H_S , H_N des multicouches de $[\text{Co/Ni}]_n$ qu'on a traité du chapitre V.

4.2.3. Action d'un champ magnétique planaire

Lorsque le champ est appliqué dans le plan de la couche, le cycle d'aimantation typique d'un échantillon possédant une configuration SS est donnée dans la Figure II-17. Il peut être décomposé en 3 phases.

- Phase I : tous les moments magnétiques sont uniformément alignés selon la direction du champ.
- Phase II : l'amplitude du moment magnétique planaire mesuré subit une diminution lorsque le champ est ramené du champ de saturation positif (négatif) jusqu'au champ coercitif négatif (positif). Cette diminution correspond à une rotation de l'aimantation hors plan.
- Phase III : renversement « brusque » du signe du moment magnétique mesuré. Dans la littérature, ce renversement est attribué à l'inversion de l'aimantation de centre de parois.

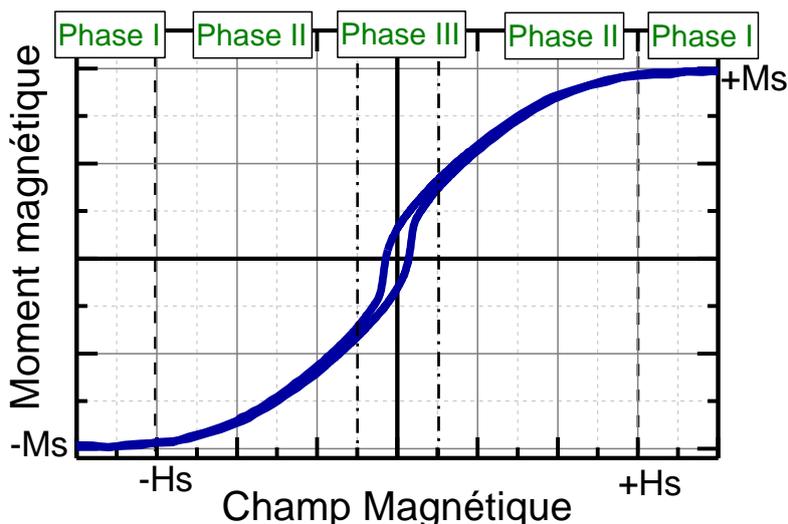


Figure II-17. Cycle d'aimantation planaire propre d'une configuration magnétique en SS.

La forme du cycle est synonyme de l'évolution du système d'une configuration où l'aimantation est uniformément dirigée selon la direction du champ à une configuration où l'aimantation est hors plan, d'aimantations alternées dans les domaines. L'aimantation rémanente est quant à elle le résultat de l'addition des contributions de centres de parois, tous alignés dans la direction et le sens du champ de saturation. Quand le sens du champ est renversé, en allant donc du point zéro champ à la saturation, le même comportement est observé.

Une preuve expérimentale du comportement de l'aimantation tel que décrit auparavant fut observée par microscopie à force magnétique par Gao *et al* [103]. Le résultat de leurs expériences est montré dans la Figure II-18. Il est clair de cette figure que l'application du champ magnétique réduit l'intensité du contraste magnétique, ce qui traduit la diminution de l'angle de l'aimantation dans les *stripes* (voir chapitre III pour la théorie du MFM).

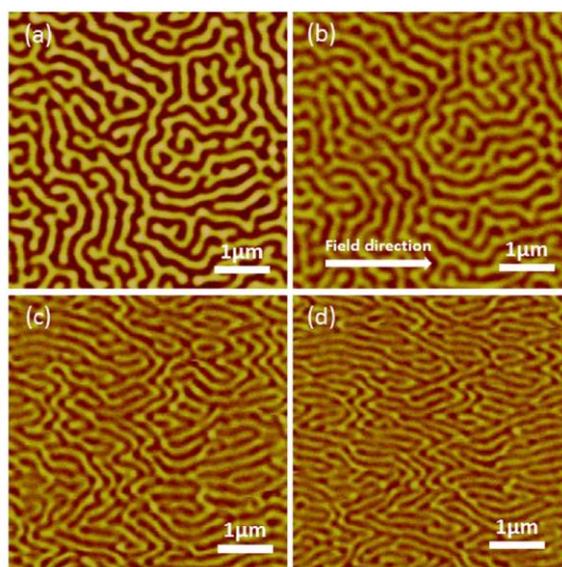


Figure II-18. Images de microscopie à force magnétique du comportement des domaines magnétiques en SS en présence d'un champ magnétique planaire d'intensité égale à : (a) 0 T (b) 0.1 T (c) 0.2 T (d) 0.3 T. Tirées de [103].

Lorsque le champ est appliqué dans le plan du film, une transformation bandes-bulles n'a pas été mise en évidence. Les bandes sont alignées dans la direction du champ magnétique et se renversent en champ nul.

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons rapporté certains concepts de base du magnétisme, avec des parties plus détaillées sur la présentation des domaines magnétiques dans des films minces à anisotropie perpendiculaire. Ces derniers nous seront utiles pour l'interprétation des résultats expérimentaux du chapitre IV relatif aux *Weak Stripes* dans CoFeB et du chapitre V relatif aux *Strong Stripes* dans les multicouches [Co/Ni]_n.

En ce qui concerne les domaines magnétiques de type *Weak* et *Strong Stripes*, nous avons fait une revue de l'état de l'art. Cette revue concerne des travaux expérimentaux qui sont supportés par des travaux théoriques. Les théories d'antan, permettant d'avoir des résultats analytiques, permettent de comprendre quelles sont les balances d'énergie à satisfaire pour obtenir l'énergie minimale du système magnétique. Ces travaux représentent une approche très instructive pour appréhender le comportement global de ce type de domaines magnétiques. A l'heure actuelle, ces travaux analytiques sont complétés par des simulations micromagnétiques qui ont été démocratisées par la mise à disposition du grand public de code à éléments ou différences finis. Par ailleurs, les travaux expérimentaux exposés tout au long de ce chapitre nous ont permis de voir quels sont les points encore discutés dans la littérature comme par exemple l'existence de zigzag dans les *Weak Stripes* ou la détermination de l'angle maximum de l'aimantation dans les domaines.

Avant de rentrer dans le vif du sujet, nous présenterons dans le chapitre suivant les outils expérimentaux qui ont été utilisés durant mon travail de thèse. Certaines techniques seront plus détaillées que d'autres car elles ont été essentielles à la réalisation de ce travail de thèse.

III. Techniques expérimentales

1. Techniques de dépôt de couches minces

1.1. Pulvérisation cathodique

1.1.1. Principe de fonctionnement

La pulvérisation cathodique est une technique de préparation de couches minces sous vide secondaire. Elle permet de déposer tous types de matériaux, qu'ils soient bons ou mauvais conducteurs thermiques ou électriques, tant qu'ils résistent à un échauffement inférieur à une centaine de degrés et à une mise sous vide.

Cette technique consiste à déposer sur un substrat des atomes ou grappe d'atomes arrachés à une cible à l'aide d'un plasma (Figure III-1). Ce plasma est créé par une décharge obtenue en polarisant négativement la cible du matériau à déposer qui est placé dans une atmosphère gazeuse contrôlée. Les électrons émis par des filaments de tungstène sont accélérés jusqu'à atteindre une énergie suffisante pour ioniser le gaz. Chaque collision entre les électrons et les atomes du gaz va fournir un ion positif et un électron supplémentaire qui à son tour va provoquer des ionisations. Les ions positifs vont alors bombarder la cible du matériau à déposer. L'énergie de ces ions doit être supérieure à une valeur critique appelée seuil de pulvérisation sans quoi, aucune émission d'atome n'est possible. Lors d'une pulvérisation purement physique, par opposition à la pulvérisation réactive, les ions et les atomes du gaz ne doivent pas réagir avec le film en croissance. Ceci limite donc les gaz de pulvérisation aux gaz rares. Dans notre cas, nous utilisons de l'argon. Les dépôts sont non directifs c'est-à-dire que les atomes sont éjectés dans toutes les directions de l'espace.

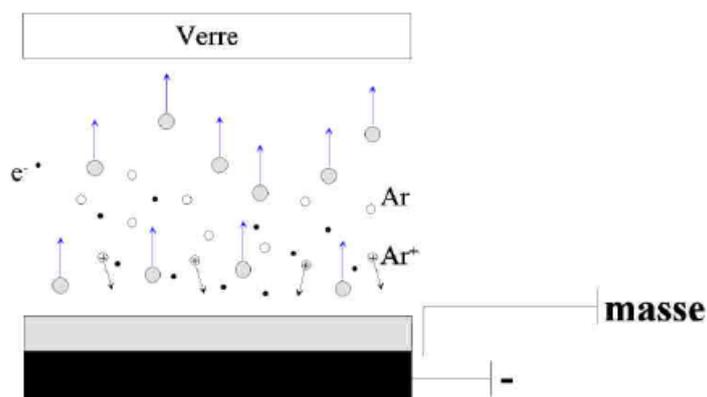


Figure III-1. Principe de fonctionnement de la pulvérisation cathodique.

Deux modes de polarisation sont possibles et leur utilisation dépend de la nature du matériau à pulvériser. La polarisation en tension continue, dite DC, permet de pulvériser uniquement les matériaux conducteurs. Dans le cas de cibles non métalliques, une accumulation de charges positives peut apparaître à la surface de la cible ce qui diminue au fur et à mesure le taux de pulvérisation de la cible. On utilise alors la polarisation en mode RF (radiofréquence). L'alternance de la polarisation permet l'évacuation des charges positives accumulées sur la cible. Afin d'augmenter la vitesse de dépôt, les ions positifs du plasma sont confinés au

voisinage de la cible à l'aide d'un champ magnétique créé par un aimant situé sous la cathode appelé magnétron.

1.1.2. Le banc de pulvérisation du laboratoire IJL

Le banc de pulvérisation ultravide utilisé pour les dépôts des couches de ma thèse est un banc Alliance Concept DP 850 qui se compose d'une enceinte principale et d'un sas d'introduction. La pression de base à l'intérieur de l'enceinte est inférieure à 10^{-9} mbar. Elle est assurée par un groupe de pompage cryogénique.

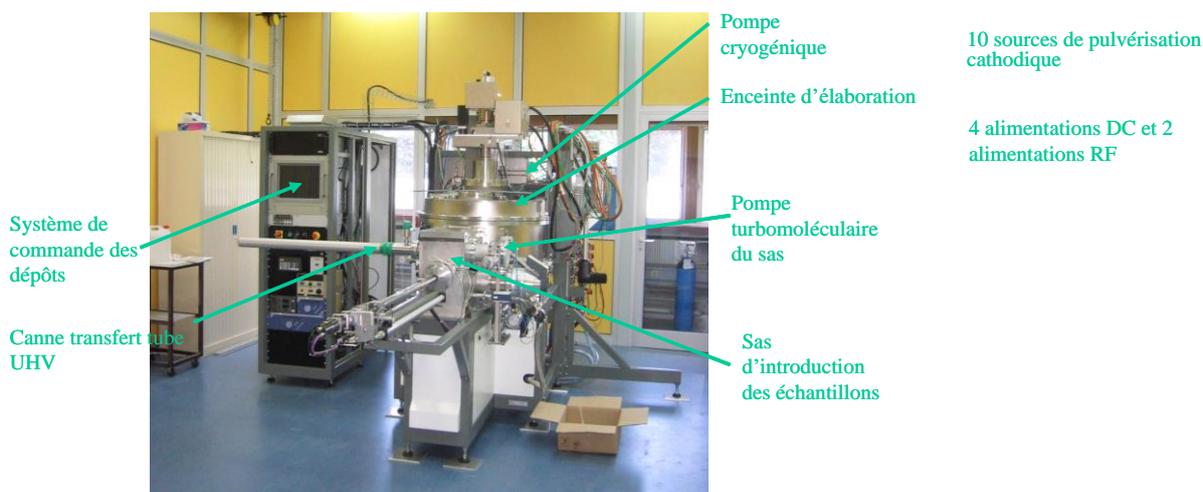


Figure III-2. Banc de pulvérisation ultravide à l'IJL – Nancy.

Les substrats sont introduits dans l'enceinte par le sas d'introduction, dans lequel un vide secondaire est établi lors de l'introduction d'un échantillon dans la chambre de dépôt. Cela permet de diminuer le temps de pompage de l'enceinte en évitant sa contamination. Ce sas est également équipé d'un ascenseur permettant soit de charger 5 masques, soit de charger 5 portes substrats. Ces derniers sont chargés automatiquement par l'automate de la machine et permettent donc soit de déposer des couches au travers de 5 masques, soit de faire des dépôts successifs sur 5 échantillons différents.

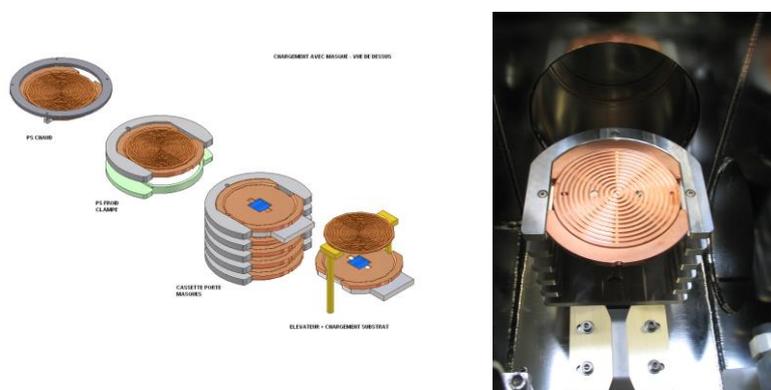


Figure III-3. Le sas avec son ascenseur permettant de charger 5 masques ou 5 portes échantillons.

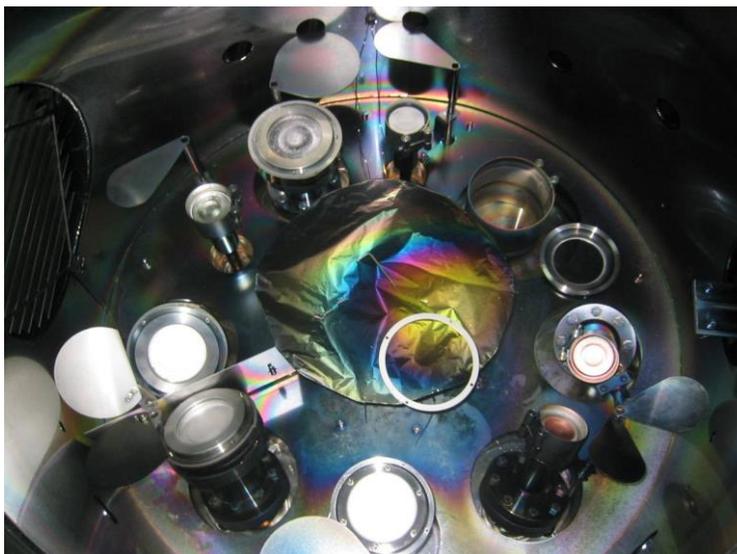


Figure III-4. Intérieur de l'enceinte de dépôt du bâti de pulvérisation cathodique.

L'enceinte principale du bâti de pulvérisation cathodique est dotée de dix cibles : 6 cibles de 2 pouces (Co, Pt, IrMn₃, Cu, Tb, MgO) et 4 cibles de 3 pouces (Ta, Al, Co et Ni). Les cathodes des cibles de Tb et de Co en 2 pouces et les cathodes des cibles de Ni et de Co en 3 pouces sont convergents, ce qui nous permet de réaliser des alliages Co_xTb_{1-x} et Co_xNi_{1-x} ou bien des multicouches (Co_xTb_y)_n et (Co_xNi_y)_n. Avant chaque dépôt, un nettoyage préliminaire de la surface du substrat ainsi que de celle des différentes cibles est réalisé par bombardement ionique. Des caches placés au-dessus de chaque cible permettent de protéger le substrat pendant la pré-pulvérisation de la surface des différentes cibles. Pour assurer l'homogénéité de l'épaisseur déposée, le porte-substrat effectue des rotations alternées au-dessus de la cible durant la pulvérisation. La température du porte substrat est maintenue à la température ambiante par un dispositif de refroidissement pendant les dépôts. Ce type de technique de dépôt est peu directif : les atomes sont pulvérisés dans toutes les directions de l'espace.

1.2. Evaporateur

1.2.1. Principe de fonctionnement

L'évaporation thermique est une technique de préparation de couches minces sous vide secondaire. Elle permet de déposer tous types de matériaux qui possèdent une température d'évaporation faible.

Cette technique consiste à déposer sur un substrat des atomes évaporés par chauffage à partir d'une charge composée du matériau à évaporer (Figure III-5). Ce chauffage est obtenu soit par effet Joule c'est-à-dire le chauffage du creuset dans lequel se trouve le matériau, soit par bombardement électronique. Dans le premier cas, un courant électrique de forte intensité passe par le creuset métallique dans lequel se trouve la charge, soit il passe par un fil ou thermocoax entourant le creuset. Dans le second cas, les électrons émis par un filament de tungstène sont accélérés et déviés par un champ magnétique pour atteindre la charge à chauffer.

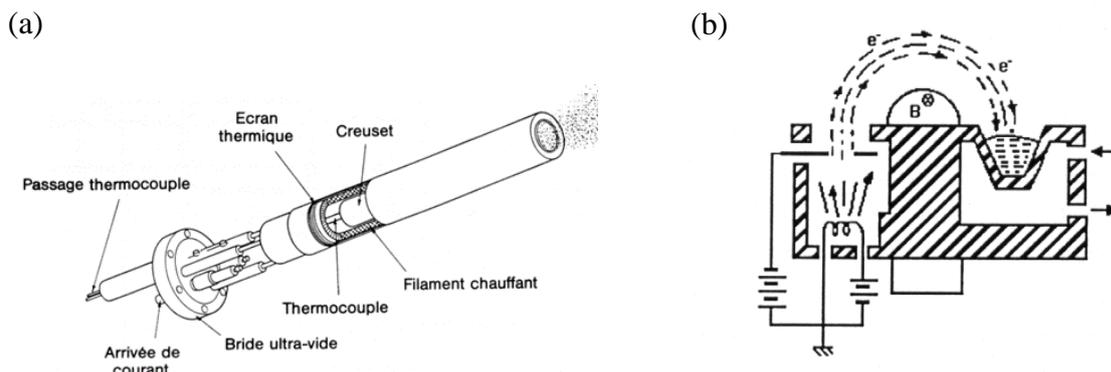


Figure III-5. (a) Cellule d'évaporation par effet Joule (cellule de Knudsen). (b) Schéma de principe d'un canon à électrons (Tirés du cours NanoScience – Polytech Nancy – M. Hehn).

Dans le cas du canon à électrons, le faisceau d'électrons est balayé sur la surface afin de ne pas faire un trou. Pour certains matériaux ou certaines températures, le matériau à évaporer est liquide. Dans tous les cas, les atomes se trouvant sous forme gazeuse au-dessus de la charge se déposent sur un substrat qui est placé au-dessus de la charge. Ce dépôt est extrêmement directif : les atomes suivent majoritairement une trajectoire rectiligne, perpendiculaire à la surface de la charge.

1.2.2. L'évaporateur de centre de compétence Minalor à IJL



Figure III-6. Evaporateur du CC Minalor à l'IJL.

Le banc d'évaporation du CC Minalor est un évaporateur PLASSYS MEB400s. Il est constitué d'une enceinte, sans sas. L'insertion de l'échantillon se fait directement sur le porte substrat, ce qui assure un très bon contact thermique et un bon refroidissement de l'échantillon. Pour atteindre un bon vide, une nuit de pompage est nécessaire. L'évaporation est effectuée à l'aide d'un canon de marque Telemark. Les procédés sont standardisés et sont effectués par un programme de pilotage de l'ensemble de la machine.

2. Techniques de caractérisation

2.1. Magnétomètre à échantillon vibrant

Plus connu par son acronyme, VSM (Vibrating Sample Magnetometer), le magnétomètre à échantillon vibrant est l'instrument qui a été utilisé durant ce travail de thèse pour la mesure de la réponse de l'aimantation M sous champ magnétique H , $M(H)$, des films minces synthétisés (film mince de CoFeB et multicouche $[\text{Co/Ni}]_n$). Trois appareils différents appartenant au centre de compétence « CC magnétisme et cryogénie » ont été utilisés : (i) un VSM de marque Lakeshore permettant des mesures rapides de cycles $M(H)$ avec champ magnétique maximal n'excédant pas les 1.7 Tesla, (ii) un VSM de marque ADE permettant l'application d'un champ magnétique d'amplitude maximale égale à 2.5 Tesla, avec la possibilité de faire des mesures automatiques en angle, (iii) un PPMS-VSM de marque Quantum Design qui fut utilisé pour les mesures en température, à basses températures.

Le principe physique des mesures sur ces 3 VSM est identique et peut être retrouvé dans la référence [104]. L'échantillon étudié est placé dans un électroaimant et est fixé à l'extrémité d'une tige en quartz (Figure III-7). Cet ensemble est mis en vibration (oscillation) à l'aide d'une tête mécanique vibrante dans un champ magnétique constant et en face de bobines de détections. Des bobines sont placées dans la direction du champ appliqué et mesureront la composante de l'aimantation dans la direction du champ ; Des bobines sont placées à 90° de la direction du champ appliqué, elles mesureront la composante de l'aimantation perpendiculaire au champ. Une mesure vectorielle de l'aimantation est donc possible.

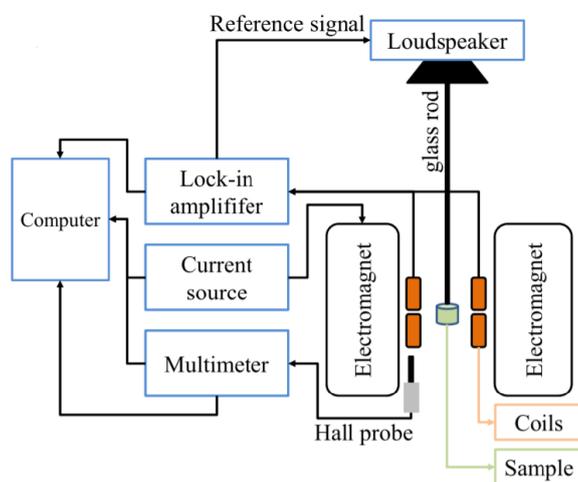


Figure III-7. Principe de fonctionnement de base d'un VSM. Tirée de [104].

L'oscillation de l'échantillon revient à faire osciller un moment magnétique en face d'une bobine : une tension électrique V_{Lenz} est induite par le champ rayonné par ce moment magnétique selon la loi de Lenz.

$$V_{Lenz} = -\frac{d\Phi}{dt} \quad (\text{Eq III-1})$$

où Φ est le flux du champ magnétique rayonné. Ce signal électrique est directement proportionnel à la composante du moment magnétique dans la direction ou perpendiculaire à la

direction du champ magnétique (selon les bobines de mesure). En changeant la valeur du champ magnétique, le cycle $M(H)$ peut être mesuré.

2.2. Transport électronique sous champ magnétique

L'équipe Nanomagnétisme et Electronique de spin de l'IJL est connue et reconnue pour les possibilités offertes en terme de transport électronique sous champ magnétique. C'est une caractérisation de base de la spintronique, regarder les variations de résistance d'un échantillon tout en appliquant un champ magnétique. Dans le cadre de ma thèse, j'ai utilisé un banc de transport qui combine l'utilisation d'une bobine cuivre pour la production du champ magnétique et d'un cryocooler pour la mise en froid.

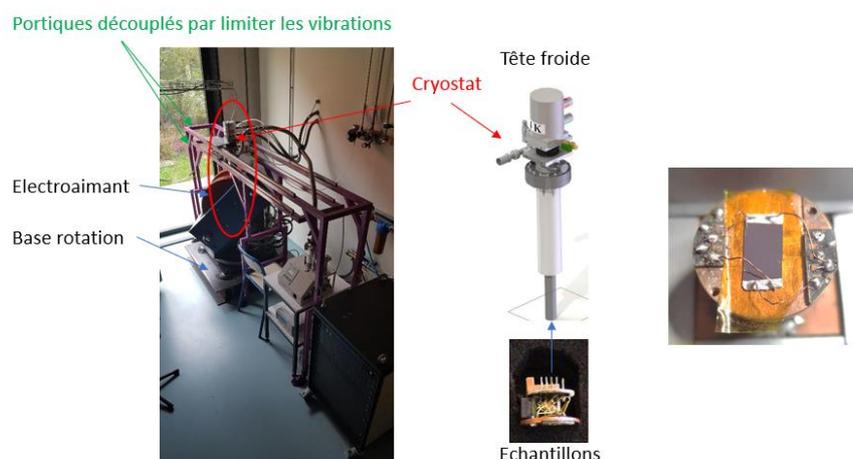


Figure III-8. Banc de transport sous champ magnétique utilisé pour les mesures d'anisotropie de magnétorésistance.

L'aimant est de marque Caylar. Il est monté sur un roulement à billes d'éolienne, ce qui permet sa rotation (automatisée). Il permet l'application d'un champ de 2T tournant. L'échantillon est monté à plat dans un cryocooler de marque ARS qui permet des excursions en température de 20 à 400K. Le cryostat est monté sur un double portique afin que les vibrations de la tête ne se transmettent pas à l'échantillon. Les contacts électriques sont pris à l'aide de laque d'argent dans une géométrie 4 points (Figure III-8-droite). La mesure de résistance est réalisée à l'aide d'un pont afin d'obtenir une résolution en résistance inférieure au $m\Omega$.

2.3. Microscope de force magnétique (MFM)

La microscopie champ proche de force magnétique (MFM) représente aujourd'hui l'un des outils d'imagerie le plus répandu et le plus versatile pour la caractérisation de surface de films magnétiques. Cette technique repose sur l'interaction entre une pointe magnétique et le champ magnétique rayonné par un échantillon magnétique. La cartographie bidimensionnelle de la dérivée seconde du champ de fuite permet de reconstruire, avec une résolution de quelques dizaines de nanomètres, la distribution locale de l'aimantation.

Les avantages sont liés à (i) sa résolution spatiale, pouvant atteindre de 50 nm à 10 nm [105], (ii) la préparation de l'échantillon mesuré qui est inexistante si la surface de l'échantillon est propre et (iii) la possibilité de mener des expériences d'imagerie magnétique dans des environnements différents et notamment sous champ magnétique. Les inconvénients reposent sur le fait que la surface doit être idéalement peu rugueuse et qu'il n'y a pas de lien direct entre le signal mesuré et la distribution de l'aimantation : une distribution de contraste peut parfois être attribuée à plusieurs configurations d'aimantation. On combinera alors toujours les signaux MFM à des mesures macroscopiques ou bien de microscopie X-PEEM ou STXM.

Pour aiguiller le lecteur dans la compréhension du principe de fonctionnement du MFM, ce sous-chapitre sera donc organisé comme suit. Après une brève description de l'instrument utilisé, on rappellera les principes physiques de base de cette technique. On donnera ensuite les contrastes prédits pour des films minces à aimantation perpendiculaire en bandes à partir de la théorie de la réponse MFM.

Il s'agit ici de donner les bases de l'interprétation des images obtenues dans le cadre de cette thèse. Pour plus d'informations sur cette technique, le lecteur pourra se référer à la dernière revue de O. Kazakova et al, « Frontiers of magnetic force microscopy » [106] ou bien à la revue de U. Hartmann, « Magnetic Force Microscopy » [107]. D'autre part, la thèse de M. Hehn [20] en français donne la théorie de la réponse MFM des films minces à aimantation perpendiculaire.

2.3.1. Instrumentation

Durant ce travail de thèse, deux microscopes 'Asylum Research' de type (MFP3D) et (ORIGIN+) furent utilisés. Les deux machines sont semblables et permettent l'acquisition d'images MFM de haute résolution, avec la possibilité de faire des études en présence d'un champ magnétique (planaire et perpendiculaire), dans un milieu à pression atmosphérique. Un de ces appareils est montré dans la Figure III-9.



Figure III-9. Microscope de force magnétique MFP3D Asylum Research installé à l'Institut Jean Lamour.

Ces microscopes, dans leurs schémas basiques, sont constitués de 3 éléments, comme suit :

- Le premier, qu'on appellera la tête de détection est constituée de :
 - Une pointe magnétique faite à base de (Si) ou (SiN) revêtue d'un alliage composé d'un matériau magnétique (Co, Fe, Ni) et d'un autre élément (Cr ou Pt). La composition de

l'alliage permet d'avoir des pointes de différents moments magnétiques et de différentes coercivités. Géométriquement, une pointe MFM possède une structure pyramidale de rayon de courbure de quelques dizaines de nanomètres à l'apex (typiquement < 50 nm) et une base de quelques micromètres (Figure III-10). Cette pointe est fixée à un levier flexible appelé 'cantilever'. De longueur typique de $200\ \mu\text{m}$ et de largeur typique de $30\ \mu\text{m}$, il permet de faire osciller la pointe ou de mesurer la force exercée entre la pointe et la surface. Le levier est lui-même attaché à une partie massive en Si qui permet de manipuler le système (pointe + levier) pour l'échange de pointe et de forcer l'oscillation du levier dans le mode 'tapping' (plus d'informations sur ce mode d'acquisition seront exposées dans la suite du tapuscrit).

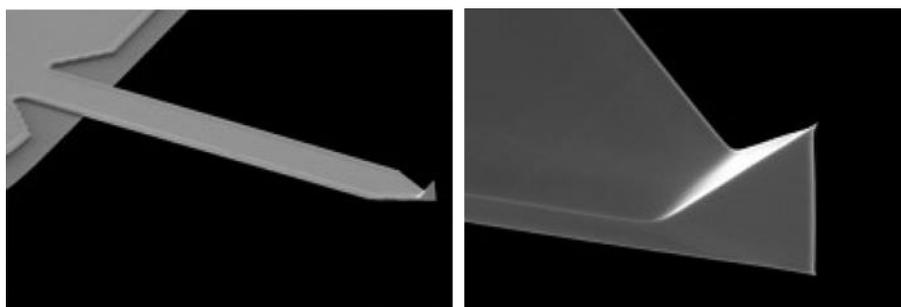


Figure III-10. Image SEM d'une sonde magnétique de type ASY-MFM-HM-R2. A gauche, un cantilever d'une longueur de $240\ \mu\text{m}$, largeur= $35\ \mu\text{m}$ et d'épaisseur= $3\ \mu\text{m}$. A droite, un zoom sur la pointe MFM ayant une hauteur de $12.5\ \mu\text{m}$ et la couche magnétique de 100nm d'épaisseur est composée de CoCr. Tirée de [107].

- Un ensemble d'éléments qui permet de mesurer la déflexion du levier liée à l'interaction de la pointe avec la surface. La Figure III-11 donne le schéma simplifié du montage. Un faisceau laser est envoyé sur la face arrière du levier, est réfléchi et le faisceau laser réfléchi est envoyé sur deux photo-diodes montées en signal différence. En mode contact, sans interaction avec la surface, le montage est réglé pour avoir une différence de potentiels électriques égale à zéro. Lorsque la pointe se déplace sur la surface, le levier se tord, le faisceau laser réfléchi se décale sur les diodes et un signal non nul est mesuré. Une calibration permet de convertir la tension des diodes en rugosité. En mode vibrant, le signal des diodes permet d'obtenir l'amplitude, la fréquence, la phase de la vibration du levier qui changent en fonction de l'interaction avec la surface.

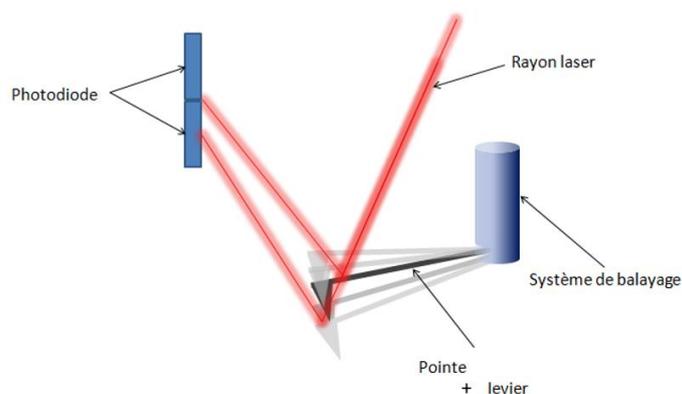


Figure III-11. Principe de détection de la vibration ou déformation du levier.

- Le deuxième élément est un plateau sur lequel est maintenu le dispositif d'application du champ magnétique (VFM pour Variable Field Module - [Figure III-12](#)). Ce dernier crée un champ magnétique statique par la présence d'un aimant permanent. Les lignes de champ de cet aimant permanent sont ramenées au niveau de l'échantillon par un circuit magnétique.



Figure III-12. A gauche, image de dessus du dispositif d'application de champ magnétique. A droite, illustration de l'arrangement des pôles magnétiques en configuration planaire montrant l'emplacement de la sonde de Hall et les lignes de champ issues du circuit magnétique (vue de côté). Tirées de [109].

La rotation de l'aimant permanent permet de modifier le flux du champ magnétique dans le circuit magnétique et donc de modifier l'intensité et le sens d'application du champ sur l'échantillon. Une sonde de Hall intégrée permet de mesurer l'intensité du champ magnétique. En configuration planaire, quand l'espacement entre les 2 pôles est réduit au minimum, le champ maximal créé est égal à 700 mT. En configuration perpendiculaire, un champ maximal de 300 mT est atteint. L'ensemble est posé sur une dalle anti vibration active, elle-même posée sur un marbre. On limite et compense les vibrations issues du sol. Pour limiter les vibrations issues de l'air, le microscope est placé dans une caisse phonique. Comme plusieurs microscopes se trouvent dans la même salle, ce caisson limite les bruits acoustiques des opérateurs présents dans la salle.

- Enfin, le dernier élément est le programme informatique qui permet de contrôler le microscope. Parmi toutes les fonctionnalités, il faut souligner la possibilité de réalisation de macro pour l'automatisation de l'acquisition des images. Un exemple d'application est donné [Figure III-13](#) où des scans de l'état magnétique sont réalisés en fonction du champ de façon motorisée (à chaque changement de champ, la pointe doit être désengagée et réengagée). La caractérisation des images a quant à elle été réalisée avec des scripts Mathematica [110] et l'utilisation du logiciel WSxM [111].



Figure III-13. Un exemple de macro qui permet de réaliser un cycle d'images MFM sous champ magnétique en variant de manière progressive, sans la présence l'opérateur, l'intensité du champ magnétique appliqué.

2.3.2. Principe physique du MFM

Dans cette partie, on décrira les principes théoriques fondamentaux de l'exercice d'imagerie magnétique par MFM. Pour s'y faire, on s'intéressera uniquement au mode de détection qui fut utilisé durant cette thèse, à savoir le mode 'tapping' (mode oscillant). On assimile alors le mouvement du levier à un oscillateur harmonique amorti régi par la deuxième loi de la dynamique. En absence de forces d'interaction entre la pointe et l'échantillon, l'équation différentielle du second degré s'écrit donc de cette manière :

$$F(t) = m \frac{\partial^2 z(t)}{\partial t^2} + \gamma \frac{\partial z(t)}{\partial t} + k z(t) \quad (\text{Eq III-2})$$

avec $F(t) = A_0 \cos(\omega t)$ la force d'excitation, m la masse effective, $z(t)$ la position du levier, γ le facteur d'amortissement défini par $\gamma = \frac{m\omega_0}{Q}$ et k la constante de raideur du levier ; $\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}$ est la pulsation propre d'oscillation du levier et Q est son facteur de qualité.

Les expressions des grandeurs caractéristiques de l'oscillation du levier sont [112], [113]:

- Amplitude : $A(\omega) = \frac{A_0 \times (\omega_0/\omega)}{\sqrt{1 + Q^2 (\omega/\omega_0 - \omega_0/\omega)^2}} \quad (\text{Eq III-3})$

- Phase : $\varphi(\omega) = \tan^{-1} \left(\frac{m\omega\omega_0}{Q(k - m\omega^2)} \right) \quad (\text{Eq III-4})$

L'existence d'interactions pointe-échantillon affectent directement le mouvement d'oscillation du levier. De manière effective, les équations ci-dessus peuvent être réutilisées en tenant compte d'une modification de la constante de raideur du cantilever par les forces agissant sur le levier [113]. La constante de raideur effective $k_{eff} = k \pm \sum_i \frac{\partial F_i}{\partial z}$, avec $\sum_i \frac{\partial F_i}{\partial z}$ la somme des dérivées selon z de toutes les forces interagissant avec la pointe (le signe (\pm) dépend de la nature des forces, attractives ou répulsives). En considérant $\sum_i \frac{\partial F_i}{\partial z} \ll k$, les décalages des grandeurs caractéristiques de l'oscillation résultant de l'interaction pointe/ force sont égaux à [112], [113] :

- Décalage en pulsation : $\Delta\omega = \omega_0 - \omega_{\text{eff}} \approx \pm \frac{\omega_0}{2k} \sum_i \frac{\partial F_i}{\partial z}$ (Eq III-5)

- Décalage en phase : $\Delta\varphi = \frac{\pi}{2} - \tan^{-1} \left(\frac{k}{\pm Q \frac{\partial F}{\partial z}} \right) \approx \pm \frac{Q}{k} \sum_i \frac{\partial F_i}{\partial z}$ (Eq III-6)

- Décalage en amplitude² : $\Delta A = \left(\frac{\partial A}{\partial \omega} \right)_{\omega_c} \Delta\omega = \left(\frac{\partial A}{\partial \omega} \right)_{\omega_c} \frac{\omega_0}{2k} \sum_i \frac{\partial F_i}{\partial z} \approx \pm \frac{2A_0Q}{3\sqrt{3}k_{\text{eff}}} \sum_i \frac{\partial F_i}{\partial z}$ (Eq III-7)

Dans tous les modes de fonctionnement, la mesure à l'aide du microscope donne le gradient de l'ensemble des forces exercées sur la pointe par la surface de l'échantillon. Le lien n'est donc pas direct avec la configuration magnétique de la surface. De plus, il faut pouvoir s'affranchir de toutes les forces autres que magnétique, y compris les forces de Van der Waals liées à la topographie de la surface. C'est pour cela que la mesure de la force magnétique est faite en deux étapes. C'est le principe du lift mode. Dans un premier passage, la pointe balaie la surface de l'échantillon en boucle fermée pour mesurer la topographie de la surface (Figure III-14, gauche). En boucle fermée, l'amplitude et donc la fréquence de vibration du levier est maintenue constante par le mouvement de l'élément piézoélectrique gérant la distance de la pointe par rapport à la surface. Dans ce premier passage, les forces de Van der Waals sont dominantes. Dans un second passage, la boucle de rétroaction est ouverte et le signal électrique de topographie est réinjecté dans l'élément piézoélectrique (Figure III-14, droite). La distance entre la pointe et la surface est donc constante (ajustée à h_{lift}) et les forces de Van der Waals sont constantes. Les variations de pulsation ($\Delta\omega$), d'amplitude (ΔA), ou de phase ($\Delta\varphi$) ne seront alors que liées au gradient de la force magnétique. L'image MFM est ainsi reconstruite.

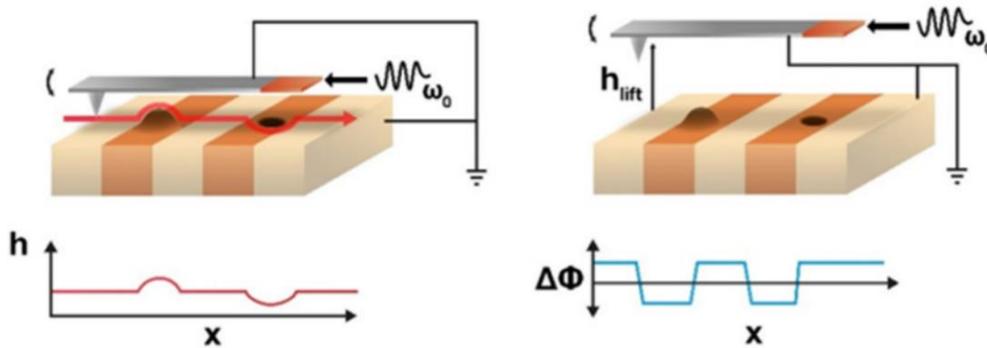


Figure III-14. Schéma du principe du lift mode lors d'expériences d'imagerie magnétique par MFM réalisé dans le mode 'tapping'. Tirée de [106].

² La pulsation ω_c pour laquelle la pente $\left(\frac{\partial A}{\partial \omega} \right)_{\omega_c}$ est la plus grande a été calculée par Martin et al [112], et est égale à $\omega_c = \omega_0 \left(1 \pm \frac{1}{\sqrt{8Q}} \right)$. Pour cette pulsation, $\frac{\partial A}{\partial \omega} = \frac{4A_0Q}{3\sqrt{3}\omega_0}$.

2.3.3. Théorie de la réponse MFM et domaines magnétiques à aimantation perpendiculaire

Nous avons vu dans le paragraphe précédent qu'en présence d'interactions entre la pointe et l'échantillon, un décalage en pulsation, en amplitude ou en phase du levier ($\Delta\omega$, ΔA , $\Delta\varphi$) apparaît qui est proportionnel à la dérivée spatiale de la force exercée sur la pointe. Il est donc essentiel de déterminer l'expression de cette force et de calculer sa dérivée dans le cas de la force magnétique.

De manière générale, une force dérive d'une énergie. Dans le cas de l'énergie d'interaction magnétique entre le moment d'une pointe magnétique, $\overrightarrow{\mu_{mag}}$; et du champ de fuite de l'échantillon $\overrightarrow{H_d}$, l'expression de la force peut être calculée à partir de l'équation :

$$\vec{F} = -\vec{\nabla}(\mu_0 \overrightarrow{\mu_{mag}} \cdot \overrightarrow{H_d}) \quad (\text{Eq III-8})$$

Dans le cas où le moment de la pointe est uniforme et aligné dans la direction z, l'équation (Eq III-8) se simplifie et la composante de la force dans la direction z devient :

$$F_z = -\mu_0 \mu_{mag,z} \frac{\partial H_d^z}{\partial z} \quad (\text{Eq III-9})$$

Il vient alors que

$$\frac{\partial F_z}{\partial z} = -\mu_0 \mu_{mag,z} \frac{\partial^2 H_d^z}{\partial z^2} \quad (\text{Eq III-10})$$

De cette dernière, il convient donc de déterminer l'expression du champ de fuite de la structure en domaines et de calculer sa dérivée seconde pour évaluer le gradient de force exercé sur la pointe et ainsi reconstruire le signal (MFM). Pour s'y faire, l'expression du champ de fuite est donnée dans [20] par l'expression suivante :

$$\overrightarrow{H_d}(\vec{r}) = -\int_v \vec{\nabla}_{\vec{r}'} \cdot \overrightarrow{M}_s(\vec{r}') \frac{\vec{r} - \vec{r}'}{|\vec{r} - \vec{r}'|^3} d^3 \vec{r}' + \int_s \hat{n}(\vec{r}') \cdot \overrightarrow{M}_s(\vec{r}') \frac{\vec{r} - \vec{r}'}{|\vec{r} - \vec{r}'|^3} d^2 \vec{r}' \quad (\text{Eq III-11})$$

où $\overrightarrow{M}_s(\vec{r})$ est la distribution spatiale de l'aimantation dans la couche magnétique ou la nanostructure à l'étude, \hat{n} est un vecteur unitaire perpendiculaire aux surfaces de la nanostructure, orienté vers l'extérieur. Le premier terme correspond aux charges de volume et le second terme aux charges de surface.

Pour déterminer le champ de fuite, il faut connaître $\overrightarrow{M}_s(\vec{r})$. Nous allons maintenant nous intéresser à des configurations de parois de domaines et notamment la configuration où l'aimantation des domaines est perpendiculaire au plan de la couche. La distribution utilisée est celle proposée par Rugar et al [114] à savoir :

$$\overrightarrow{M}_s(x, z) = -\frac{2}{\pi} M_s \tan^{-1} \left(\frac{x}{\delta} \right) H(z) \hat{z} \quad (\text{Eq III-12})$$

Où \hat{z} est un vecteur unitaire selon l'axe z (perpendiculaire à la surface), x représente la distance par rapport au centre de la paroi, δ est l'extension spatiale de la paroi et $H(z)$ est égale à 1 si $0 < z < t$ (t est l'épaisseur de la couche), à 0 sinon. L'expression du champ de fuite d'une paroi unique est alors [20] :

$$H_d^z(x, z) = -4M_s \tan^{-1} \left(\frac{xt}{(z+\delta)(z+\delta+t)+x^2} \right) \text{ pour } z > 0 \quad (\text{Eq III-13})$$

Finalement, l'expression de la dérivée seconde du champ de fuite pour un film à aimantation perpendiculaire contenant une paroi positionnée en $x = 0$, s'écrit maintenant de la manière suivante :

$$\frac{\partial^2 H_d^z}{\partial z^2}(x, z) = -8M_s x \left[\frac{(\delta+z)}{[x^2+(\delta+z)^2]^2} - \frac{(t+\delta+z)}{[(t+\delta+z)^2+x^2]^2} \right] \quad (\text{Eq III-14})$$

Pour un échantillon avec n parois de période P , les champs s'additionnent et l'on obtient :

$$H_d^{z, total}(x, z) = \sum_n (-1)^n H_d^z \left(x - n \frac{P}{2}, z \right) \quad (\text{Eq III-15})$$

$$\frac{\partial^2 H_d^{z, total}}{\partial z^2}(x, z) = \sum_n (-1)^n \frac{\partial^2 H_d^z}{\partial z^2} \left(x - n \frac{P}{2}, z \right) \quad (\text{Eq III-16})$$

A partir des équation III-14 et III-16, le contraste MFM peut être calculé dans le cas, par exemple, d'un film de 200 nm d'épaisseur et d'une séparation de parois plus grande que l'épaisseur de la couche (ici séparation = 0.75 μm). Ainsi, les centres de parois sont assez espacés. On a choisi $(z + \delta)/t = 0.5$. Le résultat est donné dans la Figure III-15.

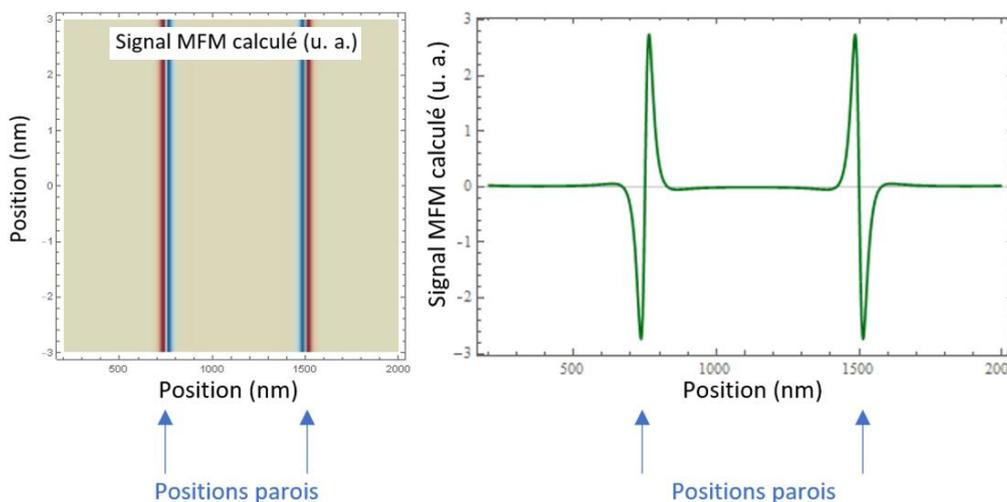


Figure III-15. Signaux MFM calculés à l'aide des équations III-14 et III-16. A gauche, image bidimensionnelle. A droite, coupe perpendiculaire aux parois. Cas de 2 parois espacées de 750 nm.

On observe que la dérivée seconde du champ de fuite est nulle partout sauf à proximité des parois. Ainsi, si l'aimantation n'est pas modifiée par le passage de la pointe magnétique, le contraste magnétique mesuré par le MFM provient directement des parois.

Dans un 2^{ème} cas de figure, on considère un film mince avec des parois périodiques dont la périodicité est proche de l'épaisseur du film (ici 300 nm). On observe alors que la dérivée

seconde du champ de fuite varie de manière quasi sinusoïdale. Les extrema d'intensité sont alors localisés au centre des domaines même si le signal provient des parois. Ce comportement trouve son origine dans le recouvrement des signaux provenant des différentes parois, qui est une conséquence du rapprochement spatial entre les centres de parois. Le signal MFM attribué à ce cas de figure proviendrait donc toujours des parois magnétiques mais permettrait l'identification des domaines magnétiques d'une façon directe.

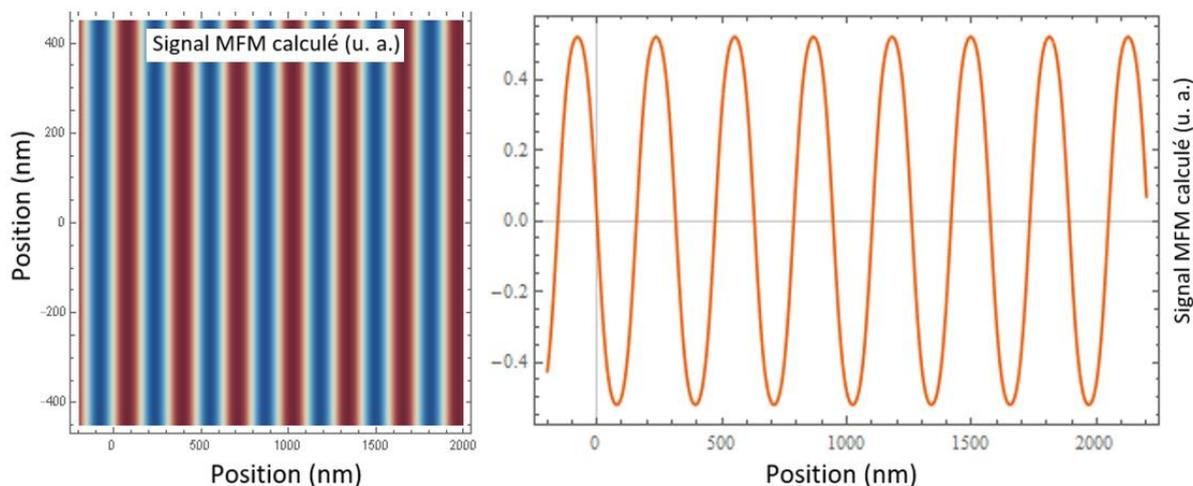


Figure III-16. Signaux MFM calculés à l'aide des équations III-14 et III-16. A gauche, image bidimensionnelle. A droite, coupe perpendiculaire aux parois. Cas de multiples parois espacées de 150nm.

2.4. Scanning Transmission X-ray Microscope (STXM)

Durant ce travail de thèse, un STXM (pour *Scanning Transmission x-rays Microscope* en anglais) installé sur la ligne HERMES du synchrotron SOLEIL [115] fut utilisé pour étudier la structure en domaines du CoFeB.

Dans sa description la plus élémentaire, ce microscope est un spectromètre d'absorption des rayons X polarisés, résolu spatialement. Son mode de fonctionnement repose sur le balayage d'un faisceau focalisé de rayons X sur l'échantillon et à la mesure de l'intensité du faisceau transmis à travers l'échantillon en fonction de la polarisation du faisceau incident. Cette absorption dépendante de la polarisation est issue du phénomène de dichroïsme magnétique qui permet de déterminer la composante locale de l'aimantation. Cette mesure peut être réalisée sous champ magnétique, dans un vide primaire ou secondaire, dans un environnement échantillon peu contraint, ou plus complexe (haute pression, cryo.etc).

Dans la suite, nous allons décrire le phénomène de dichroïsme magnétique et montrer comment il est utilisé pour la réalisation de l'imagerie magnétique. Le but ici est de donner suffisamment d'informations au lecteur pour comprendre les clichés STXM présentés dans ce manuscrit.

2.4.1. Absorption du faisceau et dichroïsme magnétique

Comme cela a été annoncé au début de ce sous-chapitre, le principe fondamental de l'imagerie par STXM repose sur l'interaction photons/ matière. A la traversée d'un échantillon, le faisceau de rayons X est absorbé et, dans le cas d'un matériau magnétique, cette absorption est dépendante de la polarisation de la lumière (circulaire droite ou gauche).

Absorption des rayons X

Un faisceau de rayons X est envoyé sur l'échantillon à une énergie donnée E . Le signal mesuré après la traversée de l'échantillon suit la loi de Beer-Lambert [116] où l'intensité du faisceau transmis s'écrit

$$I = I_0 \exp(-t * \mu(E)) \quad (\text{Eq III-17})$$

avec I_0 l'intensité des photons incidents, t l'épaisseur de la couche et $\mu(E)$ le coefficient d'absorption des rayons X à l'énergie E .

Lorsque l'énergie des photons correspond à une transition des électrons de cœurs des atomes vers les bandes d (cas des métaux de transitions), on parle de résonance ou de seuil d'absorption, $\mu(E)$ augmente fortement ce qui va occasionner une forte diminution de l'intensité du faisceau transmis. Pour les métaux de transition, les seuils L_2 et L_3 correspondent à des transitions $2p_{1/2} \rightarrow 3d$ et $2p_{3/2} \rightarrow 3d$ respectivement (Figure III-18). Un exemple de spectre d'absorption des rayons X est donné dans la (Figure III-17, droite). Les énergies des seuils dépendent de la nature chimique des atomes ce qui va rendre la technique STXM sélective en élément chimique.

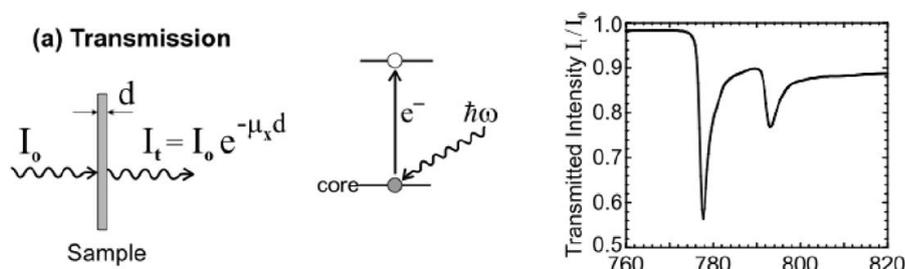


Figure III-17. A gauche, principe de la mesure en transmission ; Au centre, transition entre 2 niveaux d'énergie pour un électron si l'énergie des photons $h\omega$ est égale à la différence d'énergie entre les deux niveaux ; A droite, intensité transmise et mise en évidence de pics d'absorption. Tirées de [117].

Dichroïsme magnétique circulaire (X-ray magnetic circular dichroism, XMCD)

Lorsqu'un matériau est magnétique, l'absorption des rayons X va dépendre de la polarisation de la lumière. Cette différence est induite par les règles de sélection qui dépendent de la polarisation. Plusieurs articles de revue sur le dichroïsme peuvent être consultés pour les aspects théoriques. Nous avons pris pour référence [118]

Lorsque \vec{k} , le vecteur d'onde des photons X, est parallèle à \vec{M} , l'aimantation de la couche, au seuil L_3 , plus d'électrons de spin-down (spin-up) sont excités par des rayons X polarisés circulairement à droite (gauche). Ces photoélectrons polarisés sont utilisés pour analyser la densité d'état finale de la bande d . La conservation du spin impose donc que c'est la bande

majoritaire (resp. minoritaire) qui est principalement sondée avec des rayons X polarisés circulairement à droite (resp. gauche). La différence des coefficients d'absorption des rayons X reflète ainsi le déséquilibre de la densité d'états dépendant du spin de la bande d, c'est-à-dire le déséquilibre des bandes majoritaire et minoritaire. Si la direction de propagation des photons est inversée ou l'aimantation retournée, c'est la bande minoritaire (resp. majoritaire) qui est principalement sondée avec des rayons X polarisés circulairement à droite (resp. gauche).

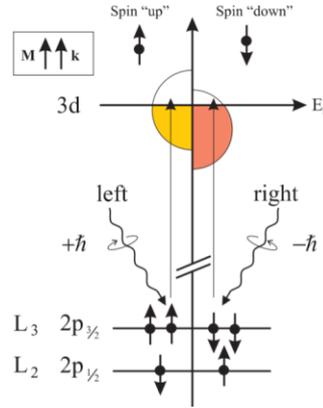


Figure III-18. Description schématique des transitions dépendantes de l'hélicité aux seuils L_{2,3} d'un métal de transition 3d. Par excitation avec des rayons X polarisés circulairement des états 2p initiaux, des photoélectrons polarisés en spin sont créés. La densité d'états d agit comme un détecteur de spin sensible. Tiré de [118].

Il apparait donc que le coefficient d'absorption des rayons X à l'énergie E dépend de $\vec{k} \cdot \vec{M}$. En tenant compte du dichroïsme, l'équation (Eq III-17) devient :

$$I^{CL} = I_0 \exp \left(- \frac{t}{\|\vec{k}\| \vec{n}} \times \frac{1-d \frac{\vec{k}}{\|\vec{k}\|} \cdot \frac{\vec{M}}{\|\vec{M}\|}}{L} \right) \quad (\text{Eq III-18a})$$

$$I^{CR} = I_0 \exp \left(- \frac{t}{\|\vec{k}\| \vec{n}} \times \frac{1+d \frac{\vec{k}}{\|\vec{k}\|} \cdot \frac{\vec{M}}{\|\vec{M}\|}}{L} \right) \quad (\text{Eq III-18b})$$

où L est la longueur d'atténuation des rayons X, d est l'amplitude maximum de l'effet dichroïque et \vec{n} est la normale à la surface. L'acronyme CL est utilisé pour Circular Left et CR pour Circular Right.

Du fait de la géométrie du STXM en transmission, le STXM est très adapté à la caractérisation des films minces à aimantation perpendiculaire ($\frac{\vec{k}}{\|\vec{k}\|} \cdot \frac{\vec{M}}{\|\vec{M}\|}$ est alors maximum). Inversement, en incidence normale, il n'est pas possible d'obtenir le contraste d'une distribution d'aimantation planaire. Elle peut être obtenue en tiltant le faisceau par rapport à la normale. Enfin, et cela n'est pas un détail dans la mise en œuvre de cette technique, la mesure est faite en transmission. Ceci implique la fabrication de films minces et de nanostructures sur membranes ultraminces (quelques dizaines de nanomètres). Cela va grandement complexifier les étapes technologiques.

A partir des équations (Eq III-18), le contraste magnétique est obtenu en calculant le signal XMCD (Xray Magnetic Circular Dichroism). Ce dernier est égal à

$$\text{XMCD} = \frac{I^{\text{CL-}} - I^{\text{CR}}}{I^{\text{CL+}} + I^{\text{CR}}} \quad (\text{Eq III-19})$$

Afin de faire de l'imagerie, il ne nous reste plus qu'à quantifier l'XMCD pixel par pixel pour en faire une cartographie et remonter à la projection de l'aimantation dans la direction du faisceau. Pour réaliser une telle cartographie, on doit être en mesure de focaliser le faisceau de rayons X et de le déplacer sur la surface de l'échantillon (ou de déplacer l'échantillon par rapport au faisceau).

2.4.2. Instrumentation

D'un point de vue plus pratique, pour utiliser cette technique, une source de lumière polarisée à longueur d'onde réglable est nécessaire. La lumière doit également être focalisée en un seul point de l'échantillon et l'échantillon doit pouvoir être déplacé. Cela nécessite une installation spéciale, il faudra d'abord utiliser le rayonnement synchrotron pour obtenir une lumière suffisamment brillante, accordable en énergie dont la polarisation peut être changée. Puis il faut pouvoir focaliser un faisceau de rayons. La focalisation est obtenue à l'aide d'une lentille de Fresnel. Le faisceau doit traverser l'échantillon et pour cela il doit être déposé sur membrane et l'épaisseur de la couche magnétique elle-même ne doit pas excéder quelques 100 nm. Enfin, il faut pouvoir mesurer l'intensité du faisceau transmis. Les mesures ont été effectuées sur la ligne de lumière HERMES au synchrotron SOLEIL à Paris [115]. Le schéma de la ligne est donné par la Figure III-19.

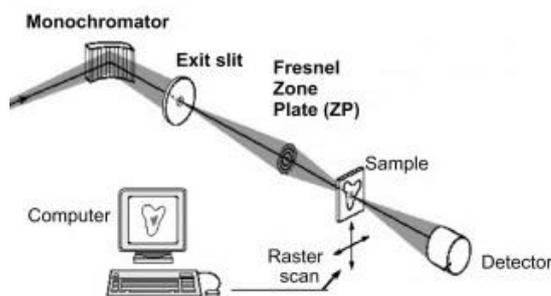


Figure III-19. Schéma de principe du STXM de la ligne de lumière HERMES à SOLEIL (<https://www.synchrotron-soleil.fr/fr/lignes-de-lumiere/hermes>).

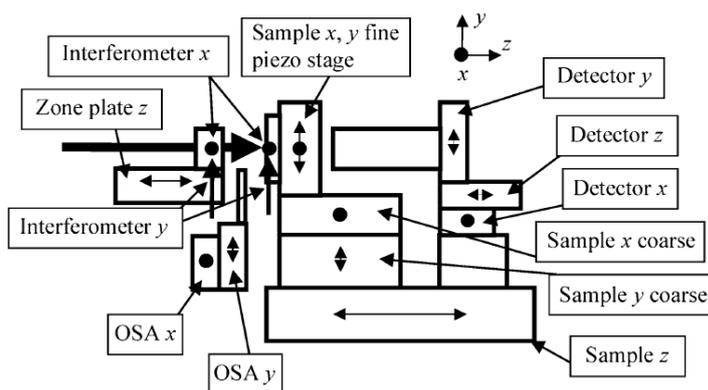


Figure III-20. Détails de l'instrumentation autour de l'échantillon.

Nous n'allons pas nous appesantir sur le fonctionnement d'un synchrotron, mais ce dernier, par la circulation d'électrons produit des photons et une lumière brillante, monochromatique, accordable en énergie dont la polarisation peut être changée. Cette dernière est incidente sur la Fresnel Zone Plate qui permet la focalisation du faisceau.

Fresnel Zone Plate : souvent réduit au titre de Zone-Plate (ZP), elle est l'élément clef du fonctionnement du STXM. Elle sert à la focaliser les rayons X incidents. Elle détermine donc fortement la résolution spatiale que peut atteindre le microscope. Comme tout le monde le sait, il n'est pas possible de focaliser les rayons X à l'aide des lentilles optiques du visible. Pour les rayons X, elle pourra se faire à l'aide d'une lentille de Bragg-Fresnel, qui repose sur le principe de diffraction d'un réseau 2D. Cette dernière est composée d'anneaux concentriques composés d'un matériau absorbant des rayons X (métaux lourds) dont la largeur diminue en s'éloignant du disque central. Cette géométrie permet le passage des rayons X uniquement à travers les zones transparentes (Figure III-21-gauche), gauche. Si le chemin optique parcouru par 2 rayons X provenant de deux zones transparentes adjacentes varie d'une longueur d'onde multipliée par le $m^{\text{ème}}$ ordre de diffraction, une interférence constructive est créée dans le spot de focalisation (Figure III-21-droite). Pour y arriver une condition géométrique est imposée, où r_n , le rayon du $n^{\text{ème}}$ anneau, doit satisfaire l'équation suivante [119], [120]

$$r_n^2 = mn\lambda f_m + \frac{m^2 n^2 \lambda^2}{4}, n = 1..N \quad (\text{Eq III-20})$$

où, m est l'ordre de diffraction, λ la longueur d'onde et f_m la distance focale de l'ordre m .

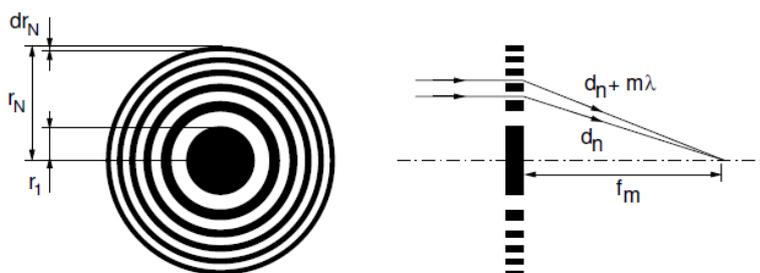


Figure III-21 : Lentille de Fresnel. A gauche, vue de face. A droite, vue de côté. Tirées de [121].

Sous l'approximation où ($f_m \gg n\lambda$), c'est-à-dire aux faibles longueurs d'ondes (quelques nm), le second terme de l'équation (Eq III-20) est négligé. On en déduit alors que la distance focale est égale à

$$f_m = \frac{r_n^2}{mn\lambda} \quad (\text{Eq III-21})$$

A f_m , souvent de l'ordre du millimètre, le spot de focalisation est alors constitué, et sa taille peut être calculée [122], [123]

$$\delta_t = 0.61 \frac{\lambda}{m \text{ NA}} = 1.22 \frac{dr_N}{m} \text{ avec } \text{NA} \approx \frac{\lambda}{2 dr_N} \text{ l'aperture numérique} \quad (\text{Eq III-22})$$

où dr_N est la largeur de l'anneau le plus externe, le N^{eme} . On comprend de l'équation (Eq III-22), que la résolution obtenue en étant sélectif qu'au premier ordre de diffraction est approximativement égale à la largeur de la N^{eme} 'ZP'. Ceci explique l'intérêt technologique porté par certains au développement des 'ZPs' avec la largeur de l'anneau extérieur la plus petite possible [124]. De même, une plus forte résolution latérale est obtenue en travaillant à des ordres de diffraction (m) plus grands, mais qui implique en retour à travailler à des distances focales trop petite (quelques centaines de μm). Pour finir, la ZP est montée sur un étage de balayage piézoélectrique qui permet son déplacement dans les 3 directions de l'espace (x, y, z). Le positionnement de la ZP est maintenu à l'aide d'une boucle interférométrique avec une précisions de l'ordre du nm. Après la focalisation, le faisceau passe par l'OSA

OSA : (Pour *Order Sorting Aperture* en anglais) est constitué d'un seul anneau de diamètre légèrement plus petit que le diamètre du disque central de la 'ZP' (<100 μm). Cet élément, de par sa géométrie, possède la mission de filtrer les ordres supérieurs de diffraction de la ZP de telle sorte que seul le premier ordre de diffraction de la lumière est transmis à l'échantillon. De même que pour la Zone Plate, l'OSA est fixé sur un étage de balayage piézoélectrique pour gérer son déplacement.

Echantillon/ Porte échantillon : du fait que l'exercice d'imagerie se fait en transmission, il est obligatoire que l'échantillon soit déposé sur un substrat peu absorbant aux rayons X. Souvent, des membranes à base de (Si_3N_4) sont utilisées. En conséquent, le porte échantillon est un support métallique avec des ouvertures où la fenêtre optique de la membrane coïncide par-dessus. Encore une fois, le porte échantillon est fixé sur un étage de balayage piézoélectrique qui gère les déplacements lui-même contrôlé par une boucle interférométrique. Dans certaines expériences, un système d'application du champ magnétique a été mise en place pour des mesures sous champ in situ. C'est un quadrupôle magnétique qui permet l'application d'un champ magnétique pouvant aller jusqu'à 200 mT perpendiculairement ou parallèlement au plan de l'échantillon. Il est composé de 4 aimants permanents sous forme de cylindre, aimantés perpendiculairement à l'axe du cylindre.

Photomultiplicateur (PMT) : pour finir, un photomultiplicateur permet de faire la mesure du flux de photons transmis en changeant la position de l'échantillon par rapport aux flux de photons incidents.

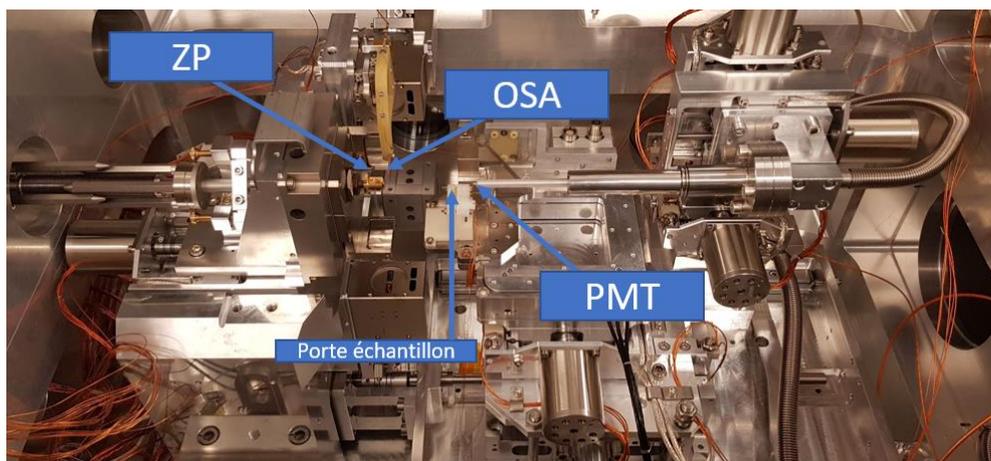


Figure III-22 : Une photo de la manip STXM avec ses différents éléments

2.5. X-ray PhotoEmitted Electron Microscope (X-PEEM)

Dans ce paragraphe nous présenterons succinctement la microscopie XMCD-PEEM. Tous les détails de la technique se trouvent dans la thèse de Souliman El Moussaoui qui a été réalisée sur le même instrument [125]. L'acronyme signifie en anglais : *X-ray Magnetic Circular Dichroism – Photoemission Electron Microscopy*. Cette technique de microscopie est basée sur l'émission de photoélectrons par un matériau soumis à un flux de photons. Il s'agit de détecter les électrons photo émis suite à la désexcitation d'un niveau de cœur (le processus décrit dans la partie dichroïsme). Ce nombre de photoélectrons va donc dépendre du dichroïsme magnétique et donc de l'orientation de \vec{k} , le vecteur d'onde des photons X, et l'aimantation \vec{M} du matériau. Nous obtiendrons à nouveau la projection de l'aimantation dans la direction du faisceau et nous aurons à nouveau la sélectivité chimique du dichroïsme.

Ces électrons sont à leur tour collectés par une colonne d'optique électronique pour ensuite former l'image finale. Compte tenu de leur libre parcours moyen, ces électrons peuvent provenir d'une distance d'environ 5 à 10 nm sous la surface : la microscopie X-PEEM est donc une technique essentiellement sensible à la surface des échantillons. La résolution latérale de l'instrument est déterminée par l'optique électronique. Les meilleures résolutions obtenues sont de l'ordre 20 nm avec des rayons X

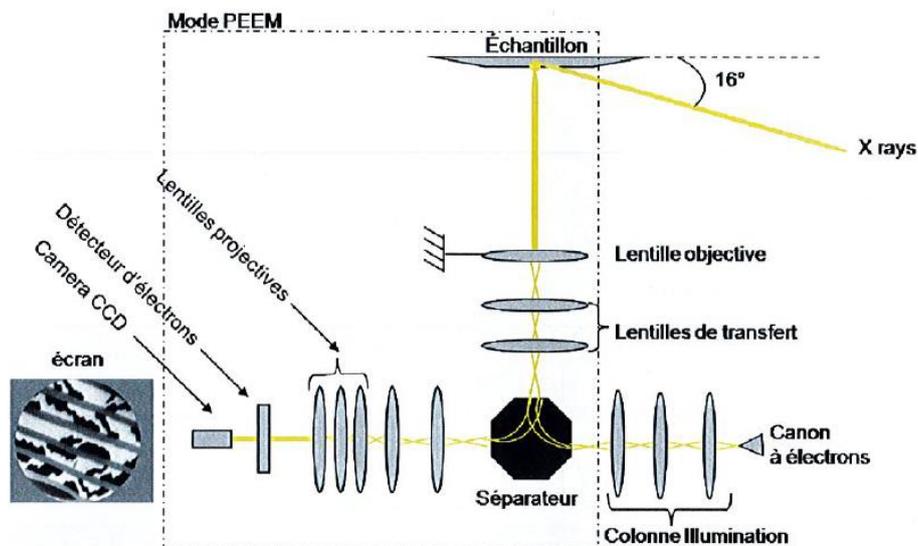


Figure III-23. Figure de principe du X-PEEM

3. Techniques de nanofabrication

Dans le cadre de ma thèse, nous avons été confrontés à l'étude de nanostructures de $[\text{Co/Ni}]_n$ et de CoFeB réalisées à partir de films minces pulvérisés ainsi qu'à la fabrication d'antennes pour l'excitation d'ondes de spin. Un gros travail de développement et d'optimisation de deux procédés de nanofabrication a donc été entrepris. Différents appareils appartenant au centre de compétence « CC minalor » ont donc servi à cette étude. Nous exposerons dans ce qui suit les différentes étapes et équipements qui nous ont permis de le faire. Le développement des nanostructures est reporté dans la suite. En ce qui concerne les antennes, il sera rapporté dans le chapitre relatif à la propagation des ondes de spin.

Il existe une infinité de techniques qui permettent la réalisation de nanostructures. Ici, nous ferons référence à celles issues de la microélectronique. Elles reposent sur la réalisation d'un dessin dans un matériau photosensible ou électrosensible et (i) le transfert de ce dessin dans la couche active dont on veut faire une nanostructure par gravure (technique soustractive) ou bien (ii) l'utilisation de ce matériau comme un pochoir pour le remplir du matériau dont on veut faire une nanostructure, qui se révèle après dissolution du matériau sensible (technique additive).

Dans le cadre de ma thèse, des nanostructures magnétiques ont été réalisées à partir d'une multicouche $[\text{Co/Ni}]_n$ d'épaisseur totale égale à 50 nm ou d'une couche unique de CoFeB d'épaisseur égale à 180 nm. Un schéma qui résume tout le procédé est présenté dans la [Figure III-24](#). On abordera dans ce qui va suivre les détails de chaque étape.

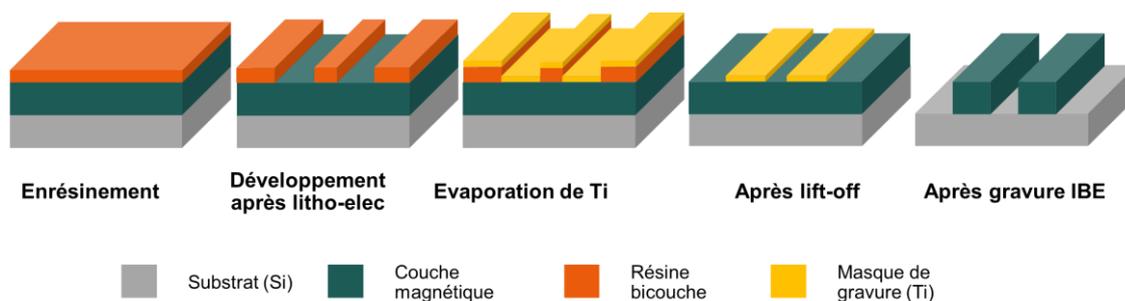


Figure III-24. Schéma de la procédure de nanofabrication des nanostructures magnétiques.

3.1. Enrésinement

Dans cette première étape, une résine électro sensible est déposée sur la surface de l'échantillon. Cette dernière est constituée d'un polymère (série de chaînes carboniques) dilué dans un solvant. Dans le cadre du procédé réalisé, nous avons utilisé une bicouche de (PMMA/MA) / PMMA (PMMA pour polyméthacrylate de méthyle). La bicouche est déposée en plusieurs étapes. Tout d'abord quelques gouttes de PMMA/MA sont déposées sur la surface et sont étalées à l'aide d'une tournette par centrifugation (rotation de l'échantillon sur lui-même). L'épaisseur finale dépend de plusieurs paramètres comme la viscosité de la résine, la vitesse de rotation et l'accélération. Après centrifugation, la résine est recuite pour évaporer les solvants. Puis ces deux étapes sont renouvelées pour le PMMA.

Une bicouche (PMMA/MA) / PMMA est donc réalisée avec des épaisseurs respectives de 200nm et 100nm.

Ce sont 2 résines dites positives c'est-à-dire que lorsqu'elles sont irradiées par un faisceau d'électrons, les longues chaînes carbonées sont cassées. Cependant, après irradiation, la résine PMMA se dissout moins rapidement que la PMMA/MA ce qui permettra par la suite la réalisation des motifs de résine en casquette qui faciliteront le lift off.

Recette : nettoyage de l'échantillon à l'acétone puis l'isopropanol et séchage à l'azote. Enduction PMMA-MA (ARP 617.06), 5000 tours/min pendant 90s, accélération de 7000 rpm/s² et recuit à 180°C sur plaque chauffante pendant 5 minutes. Enduction PMMA 2% (ARP 672.02), 5000 tours/min pendant 90s, accélération de 7000 rpm/s² et recuit à 180°C sur plaque chauffante pendant 5 minutes.

3.2. Lithographie par faisceau d'électrons

La lithographie par faisceau d'électrons repose sur le balayage de la surface d'une résine électrosensible d'un faisceau d'électrons focalisé. Si la résine est positive, l'interaction entre le faisceau et la résine entrainera la coupure des longues chaînes carbonées ce qui rendra la résine plus soluble que les zones non insolées. Si la résine est négative, l'interaction entre le faisceau et la résine entrainera une polymérisation des chaînes carbonées qui deviendront longues, ce qui rendra la résine moins soluble que les zones non insolées. Dans le cadre de cette thèse, j'ai utilisé le masqueur électronique du CC Minalor de l'IJL qui est de marque Raith [126].

La résolution des motifs est gouvernée par deux éléments. Le premier est lié à l'interaction des électrons avec l'échantillon (résine plus substrat). En effet, la diffusion des électrons à l'intérieur de l'échantillon, ainsi que la nature des phénomènes physiques qui l'accompagnent (*backward and forward scattering*) modifient fortement la résolution de la technique. Expérimentalement, cette interaction peut varier en changeant les paramètres propres du faisceau tel que la tension d'accélération des électrons, la densité des électrons, la taille de l'aperture. etc., ou bien avec l'utilisation de différents substrats (isolant ou conducteur par exemple). Le second élément qui détermine la résolution de la technique est la résine elle-même et notamment la longueur des chaînes carbonées. Entre-autres, la résolution est dépendante de la taille du polymère qui constitue la résine (typiquement de quelques de nm). Il est donc nécessaire d'optimiser ces deux éléments selon la résolution souhaitée.

D'une manière générale, la résolution qu'on peut atteindre par lithographie électronique est meilleure comparée à d'autres méthodes de lithographie (optique ou laser). Cependant, sa manière séquentielle d'exposition nécessite un temps d'écriture plus grand que les autres techniques. Pour plus d'informations sur cette technique, il est conseillé de lire [127]–[129].

Ainsi, le développement des nanostructures magnétiques a été réalisé suivant les mêmes paramètres de lithographie. L'énergie d'accélération des électrons étant égale à 20 kV, l'aperture à 10 μm , la distance de travail à 9 mm ainsi que la densité de courant à 100 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ avec des variations de doses pour chacun des échantillons. Le design choisi est donné par la Figure III-25, où pour les barreaux de $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$ la largeur a été variée de 150 nm à 2.5 μm pour une longueur fixe de 20 μm . Pour les plots de CoFeB, le rayon a été varié de 750 nm à 15 μm .



Figure III-25 : Dessin des motifs réalisés par lithographie électronique. A gauche, barreaux de $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$. A droite, plots de CoFeB.

3.3. Développement

Après l'étape de lithographie électronique, l'échantillon est plongé dans un développeur. Ce dernier va dissoudre progressivement la résine. Cependant, comme nous l'avons dit dans le paragraphe précédent, les parties de résine insolées et non insolées n'ont pas la même vitesse de dissolution. Pour une résine positive, la surface exposée à une solubilité plus grande car les chaînes carbonées sont les plus courtes. Selon le type de résine, la vitesse de dissolution est également différente. Ainsi, la vitesse de dissolution du PMMA est plus petite que celle du PMMA/MA. Cette différence va nous permettre de réaliser des motifs dits « casquettes ». Le développement a été réalisé en suivant la recette énoncé ci-dessous.

Recette : Développeur MIBK: IPA 2:3 pendant 60 s, et rinçage avec isopropanol (IPA) pendant 30 s et séchage à l'azote.

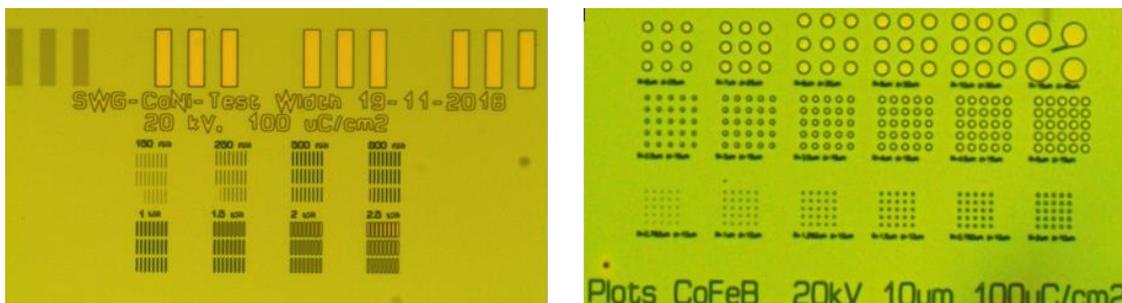


Figure III-26 : Images de microscopie optique des formes définies dans la résine. A gauche, formes définies dans la résine au-dessus d'une multicouche $[\text{Co/Ni}]_n$. A droite, formes définies dans la résine au-dessus d'une couche unique de CoFeB. Image après développement.

Des images au microscope optique après développement sont données pour les 2 types de structures réalisées dans la Figure III-26.

Pour une résine donnée, le développement est isotrope. Si l'on considère une résine bi-couche, le profil de la résine après développement, en considérant que la résine 2 se dissout plus lentement, va ressembler à celui schématisé Figure III-27. On parle alors d'un profil casquette. Nous allons voir par la suite l'intérêt d'un tel profil.

A l'issue de cette étape, nous avons réalisé des nanostructures dont le matériau est composé d'un polymère et non de nanostructures composées des matériaux d'intérêt ($[\text{Co/Ni}]_n$ et CoFeB). Il nous faut donc maintenant transférer ces formes dans les films minces réalisés par PVD.

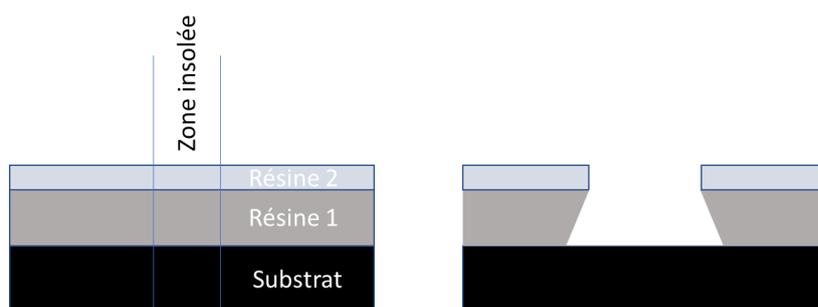


Figure III-27. Schéma de la réalisation d'un profil « casquette ».

3.4. Masque de gravure et lift-off

Le transfert des formes dans les films minces obtenus par PVD est réalisé par gravure. A priori, la nanostructure polymère peut être utilisée pour masquer des zones de la couche qui ne seront

pas gravées. Cependant, la résistance du polymère à la gravure est limitée, elle va durcir pendant la gravure ce qui entrainera un retrait difficile de la résine après la gravure et, de plus, le polymère peut fluer si l'échantillon chauffe durant la gravure. C'est pour cela que souvent des masques à base de métaux, d'oxydes ou de nitrure sont utilisés. A l'IJL, les procédés développés jusqu'à présent sont à base d'aluminium, son retrait étant aisé à la fin de tout procédé technologique à l'aide d'une solution de soude. Nous parlerons donc de masque à base de métaux.

3.4.1. Masque de gravure par lift-off

Le masque métal sera obtenu par dépôt d'un métal sur les motifs en résine. Une couche de métal sera déposée par pulvérisation ou évaporation sur la bi-couche de résine. C'est là que nous voyons l'intérêt d'une bi-couche. Sur la (Figure III-28 gauche), à cause de la forme casquette, la couche de métal ne sera pas continue. Aux endroits entourés de rouge, le solvant des résines pourra atteindre les résines, dissoudre les résines et ne laisser sur la surface que le dépôt de métal sur le substrat ou sur la couche déposée sur le substrat. Sans ce profil « casquette », la couche de métal peut être continue et la dissolution de la résine impossible. Ce processus de dissolution de résine tout en laissant des zones métalliques sur la surface est appelé lift off de la couche de métal.

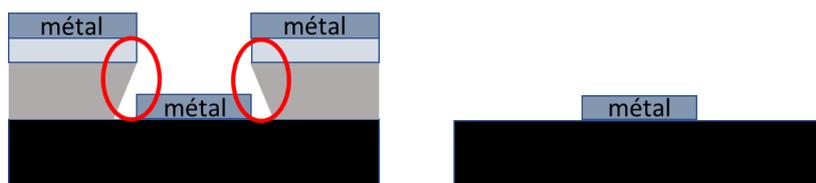


Figure III-28. Schéma de la réalisation d'un profil « casquette ».

Pour que le métal joue son rôle de masque à la gravure, il faut qu'il protège la couche à graver durant la gravure de la couche. Si la vitesse de gravure du métal est égale à celle de la couche, les épaisseurs du métal et de la couche doivent être égales. Si la vitesse de gravure du métal est plus petite, son épaisseur pourra être réduite. Plus l'épaisseur du métal est grande, plus le lift off est difficile à réaliser. Ainsi, on cherche à utiliser des métaux qui ont des vitesses de gravure petites. Plus la technique de dépôt du métal est directive, plus le lift-off sera facilité. On privilégie alors l'utilisation de l'évaporation par rapport à la pulvérisation.

3.4.2. Masque de gravure en Ti

Un masque de gravure en titane fut élaboré par évaporation spécialement pour la fabrication des nanostructures magnétiques. Le titane possède des propriétés physiques lui permettant d'être un choix alternatif à l'utilisation traditionnelle de l'aluminium comme masque de gravure. Entre-autre, le titane étant un atome plus lourd ($Z=47$) que l'aluminium ($Z=27$), lui permet d'avoir une vitesse de gravure plus petite que celle de l'aluminium. Ainsi, les épaisseurs de titane à utiliser pour protéger les couches sont plus petites. Les épaisseurs d'aluminium devenaient prohibitives pour la gravure de couches de 300 nm d'épaisseur de CoFeB.

L'évaporateur par faisceau d'électrons de chez « plassy » du CC Minalor de l'IJL a été utilisé pour le dépôt du masque de Ti.

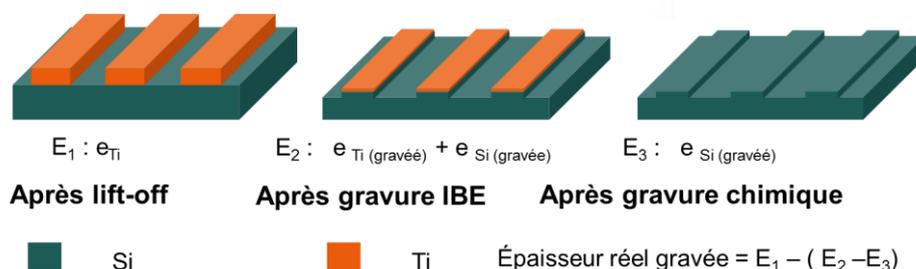


Figure III-29. Schéma de la procédure de développement du masque de gravure en Ti.

La vitesse de gravure du Ti a été mesurée à l'aide de 3 échantillons. Ces échantillons sont composés de barreaux de Ti de 40nm d'épaisseur, de dimensions (longueur = 20 μm , largeur = 1 μm) élaborés par lithographie et évaporation sur substrats de silicium. L'épaisseur du Ti est vérifiée avant gravure sur les 3 échantillons par profilomètre. Par la suite, les 3 échantillons ont été gravés par gravure ionique sèche (voir dans le prochain paragraphe) pendant 10, 20 et 30 minutes respectivement, en utilisant les paramètres suivants (Gaz Ar, énergie des ions 200 eV, angle d'incidence par rapport à la normale à la surface 10°). L'épaisseur des structures après gravure fut mesurée. Enfin, pour éliminer la couche de titane restante, un procédé de gravure chimique (20g NH₄F, 100ml HCl, 300ml H₂O) a été opéré, et l'épaisseur des structures fut vérifiée. Ainsi, l'épaisseur gravée de la couche de titane pour les 3 échantillons fut déduite. Un schéma récapitulatif de la procédure est montré dans la Figure III-29, et les résultats de l'expérience sont résumés dans le tableau ci-dessous.

Liste échantillons	E_1 (après evap / lift-off)	E_2 (après gravure IBE)	E_3 (après gravure chimique)	E Epaisseur gravée
Echantillon A : 10mn de gravure IBE	38.68 nm	60.9 nm	27.9 nm	5 nm
Echantillon B : 20mn de gravure IBE	38.4 nm	82.3 nm	56.5 nm	12.6 nm
Echantillon C : 30mn de gravure IBE	38.3 nm	99.1 nm	79.2 nm	18.4 nm

Tableau III-1. Résumé des mesures d'épaisseurs par profilomètre des échantillons utilisés pour le développement du masque de gravure.

L'évolution de l'épaisseur de Ti gravée en fonction du temps de gravure réalisé (Figure III-30) a permis la détermination de la vitesse de gravure du Ti qui est égale à 0.64 nm/mn.

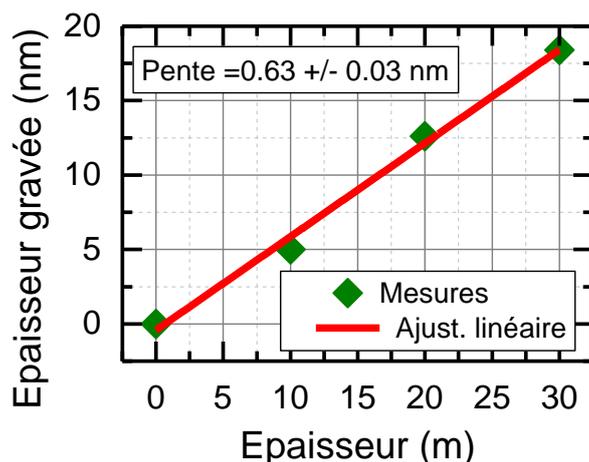


Figure III-30. Evolution de l'épaisseur gravée du masque de Ti en fonction du temps de gravure réalisé.

Pour la réalisation des nanostructures dans le $[\text{Co/Ni}]_n$ et CoFeB, l'épaisseur du Ti a été calculée pour correspondre au temps de gravure de chaque matériau.

3.5. Gravure sèche par faisceau d'ions

L'étape de gravure sèche par faisceau d'ions est la dernière de notre procédé de nanofabrication. Elle est réalisée sur un équipement « 4wave », un équipement de gravure sèche par faisceau d'Ar. Son principe de fonctionnement repose sur la création d'un plasma, via l'ionisation d'un gaz (ici Ar), à l'intérieur d'un canon de gravure. Ce faisceau d'ions est par la suite accéléré, focalisé et neutralisé par son passage à travers une série de grilles avant de bombarder la surface de l'échantillon. Ainsi, si l'énergie des atomes constituant le faisceau est suffisante, les atomes de l'échantillon à graver sont arrachés. Un schéma de principe de la technique est donné dans la Figure III-31. Par rapport à la pulvérisation cathodique, la gravure est beaucoup plus anisotrope ce qui rend l'angle d'incidence du faisceau un paramètre important à optimiser.

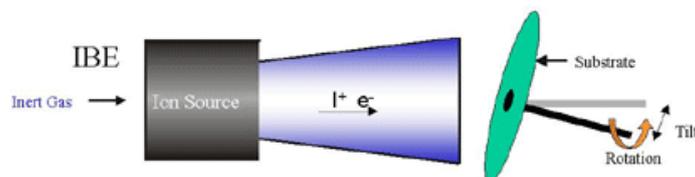


Figure III-31. Schéma de principe de fonctionnement d'une gravure sèche par faisceau d'ions, tiré de [130].

En effet, la vitesse de gravure est dépendante de l'angle de gravure [131]. Son optimisation permet de s'affranchir du re-dépôt des atomes sur les flancs de la nanostructure et notamment de la formation de collerettes. Durant la gravure, les espèces gravées sont analysées par un spectromètre de masse ce qui permet de suivre en temps réel l'avancement de la gravure. En ce qui concerne le développement des nanostructures de $[\text{Co/Ni}]_n$ et CoFeB, cette étape fut réalisée de la même manière, avec un plasma d'ions Argon où l'angle de gravure est fixe à 10° . En

amont de cette étape de ce travail, le temps de gravure a été mesuré pour les deux types d'échantillons qu'on a utilisés. On a donc une vitesse de gravure égalé à ≈ 2.7 nm/mn pour le $[\text{Co/Ni}]_n$, et égale à ≈ 1.85 nm/ mn pour le CoFeB.

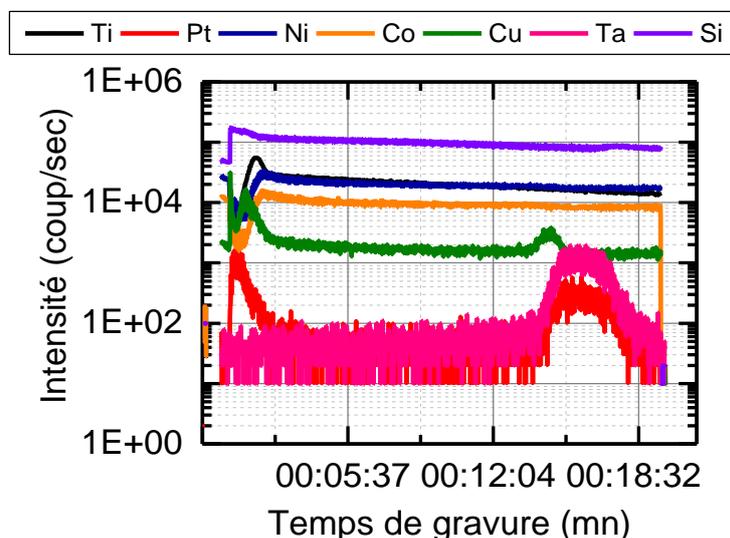


Figure III-32. Suivi de la gravure d'un échantillon $[\text{Co/Ni}]_n$ d'épaisseur égale à 50 nm par SIMS.

Recette : Angle de gravure 10° . Gaz Argon. Courant-faisceau =50 mA. Tension-faisceau=200 V. Puissance RF=72.6 W. Pression de travail $3.3 \cdot 10^{-4}$ Torr.

En guise d'illustration des nanostructures réalisées, la Figure III-33 donne des mesures AFM de la topographie d'une nanostructure de $[\text{Co/Ni}]_n$. La Figure III-34 donne une représentation en 3d d'un plot de CoFeB d'un rayon d'1 μm . L'utilisation d'une fine couche de Ti permet de s'affranchir de la présence de collerettes et facilitera les observations MFM.

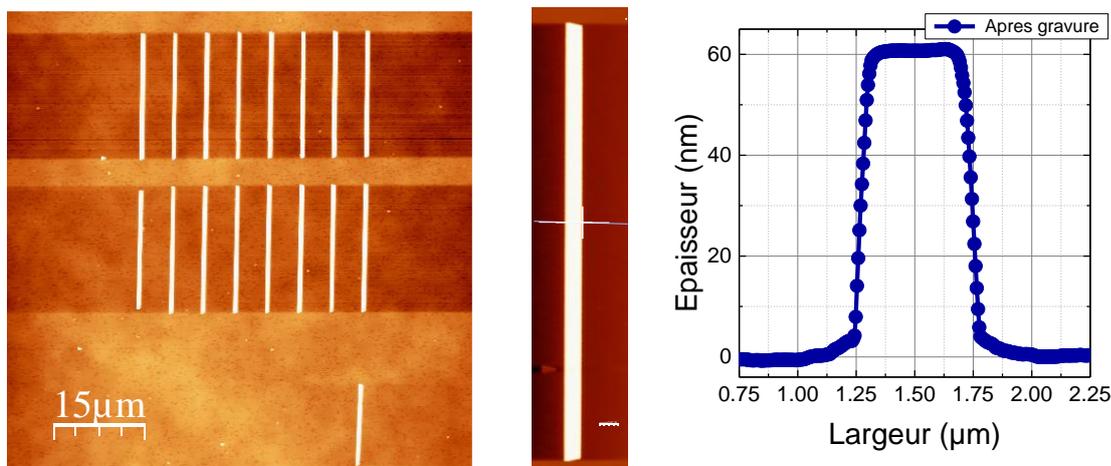


Figure III-33 : A gauche : image AFM d'un réseau de barreaux de $[\text{Co/Ni}]_n$ à la fin du procédé de nanofabrication. Au centre : image AFM d'une microstructure de $[\text{Co/Ni}]_n$. A droite : un profil de l'épaisseur est tracé pour la même structure.

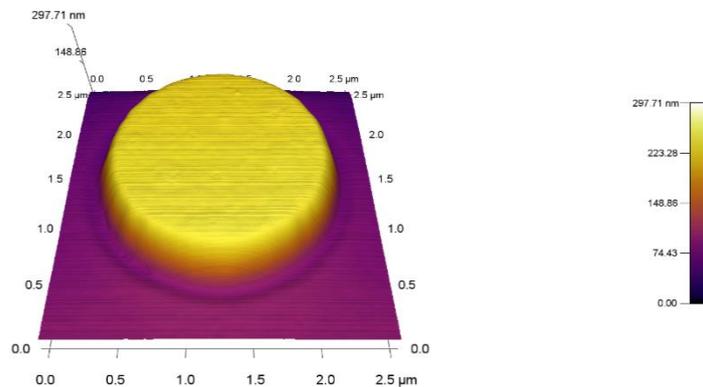


Figure III-34 : Plot de CoFeB d'épaisseur égale à 180 nm et d'un rayon de 1 μm à la fin du procédé de nanofabrication.

IV. Les domaines magnétiques en Weak Stripes dans les couches minces de CoFeB

Introduction

Ce chapitre est entièrement dédié à l'étude des propriétés magnétiques de l'alliage $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ en couche mince. Comme nous l'avons évoqué dans le chapitre II, des domaines magnétiques s'apparentant à des *Weak Stripes* ont été observés dans ce matériau. Ces *Weak Stripes* sont facilement orientables, ce qui permettra de facilement ouvrir ou fermer le canal de transmission des ondes de spin. De plus, cet alliage est connu pour avoir un faible coefficient d'amortissement ce qui permettra de propager les ondes de spin sur de longues distances. En partant du savoir-faire de l'équipe dans le dépôt de ce matériau sous forme de couche ultrafine, nous avons étudié les propriétés structurales de couches d'épaisseur variant entre 100 et 270 nm, leurs propriétés magnétiques macroscopiques mais également microscopiques. L'ensemble de ces propriétés feront l'objet des différents paragraphes qui vont suivre.

1. Echantillons

Nous avons donc décidé de travailler avec une couche de CoFeB déposée par pulvérisation cathodique magnétron à partir d'une cible $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ atomique avec des épaisseurs variant entre 100 nm et 270 nm. Cette variation en épaisseur nous permettra de trouver l'épaisseur de transition entre l'état planaire et l'état *Weak Stripes* (WS). Comme toujours, ces couches sont déposées sur des substrats extrêmement plats, à l'échelle atomique. Ces substrats seront soit du verre float glass, soit du silicium intrinsèque, soit du silicium recouvert de 100 nm de SiO thermique ou bien des membranes. Le choix du substrat dépendra du type de mesure à réaliser ou du type de process technologique à réaliser. Pour gommer l'influence du substrat sur la croissance du CoFeB, pour éviter la diffusion du silicium ou de l'oxygène dans le CoFeB, et pour permettre une bonne accroche de la couche, nous déposons systématiquement 3 à 5 nm de tantale sur le substrat. Ensuite, la couche active est déposée et protégée contre l'oxydation ou les attaques des produits chimiques utilisés durant les étapes technologiques. Cette protection est assurée soit par une couche de Pt (5 nm), soit par une couche de Ta (5 nm).

Echantillon type : Substrat/Ta (3 nm)/CoFeB (t nm)/Pt (5 nm).

Conditions de croissance :

- Etching substrat
Pression 1×10^{-2} mbar, gaz Ar, 100W, 60s, taille porte échantillon 4 pouces
- Dépôt des couches
Pression 5×10^{-3} mbar, gaz Ar

<i>Matériau</i>	<i>Cible</i>	<i>Alimentation</i>	<i>Puissance</i>	<i>Nombre de balayages</i>	<i>Vitesse</i>
Ta	3 pouces	DC	30W	24	4tours/mn
CoFeB	3 pouces	RF	90W	X	1tour/mn
Pt	2 pouces	DC	15W	28	4tours/mn

Tableau IV-1. Conditions de croissance des multicouches.

2. Propriétés structurales et chimiques

L'étude de la structure cristallographique des films minces de CoFeB a été réalisée par microscopie électronique à transmission (MET) et à balayage (METB) sur un équipement JEM - ARM 200F. Pour ce qui est de l'analyse de la composition chimique, l'EDS (*Energy dispersive spectroscopy*) et l'EELS (*Electron energy loss spectroscopy*) furent utilisées d'une part et le SIMS (*Secondary Ion Mass Spectrometry*) d'autre part. Ces expériences ont été réalisées à l'Institut Jean Lamour notamment au centre de compétence « CC 3M ». Des mesures complémentaires d'AFM ont quant à elles servi à l'étude de la rugosité de la surface.

L'étude de la microstructure des couches de CoFeB par MET a été réalisée sur l'échantillon Si/SiO/Ta (3 nm)/CoFeB (300 nm)/Pt (5 nm). En amont de l'analyse, une couche de platine fut déposée sur la surface de l'échantillon, pour permettre la réalisation d'une lame mince d'environ 100 nm d'épaisseur par gravure ionique FIB (*Focused Ion Beam*). Cette lame est par

la suite soudée sur une grille avant son introduction dans le microscope. Afin d'essayer de mettre en évidence l'origine de l'axe d'anisotropie induit durant le dépôt, des lames ont été réalisées dans deux directions de l'échantillon: la lame mince « CoFeB para » permettra une observation de la structure à l'échelle atomique parallèle à l'axe d'anisotropie magnétique alors que la lame mince « CoFeB ortho » permettra une observation de la structure à l'échelle atomique orthogonale à l'axe d'anisotropie magnétique.

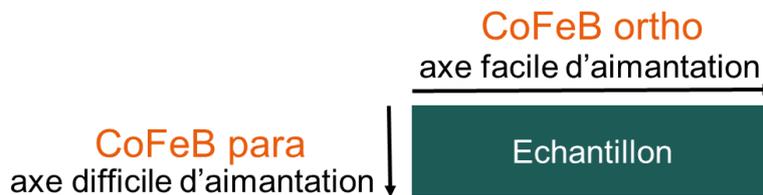


Figure IV-1. Les différentes orientations de coupes qui ont été réalisées pour l'observation au TEM.

La Figure IV-2 montre un cliché MET typique d'une coupe transverse de l'échantillon réalisée en mode BF (*Bright Field*). Ce dernier a permis de mesurer l'épaisseur de la couche magnétique déposée, qu'on trouve 10% inférieure (270 nm) à celle attendue (300 nm). Cette différence provient uniquement d'une mauvaise calibration du temps de dépôt. Ainsi par la suite, nous donnerons les épaisseurs vraies, avec la bonne calibration d'épaisseur. Cette information est primordiale pour la détermination des paramètres magnétiques qui dépendent du volume et donc de l'épaisseur qui seront exposés tout au long de ce chapitre.

En complément de cette mesure, un cliché MET en haute résolution en mode BF est réalisé sur la couche magnétique (Figure IV-3-a). Une analyse dans l'espace de Fourier de l'image présente quant à elle un anneau suggérant une structure amorphe. La mesure du rayon de ce cercle permettra de connaître la distance premier voisin. Nous avons également constaté qu'après un temps d'observation long, des anneaux supplémentaires, plus fins, pouvaient apparaître (Figure IV-3-b). Ces derniers sont directement liés à la cristallisation de la couche de CoFeB sous le chauffage du faisceau d'électrons. Nous prendrons donc garde par la suite à faire des mesures rapides pour éviter cette cristallisation.

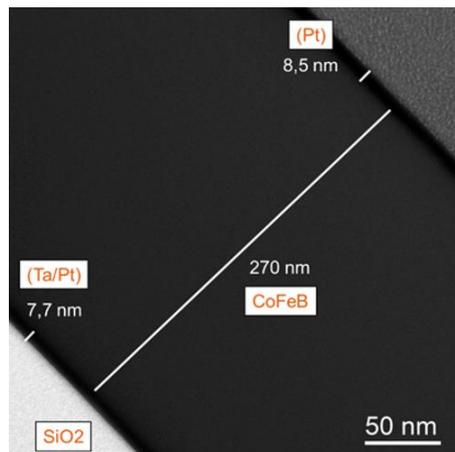


Figure IV-2. Cliché TEM en mode BF d'une coupe transverse d'un échantillon CoFeB (270 nm).

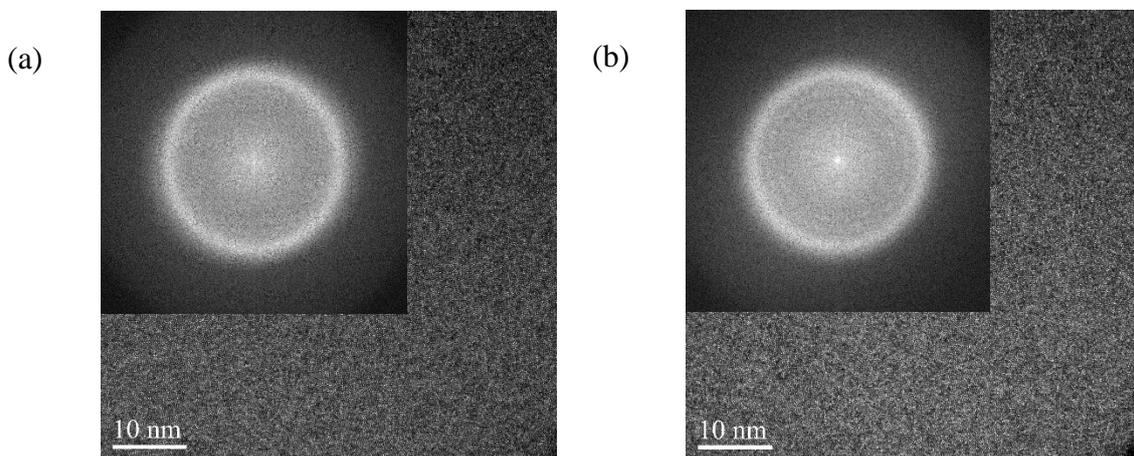


Figure IV-3. Cliché TEM à haute résolution réalisé en mode BF sur la couche magnétique et transformée de Fourier bidimensionnelle du cliché HR-TEM de la couche de CoFeB. (a) faible irradiation ; (b) forte irradiation.

Pour confirmer ces résultats, des expériences de diffraction d'électrons (SAED) ont été réalisées. Ces dernières ont été réalisées sur les deux coupes de l'échantillon ainsi qu'à trois positions dans la couche (proche du Pt, au centre de la couche, proche du Ta). Les résultats sont reportés dans la Figure IV-4. Tous les clichés SAED se ressemblent : un large anneau diffus est présent, anneau que nous allons analyser par la suite.

En regardant les clichés de la Figure IV-4, il est difficile de mettre en évidence une quelconque asymétrie des clichés de diffraction. C'est pour cela que nous avons fait une analyse angulaire des clichés. Pour chaque cliché, à chaque angle est assigné la moyenne sur un secteur angulaire de 5° comme cela est décrit dans la Figure IV-5-a. La variation de cette moyenne en fonction de l'angle est reportée sur la Figure IV-5-b pour les 6 clichés de diffraction ci-dessus.

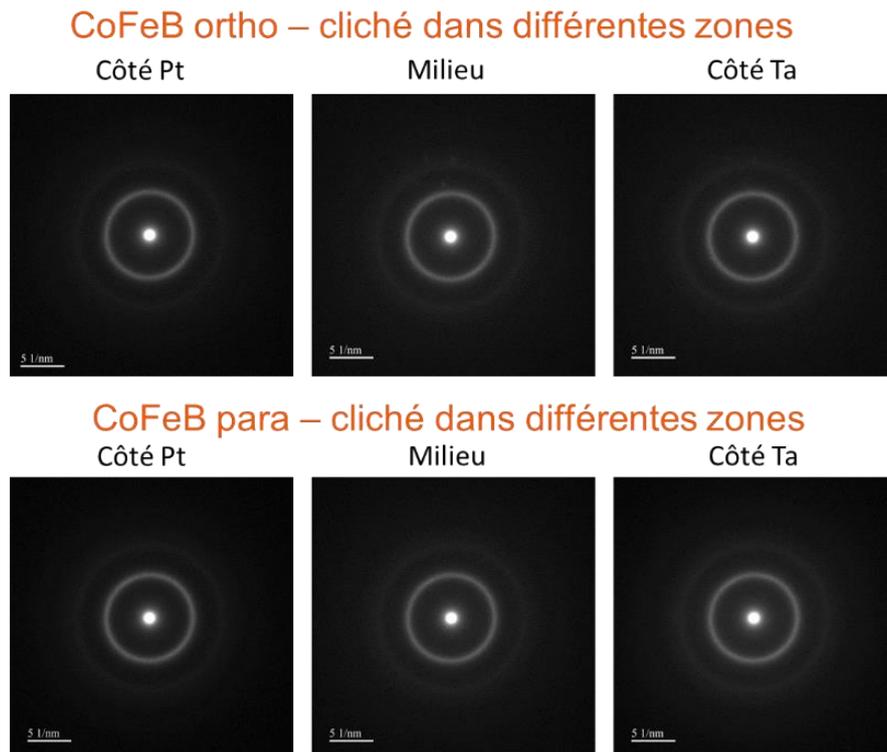


Figure IV-4. Clichés de diffraction réalisés sur la couche magnétique de CoFeB. En haut, dans la coupe ortho, dans le CoFeB proche du Pt, au milieu de la couche et proche du Ta. En bas, dans la coupe para, dans le CoFeB proche du Pt, au milieu de la couche et proche du Ta.

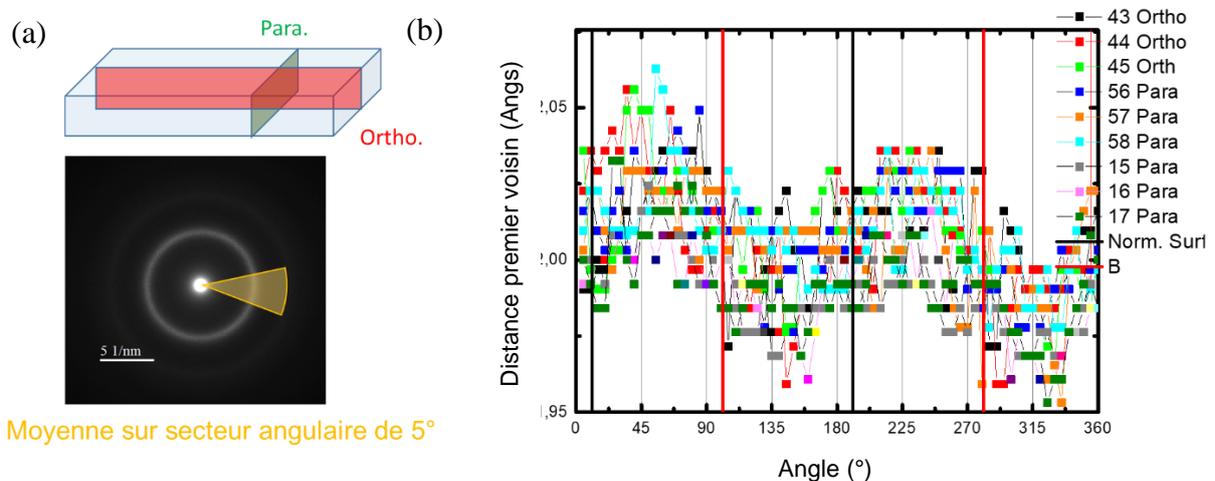


Figure IV-5. Analyse angulaire des 6 clichés de diffraction.

Les 6 clichés présentent exactement les mêmes comportements angulaires très bruités, avec une variation maximale de $\pm 2.5\%$. En moyennant les points pour sortir du bruit, nous sommes proches de $\pm 1\%$ qui est dans la limite d'astigmatisme de nos microscopes. Malheureusement, de cette variation, il n'y a pas grand-chose à tirer à part que nos couches semblent isotropes avec une distance entre atomes premiers voisins proche de 0.2 nm. Nous n'avons ainsi pas pu

mettre en évidence des effets de contraintes pour expliquer l'origine de l'anisotropie planaire et perpendiculaire de nos couches.

En ce qui concerne la stœchiométrie de l'alliage, l'analyse chimique de la couche de CoFeB a été réalisée par EDS (Figure IV-6). Nous retrouvons les pics d'absorption correspondant aux seuils K et L du cobalt et de fer. Ce résultat confirme logiquement la présence de ces deux éléments dans la couche, et présente un pourcentage atomique proche de celui de la cible de pulvérisation : Co 51% et Fe 49%. On constate également l'existence d'un pic de faible intensité au seuil K du bore. Néanmoins, à cause de la faible sensibilité de la technique aux éléments légers, nous n'avons pas pu remonter au pourcentage atomique de cet élément dans la couche. Dans la Figure IV-7, nous montrons des cartographies réalisées par EDS en mode METB des différents éléments présents dans notre échantillon. De cela, on confirme que les 2 éléments magnétiques utilisés sont parfaitement homogènes sur l'ensemble de la couche magnétique. Pour ce qui est du bore, et pour les mêmes raisons citées auparavant, ne nous pouvons conclure sur sa distribution dans la couche magnétique.

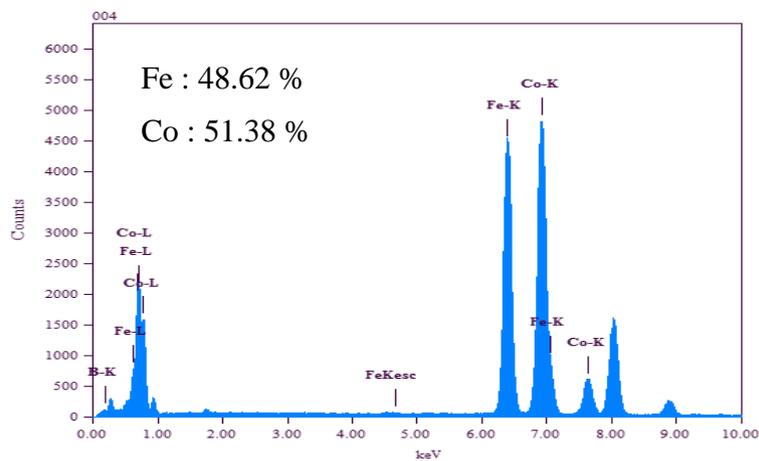


Figure IV-6. Analyse de la composition chimique de la couche de CoFeB faite par EDS.

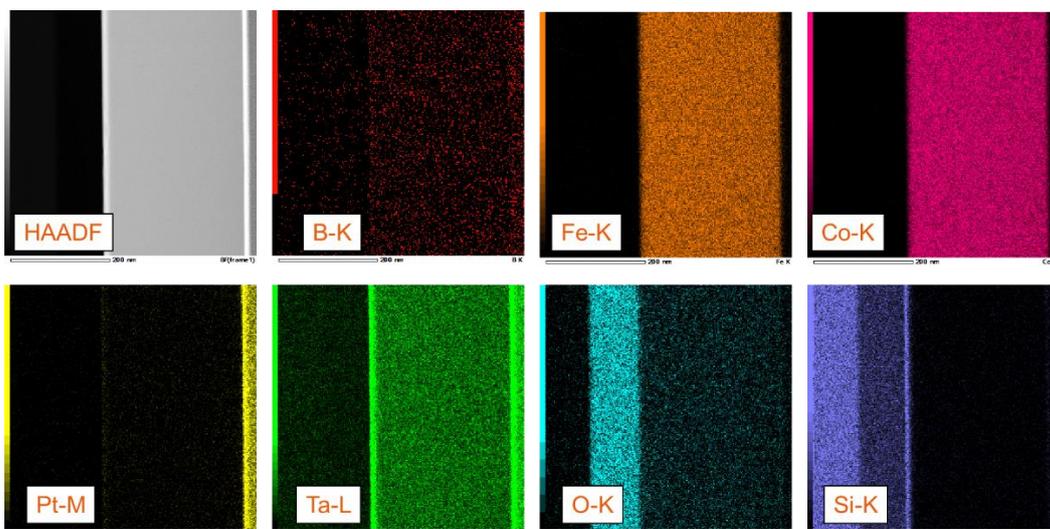


Figure IV-7. Cartographies des différents éléments chimiques réalisées par EDS en mode METB.

Pour répondre à la question du pourcentage atomique des atomes de B dans la couche magnétique, des mesures complémentaires faites par SIMS (Figure IV-8-a) et de EELS (Figure IV-8) ont été réalisées. Ces dernières ont confirmé la présence d'atomes de B dans nos couches, mais n'ont pas été concluantes pour remonter au pourcentage atomique du B dans notre couche. Pour l'EELS, cela provient de la faible intensité du signal, pour le SIMS, cela provient de l'absence d'un échantillon de référence.

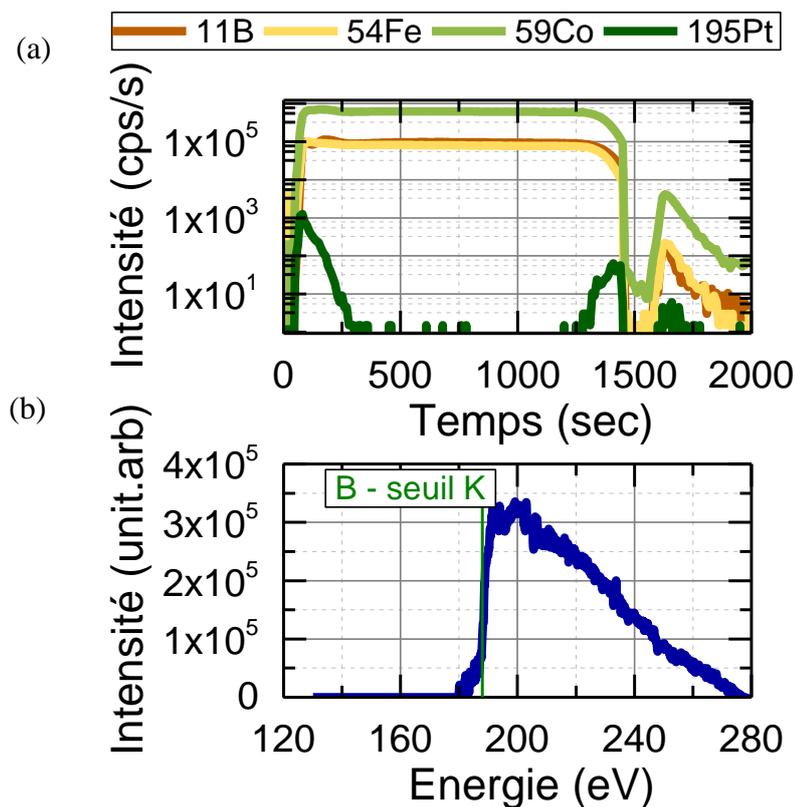


Figure IV-8. (a) Evolution des signaux provenant des différents éléments chimiques en fonction du temps de gravure (SIMS) (b) Spectre EELS propre au seuil K du bore présent dans l'échantillon.

La morphologie de la surface a été étudiée à l'aide d'un microscope à force atomique. Nous rapportons ici le résultat de la mesure sur l'échantillon le plus épais c'est-à-dire 270 nm, sachant que les autres échantillons sont plus plats. Comme nous le voyons sur la Figure IV-9, la rugosité RMS est égale à 0.26 nm et la rugosité pic à pic est inférieure à 0.8nm. Comme nous le voyons sur le scan de 5µm x 5µm, la surface est homogène.

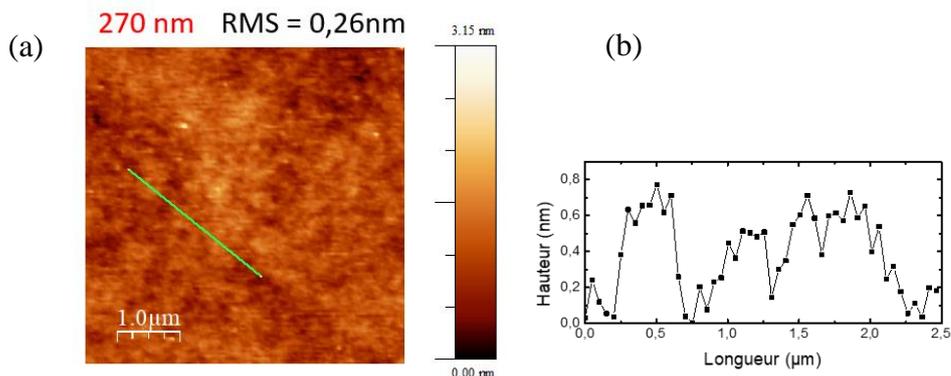


Figure IV-9. Mesure par microscopie de force atomique de la surface d'un échantillon de 270 nm d'épaisseur. (a) image 2D de la surface. (b) profil de topographie sur la ligne verte définie dans l'image.

3. Propriétés magnétiques macroscopiques

La détermination des propriétés magnétiques macroscopiques de nos couches de CoFeB est une première étape dans la réussite de notre projet. En effet, d'après ce que nous avons pu apprendre de l'état de l'art des *Weak Stripes*, leur existence dans un film mince induit des réponses magnétiques caractéristiques que nous allons chercher dans nos échantillons. La détermination des différentes sources d'anisotropies qui régissent notre matériau magnétique sera une étape décisive. En deuxième lieu, notre but est d'avoir un matériau possédant un faible amortissement magnétique. Ce dernier critère est essentiel pour assurer une propagation à longue portée des ondes de spin dans les parois. Ce paramètre sera mesuré dans notre système.

3.1. Propriétés magnétiques statiques

3.1.1. Détermination de l'aimantation à saturation (M_S)

Un soin particulier a été porté à l'évaluation de l'aimantation à saturation de notre matériau (M_S). En effet, cette valeur va être utilisée par la suite pour la détermination des constantes d'anisotropie puisqu'elle intervient dans celle du champ démagnétisant. Une première série de mesures a été réalisée à l'aide du VSM. La Figure IV-10 rapporte la variation du moment magnétique par unité de surface en fonction de l'épaisseur des couches déterminées par microscopie TEM. S'il n'y a pas de couche morte ou de variation de M_S avec l'épaisseur, nous nous attendons à une variation linéaire. Le résultat des mesures est donné dans la Figure IV-10. L'ajustement par une régression linéaire donne une valeur de l'aimantation à saturation égale à $M_S = 1310$ kA/m. Dans un second temps, l'échantillon de 180 nm a été mesuré à l'aide du PPMS-VSM en configuration planaire du champ magnétique. Une valeur de M_S égale à 1316 kA/m a pu être déterminée. Ce même échantillon a été mesuré à l'aide du SQUID-VSM en champ perpendiculaire. Cette mesure a révélé une valeur de M_S égale à 1369 kA/m. Dans la suite, nous avons décidé d'utiliser une valeur de M_S résultant de la moyenne des différentes mesures. L'aimantation à saturation moyenne pour la série d'échantillons de CoFeB est de $\langle M_S \rangle = 1331$ kA/m.

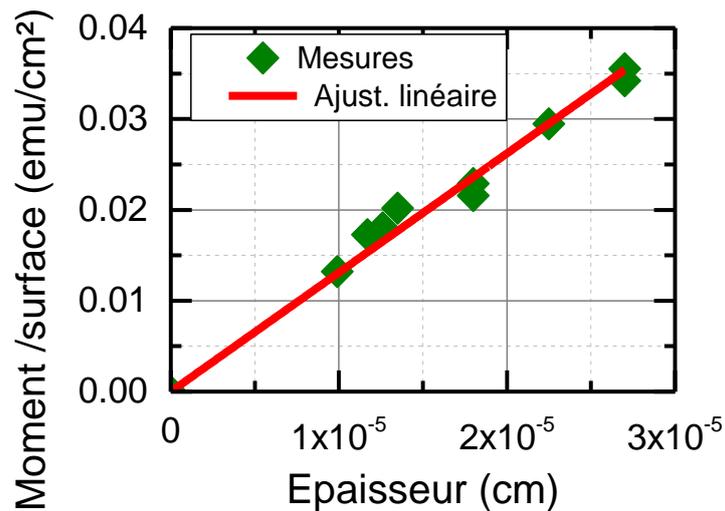


Figure IV-10. Variation du moment magnétique par unité de surface en fonction de l'épaisseur des couches de CoFeB.

3.1.2. Réponse à l'application d'un champ dans le plan

3.1.2.1 Le cycle caractéristique des *Weak Stripes*

Comme nous avons pu le voir dans le chapitre II, la présence d'une structure *Weak Stripes* peut être prédite par la mesure d'un cycle macroscopique caractéristique lorsque le champ est appliqué dans le plan de la couche. Une mesure typique sur un échantillon $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ de 180 nm d'épaisseur est donnée Figure IV-11-a pour un champ variant de $+H_s$ à $-H_s$. Ce type de cycle combine une partie linéaire quasiment non hystérétique avant la saturation positive ou négative, avec une réponse hystérétique autour de zéro. Si l'anisotropie dans le plan est nulle, le cycle est indépendant de la direction d'application du champ dans le plan de la couche. Ce type de cycle se développe dans des films épais (quelques centaines de nanomètres) avec une anisotropie perpendiculaire faible de telle sorte que le facteur de qualité $\left(Q = \frac{K_{\text{Perp}}}{\frac{\mu_0}{2}M_S^2}\right)$ est très inférieur à 1, voir inférieur à 0,1.

A $+H_s$ ou $-H_s$, la nucléation homogène d'une structure sous forme de bandes intervient à partir de l'état saturé planaire. Dans cette dernière, l'aimantation est majoritairement dans le plan de la couche, et seule une petite composante perpendiculaire de l'aimantation apparaît, alternée de bande à bande pour réduire l'énergie de champ démagnétisant (Figure IV-11-b). Cette composante perpendiculaire augmente lorsque le champ appliqué diminue entraînant l'augmentation de l'énergie de champ démagnétisant et de l'énergie d'échange mais réduisant l'énergie d'anisotropie. Cette compétition entraîne une rotation de l'aimantation dans chaque bande et l'apparition de la partie linéaire du cycle d'aimantation. Nous reviendrons plus en détails sur ce processus dans le point 5 de ce chapitre. Dans la partie hystérétique, c'est l'ensemble de la structure en domaines qui doit tourner. Ce processus est très peu documenté dans la littérature. Nous y reviendrons également dans la partie 4 de ce chapitre.

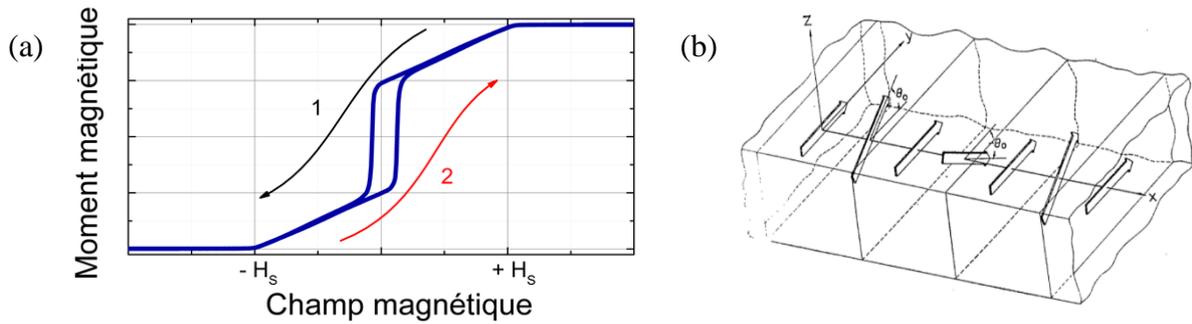


Figure IV-11. (a), cycle d'aimantation typique d'une distribution de l'aimantation en domaines Weak Stripes. (b), illustration d'une distribution de domaines magnétiques en Weak Stripes. Tirée de [25].

Si le facteur de qualité est trop petit ou la couche trop fine, l'aimantation reste dans le plan tout au long du cycle d'aimantation. On retrouvera des réponses magnétiques proches de celles prédites dans le modèle de Stoner et Wohlfarth [132] avec un cycle carré avec une forte rémanence si le champ est appliqué dans la direction de l'axe d'anisotropie et un cycle peu hystérétique et linéaire quand le champ est appliqué dans la direction perpendiculaire à l'axe d'anisotropie. S'il n'y a pas d'axe d'anisotropie, le cycle est indépendant de la direction d'application du champ dans le plan, avec en général une forte rémanence. Nous allons maintenant étudier la dépendance en épaisseur des cycles d'aimantation sachant, d'après la littérature (voir chapitre II), qu'il existe une épaisseur critique pour laquelle on passera d'un comportement « couche à aimantation planaire » à un comportement « Weak Stripes » pour une épaisseur critique égale à :

$$t_{cr} = \left(2\pi \sqrt{\frac{A_{Ech}}{K_{Perp}}} \right) \quad (\text{Eq IV.1})$$

Au début de cette étude, nous n'avions pas d'idée précise sur les valeurs de A_{Ech} et K_{Perp} . Nous avons donc balayé large en épaisseur. Comme nous allons le voir par la suite, grâce à la détermination précise de M_S , une valeur de $A_{Ech} = 17 \text{ pJ}/\text{m}^3$ a pu être déterminée par FMR et une gamme de valeurs de $K_{Perp} = [28 - 44] \text{ kJ}/\text{m}^3$ a pu être déterminée par FMR et magnétométrie VSM. Ainsi, l'épaisseur critique t_{cr} doit se situer entre 120 et 154 nm.

3.1.2.2 Dépendance en épaisseur

Le VSM a été utilisé pour mesurer les réponses magnétiques avec le champ magnétique appliqué dans le plan en fonction de l'épaisseur du CoFeB. Les résultats sont reportés dans les Figure IV-12 et Figure IV-13 pour des épaisseurs variant entre 100 et 270 nm. A partir de ces mesures, nous avons tracé les évolutions des paramètres magnétiques caractéristiques des cycles (H_S , H_C et M_R/M_S) en fonction de l'épaisseur de la couche de CoFeB (Figure IV-14). L'évolution de la forme des cycles d'aimantation observée dans la Figure IV-12 indique bien un passage d'un comportement « couche à aimantation planaire » à un comportement « Weak Stripes » pour une épaisseur autour de 126 nm (dans la fourchette des valeurs estimées dans le paragraphe 3.1.2.1).

En dessous de 126 nm, les cycles sont anisotropes à aimantation planaire. Parallèlement à l'axe d'anisotropie, la rémanence M_R/M_S est grande (autour de 80%) et le champ coercitif est faible (inférieur à 1 mT). Perpendiculairement à l'axe d'anisotropie, la rémanence est petite (autour de 25%), le champ de saturation autour de 7,5 mT. Cette valeur permet de déterminer une valeur approximative de la constante d'anisotropie dans le plan $K_{//} = 5 \text{ kJ/m}^3$. Même si l'existence d'un axe d'anisotropie est claire, les rémanences parallèles à l'axe d'anisotropie (respectivement perpendiculaires à l'axe d'anisotropie) ne sont pas égales à 1 (respectivement 0). Cela veut dire qu'à ces épaisseurs, des distributions d'aimantation doivent déjà être observables.

Au-dessus de 126 nm, les courbes $M(H)$ montrent des courbes typiques d'une aimantation en « *Weak Stripes* ». Ces cycles sont cependant anisotropes dans le plan démontrant que l'axe d'anisotropie planaire subsiste même pour les fortes épaisseurs, voir (Figure IV-13). Son impact dans la réponse magnétique devient de moins en moins visible lorsque l'épaisseur de la couche augmente. Il faudra garder à l'esprit son existence dans l'interprétation des mesures sur les structures en domaines. Globalement, les champs coercitifs sont trois fois plus grands que dans la situation à aimantation dans le plan. Le processus de renversement de l'aimantation ne sera certainement pas le même.

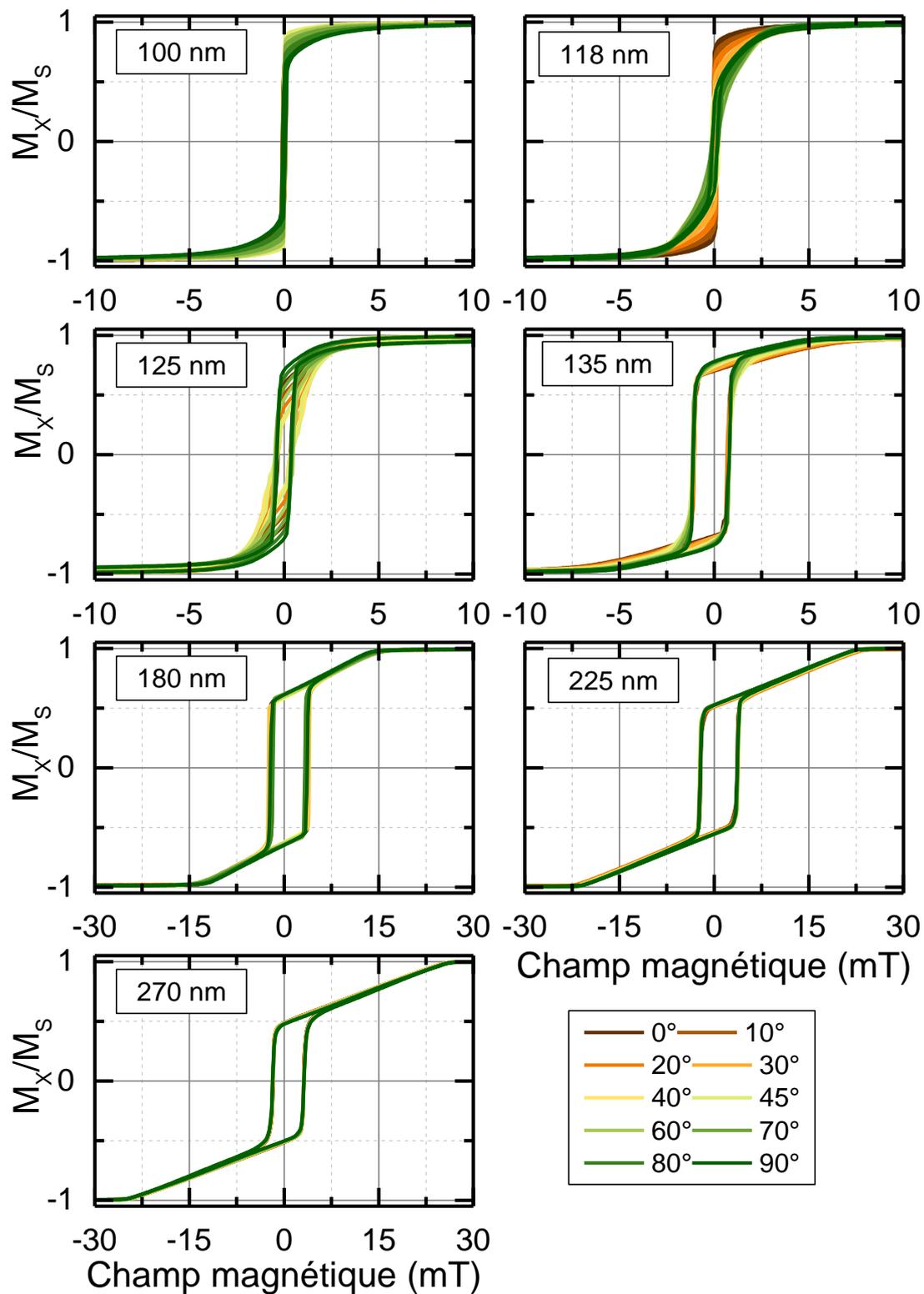


Figure IV-12. Cycles d'aimantation avec le champ appliqué dans le plan de la couche. Les mesures ont été réalisées en changeant l'angle dans le plan de la couche. Les mesures sont rapportées en fonction de l'épaisseur de la couche de CoFeB.

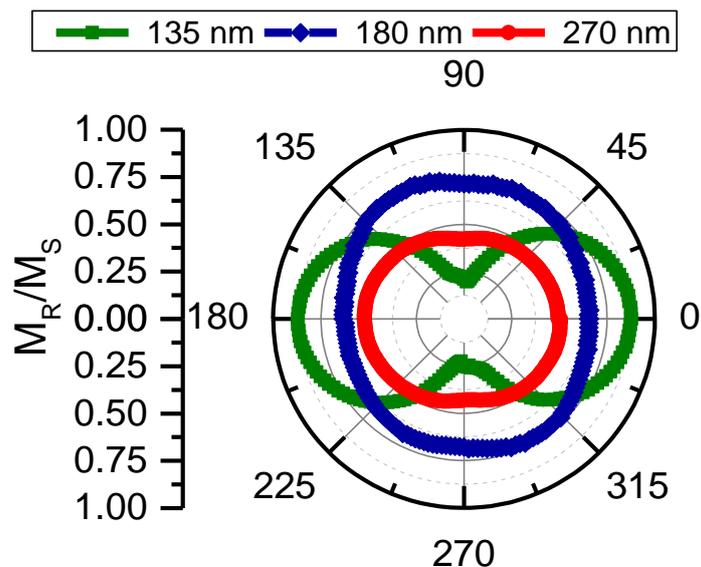


Figure IV-13. Mesure de la rémanence planaire en fonction de l'angle pour des couches de CoFeB d'épaisseur égales à 135, 180 et 270 nm.

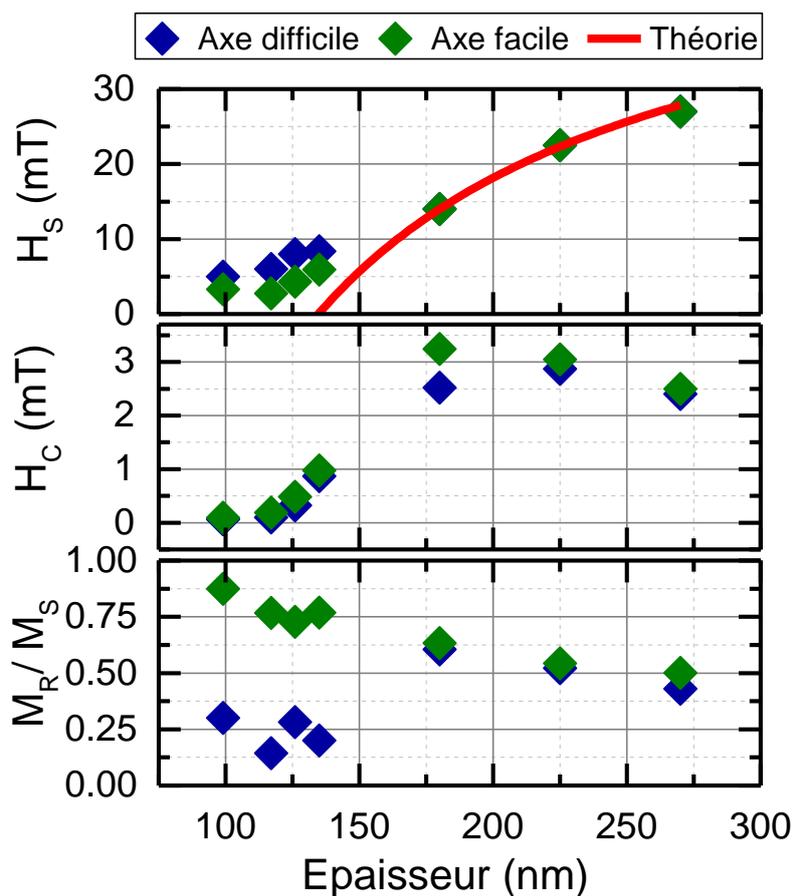


Figure IV-14. Variation des paramètres magnétiques statiques H_s , H_C et M_R/M_S en fonction de l'épaisseur de la couche de CoFeB, mesurées en configuration planaire du champ magnétique selon l'axe difficile et facile de la composante planaire de l'aimantation.

L'aimantation rémanente chute lorsque l'épaisseur du film augmente signe du développement d'une composante d'aimantation perpendiculaire au plan de la couche. M_R/M_S est ainsi réduit à 63 % pour une épaisseur de 180 nm et à 50 % pour une épaisseur de 270 nm. Comme évoqué précédemment, au-delà de 150 nm, M_R/M_S dépend moins de l'orientation du champ dans le plan. Enfin, le champ de saturation H_S augmente quand l'épaisseur du film augmente. C'est un paramètre dont l'évolution a été déterminée par Hubert (voir chapitre II). Théoriquement, le champ de saturation dans le plan devrait suivre la loi :

$$H_S = \frac{2}{M_S} \left(K_{Perp} - \frac{2\pi}{t} \sqrt{A_{Ech} K_{Perp}} \right) \quad (\text{Eq IV-2})$$

où t est l'épaisseur du film. Nous avons tracé l'évolution de H_S en fonction de l'épaisseur en prenant $A_{Ech} = 17 \text{ pJ}/\text{m}^3$ et $K_{Perp} = 44 \text{ kJ}/\text{m}^3$ (courbe rouge dans la Figure IV-14). Un très bon accord est obtenu. Ici encore on retrouve le fait que la tendance prédite pour les *Weak Stripes* n'est pas suivie en dessous des 150 nm.

L'existence d'une anisotropie dans le plan des couches n'est pas une surprise. En effet, étant donné que le dépôt est réalisé par pulvérisation cathodique en balayant l'échantillon au-dessus des cibles, des effets d'ombrage peuvent apparaître (création de colonnes) ou, plus probable, le dépôt des atomes sous le champ magnétique provenant des magnétrons. Les dépôts sous champ sont connus pour induire des axes d'anisotropie magnétique. L'existence de $K_{//} = 5 \text{ kJ}/\text{m}^3$ n'est donc pas surprenante. Par contre, l'existence de K_{Perp} avec des couches magnétiques aussi épaisses, dans des matériaux amorphes, est plus surprenante. Pour essayer d'y voir un peu plus clair, nous avons choisi une épaisseur de CoFeB 180 nm et avons réalisé une étude en fonction de la température.

3.1.2.3 Dépendance aux basses températures

Dans cette partie, nous avons étudié la réponse magnétique d'un échantillon CoFeB 180 nm à l'aide d'un PPMS-VSM. Le champ magnétique est appliqué dans le plan de la couche, parallèle et perpendiculaire à $K_{//}$. La température fut variée entre 295 K et 30 K, et les résultats de l'expérience sont donnés dans la Figure IV-15. L'analyse des paramètres caractéristiques de cycles d'aimantation est donnée dans la Figure IV-16.

Il est clair qu'on observe un changement drastique de la forme des cycles d'aimantation en fonction de la température. Cette transformation s'opère de manière continue entre 200 K et 155 K. De 295 K à 200 K, nous retrouvons un comportement *Weak Stripes* et en dessous de 155 K, le comportement d'un film mince à aimantation planaire. Etant donné que l'aimantation à saturation ne varie quasiment pas sur toute la gamme de température étudiée, ce comportement doit être lié à l'évolution en température de la constante d'anisotropie K_{Perp} . De plus, le passage *Weak Stripes* vers film à aimantation plan ne peut se faire que par une diminution de K_{Perp} . Ainsi K_{Perp} doit diminuer lorsque la température diminue.

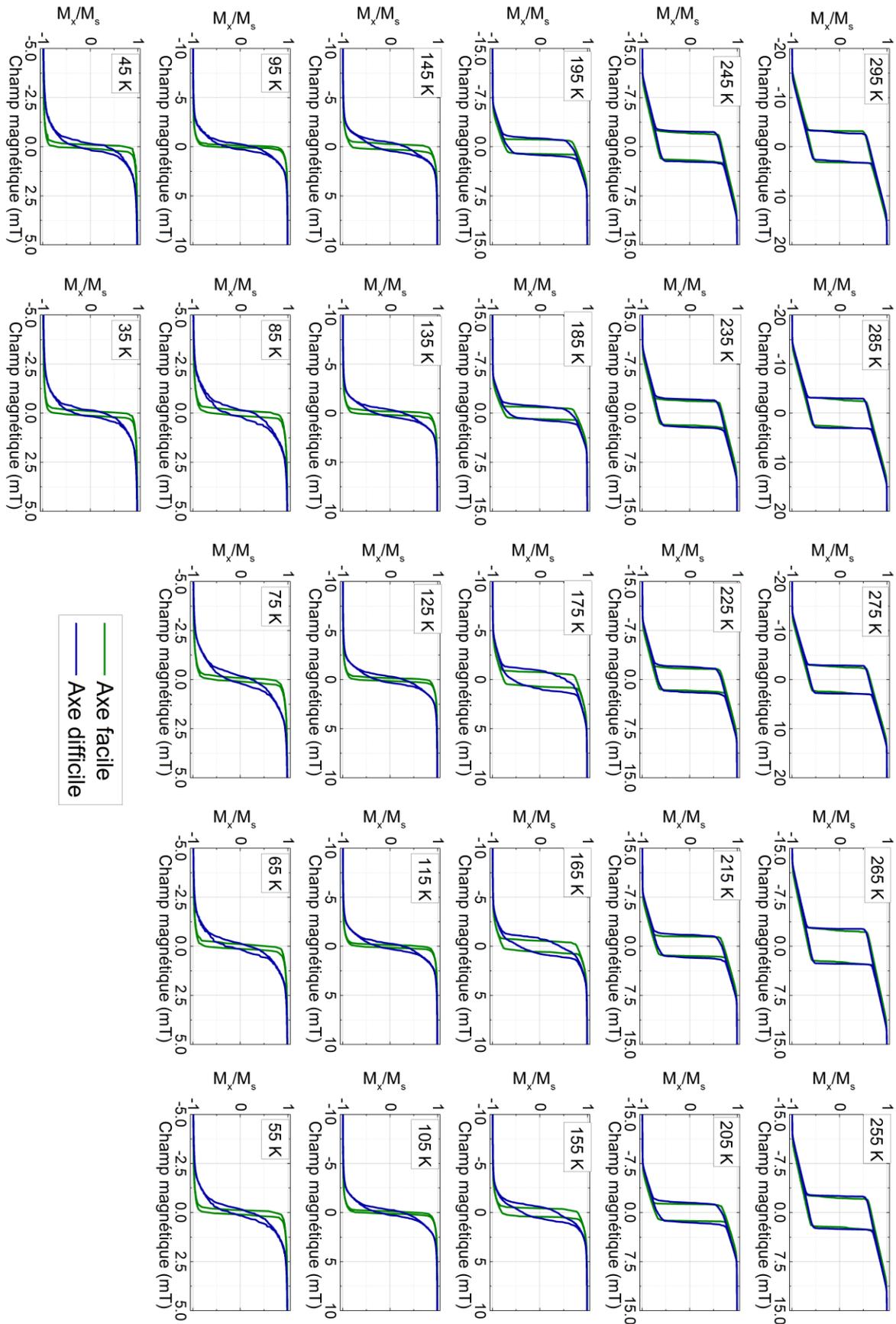


Figure IV-15. Cycles d'aimantation en fonction de la température d'une couche magnétique CoFeB d'épaisseur égale à 180 nm en configuration planaire avec le champ appliqué parallèle et perpendiculaire à $K//$.

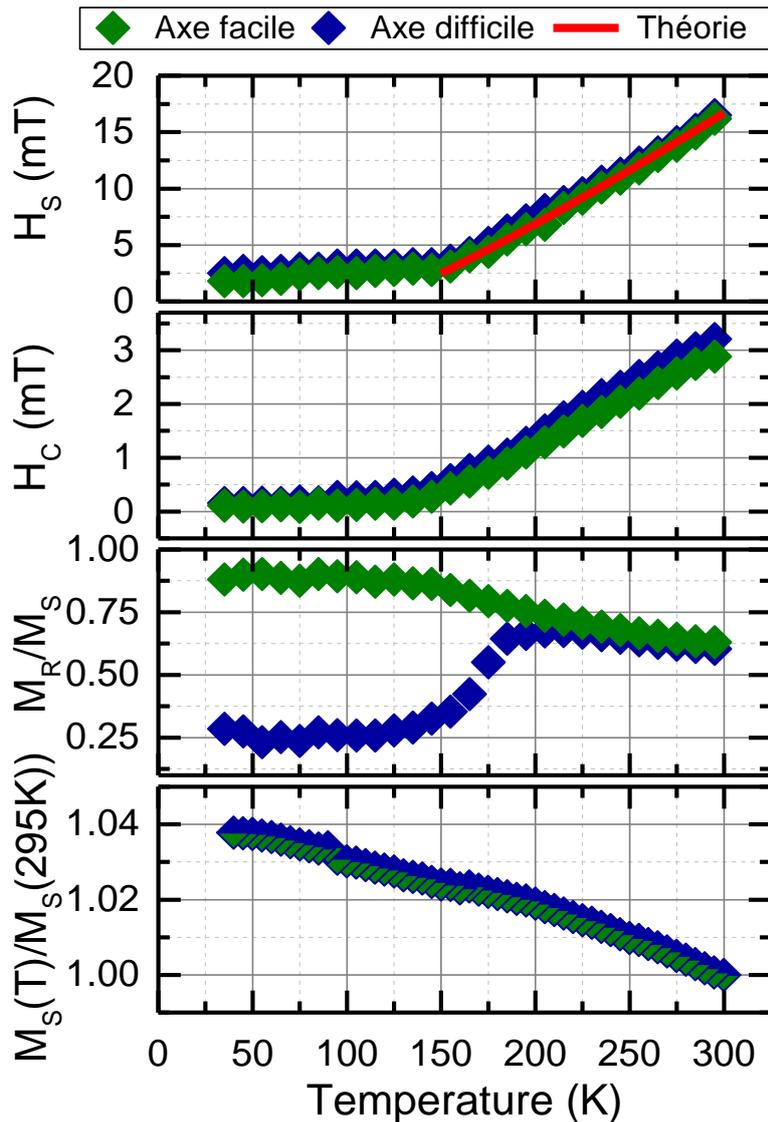


Figure IV-16. Variation du champ de saturation H_S , du champ coercitif H_C , de l'aimantation rémanence (M_R/M_S) et de $M_S/M_S(300K)$ en fonction de la température pour une épaisseur de CoFeB égale à 180 nm. Le champ est appliqué dans le plan, parallèle et perpendiculaire à $K//$.

De manière intéressante, il est possible de reprendre les équations (Eq IV-1) et (Eq IV-2) pour évaluer les valeurs de K_{Perp} en fonction de la température. En effet, en dessous de 150 K, nous avons perdu la structure *Weak Stripes*. L'anisotropie n'est plus suffisante pour stabiliser la structure. L'équation (Eq IV-1) nous permet d'évaluer la valeur de K_{Perp} lorsque cette transition intervient pour une épaisseur $t=180$ nm

$$K_{Perp} = \left(\frac{2\pi}{t}\right)^2 A_{Ech} = 20.7 \text{ kJ}/\text{m}^3$$

Ensuite, nous pouvons prendre l'expression du champ de saturation dans le plan (Eq IV-2) pour essayer de reproduire la variation expérimentale du champ de saturation dans le plan à partir d'une variation en température de K_{Perp} . Nous connaissons les K_{Perp} pour deux valeurs de température (22 kJ/m³ à 150 K et 37 kJ/m³ à 295 K) et ferons l'hypothèse de K_{Perp} varie linéairement avec la température. Il vient alors que :

$$K_{Perp}(T) = 20.7 + 0.11 (T - 150) \frac{kJ}{m^3} \quad (\text{Eq IV-3})$$

Au champ de saturation calculé avec (Eq IV-2), nous rajouterons une contribution résiduelle de la couche égale à 2.5 mT. Le résultat est reporté sur la [Figure IV-16](#). Un bon accord avec la variation expérimentale a pu être obtenu. Une diminution de l'anisotropie lorsque la température diminue n'est pas un comportement habituel. En effet, c'est souvent le comportement inverse qui est observé notamment pour l'anisotropie d'origine magnétocristalline. Dans notre cas, nous avons montré que le CoFeB est amorphe et la seule source d'anisotropie que nous suspectons est celle d'origine magnétostrictive. En effet, CoFeB est connu pour avoir des coefficients magnétostrictifs de l'ordre de grandeur de celle du Ni. Pour un matériau polycristallin, l'énergie d'anisotropie magnétostrictive possède pour expression (chapitre II)

$$E_V^{ME} = K_V^{ME} V \sin^2 \theta \quad (\text{Eq IV-4})$$

avec $K_V^{ME} = \left(\frac{3}{2}\right) \lambda_s \sigma$ dans le cas d'un matériau isotrope. Une diminution de K_V^{ME} est donc synonyme d'une diminution du produit $\lambda_s \sigma$.

En ce qui concerne λ_s , le coefficient de magnétostriction pour du $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ à température ambiante est positif et égal à $\lambda_s = 20 \cdot 10^{-6}$ selon [133], [134]. O'Handley et al [134] ont montré que la variation du coefficient de magnétostriction avec la température est très dépendante de la stœchiométrie de l'alliage CoFeB. D'après, il apparait clairement que, dès lors que le pourcentage atomique de fer dans l'alliage est supérieure à 10 %, λ_s est toujours positif et augmente quand la température diminue. Ainsi, une diminution de $\lambda_s \sigma$ et donc de K_V^{ME} ne peut être liée qu'à une diminution de la contrainte σ . Pour confirmer cette intuition, des mesures complémentaires sont nécessaires, qui par défaut de temps n'ont pas pu être réalisées dans le cadre de cette thèse.

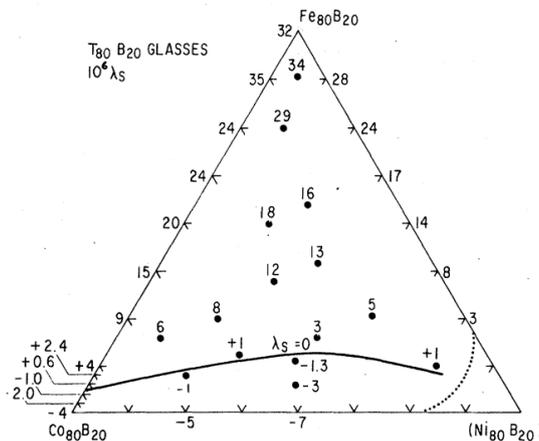


Figure IV-17. Evolution du coefficient de magnétostriction en fonction de la composition chimique pour des alliages $(\text{FeCoNi})_{80}\text{B}_{20}$. Tirée de [134].

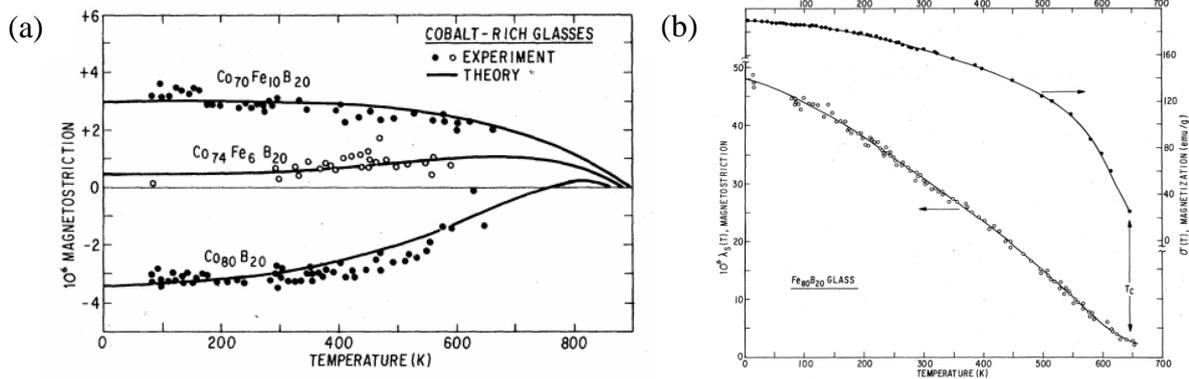


Figure IV-18. (a), évolution du coefficient de magnétostriction pour des alliages $Co_{80}B_{20}$, $Co_{74}Fe_6B_{20}$ et $Co_{70}Fe_{10}B_{20}$ en fonction de la température. (b), évolution du coefficient de magnétostriction pour des alliages $Fe_{80}B_{20}$ en fonction de la température. Tirées de [134].

3.1.3. Réponse à l'application d'un champ perpendiculaire

Regardons maintenant la réponse de l'aimantation lorsque le champ est appliqué perpendiculairement au plan des couches (Figure IV-19) en fonction de l'épaisseur de la couche de CoFeB. Comme on pouvait l'imaginer, la réponse est globalement celle d'un axe difficile. La dépendance de l'aimantation avec le champ est plus ou moins linéaire et plus ou moins hystérétique.

Le champ de saturation perpendiculaire est donné dans un modèle simple de rotation cohérente de l'aimantation par le modèle de Stoner et Wohlfarth [132] :

$$H_S = 4\pi M_S - \frac{2K_{\text{perp}}}{M_S} \quad (\text{Eq IV-5})$$

A partir de notre connaissance de la valeur de M_S , il doit être possible de déterminer la valeur de la constante d'anisotropie perpendiculaire. Ce n'est cependant pas une chose aisée. En effet, comme nous le voyons dans la Figure IV-19 mais également dans la Figure IV-20 pour les couches de 180 nm et 225 nm, le champ de saturation perpendiculaire est très dépendant de l'angle existant entre le plan de la couche et la direction d'application du champ. Ce type de comportement a déjà été reporté par Grimsditch *et al* pour du Co hcp [135]. Il se comprend très bien à l'aide du modèle de Stoner et Wohlfarth : tout désalignement de la perpendiculaire à l'axe d'anisotropie entraîne une augmentation significative (qui peut être de plusieurs centaines de mT) du champ de saturation. Ainsi, une étude en angle est nécessaire pour trouver le minimum de champ de saturation. Idéalement, ce minimum doit être recherché en changeant l'angle dans deux directions orthogonales de l'espace, chose que nous n'avons pas pu faire dans nos systèmes expérimentaux.

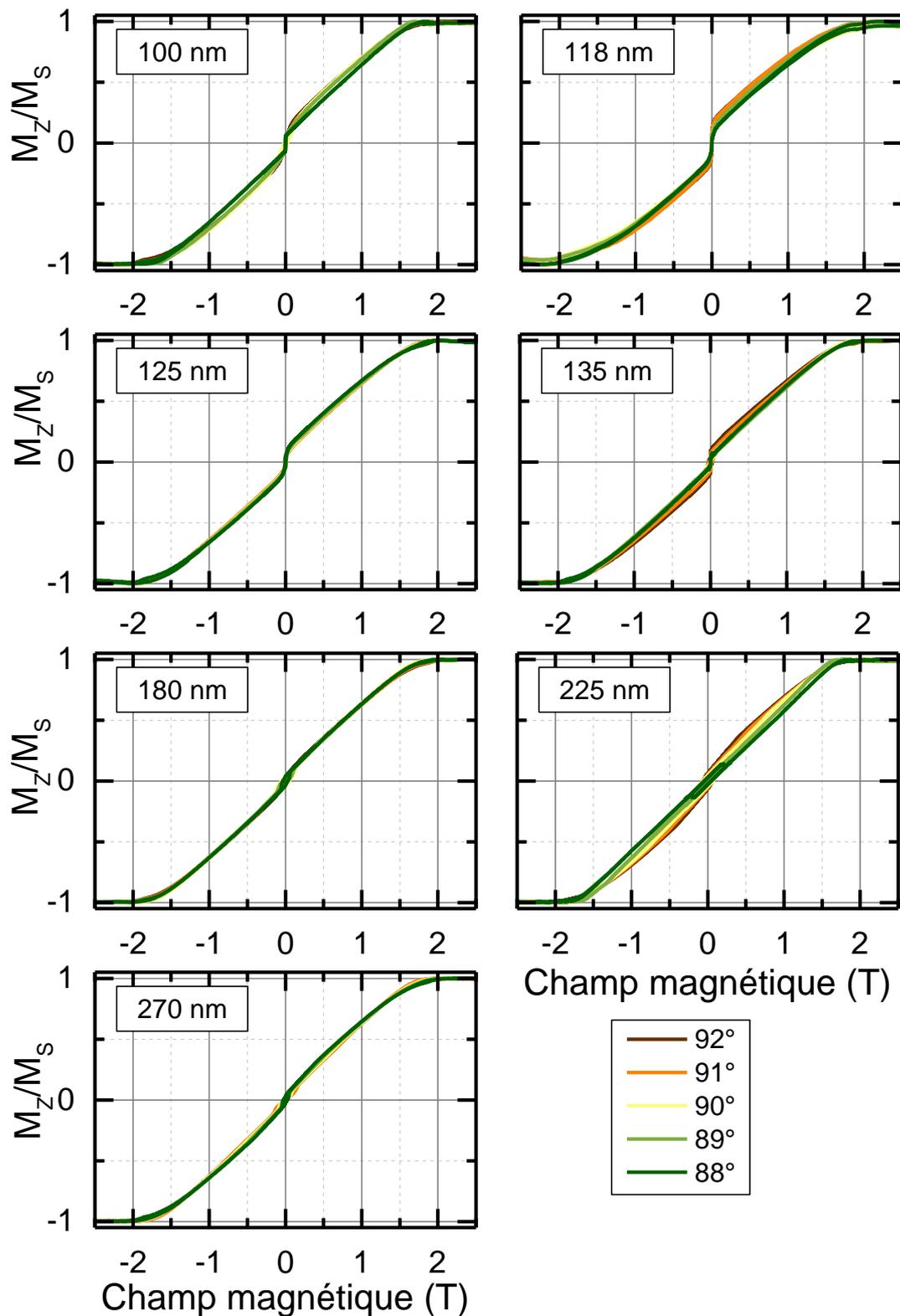


Figure IV-19. Cycles d'aimantation mesurés avec le champ appliqué perpendiculairement au plan des couches. Mesures faites avec différentes épaisseurs de CoFeB, en fonction de l'angle entre le plan de la couche et la direction du champ. Réalisés par VSM-ADE.

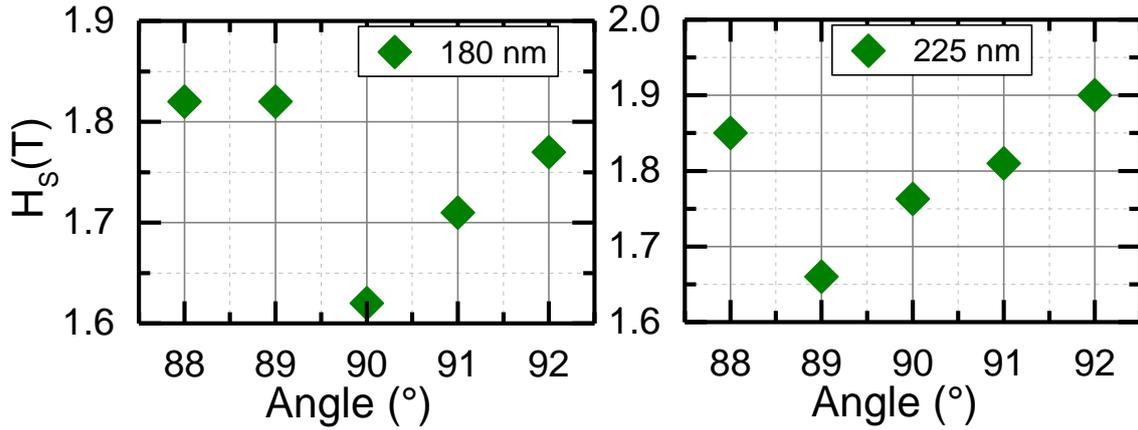


Figure IV-20. Variation de H_s pour une épaisseur de CoFeB égale à 180 nm (à gauche) et 225 nm (à droite) en fonction de l'angle entre le plan de la couche et la direction d'application du champ magnétique.

On voit alors par exemple que pour la couche de CoFeB de 180 nm d'épaisseur :

$$\begin{cases} H_{s_{\min}} = 1.62 \text{ T} \\ 4\pi M_s = 1,67 \text{ T} \end{cases} \text{ et donc } K_{\text{perp}} = +33 \frac{\text{kJ}}{\text{m}^3}$$

Cette valeur indique alors la présence d'une anisotropie perpendiculaire de signe positif qui tend à pousser l'aimantation à sortir du plan de la couche. Ce résultat est en adéquation avec les conclusions tirées des cycles d'aimantation qui suggèrent le développement d'une structure *Weak Stripes* à cette épaisseur. Des mesures complémentaires de résonance ferromagnétique (RFM) ont été entreprises pour confirmer ce résultat.

3.2. Propriétés magnétiques dynamiques

Dans cette partie, nous allons reporter des expériences de résonance ferromagnétique (RFM). Ces mesures ont été réalisées à l'IPCMS par M. Grassi en ce qui concerne l'échantillon de 180 nm d'épaisseur et à l'IJL par S. Petit-Watelot en ce qui concerne l'échantillon de 270 nm d'épaisseur. L'idée ici est de reconfirmer la gamme de valeurs de K_{perp} extraites par ailleurs mais également de déterminer le coefficient d'amortissement du CoFeB.

En allant droit au but, lorsque le champ est appliqué dans le plan du film mince et que l'aimantation est saturée dans la plan, la fréquence de résonance est donnée par la relation :

$$(f_R^{\parallel}) = \frac{\gamma_0}{2\pi} \sqrt{(\mu_0 H + H_{K\parallel})(\mu_0 H + H_{K\parallel} + \mu_0 M_{\text{eff}})} \quad (\text{Eq IV-6})$$

Lorsque le champ est appliqué perpendiculaire au plan du film mince et que l'aimantation est saturée hors du plan, la fréquence de résonance est donnée par :

$$(f_R^{\perp}) = \frac{\gamma_0}{2\pi} (\mu_0 H - \mu_0 M_{\text{eff}}) \quad (\text{Eq IV-7})$$

Dans ces équations, $H_{K_{\parallel}} = \frac{2K_{\parallel}}{\mu_0 M_s}$ où K_{\parallel} est la constante d'anisotropie dans le plan, $\mu_0 M_{eff} = \mu_0 M_s - \frac{2K_{\perp}}{M_s}$ où K_{\perp} est la constante d'anisotropie perpendiculaire au plan et γ_0 est le facteur gyromagnétique. Suivant la géométrie utilisée, si $K_{\perp} > 0$, ce dernier favorise une aimantation hors du plan selon \vec{z} .

3.2.1. Détermination de la constante d'anisotropie perpendiculaire

- **Couche CoFeB 180 nm**

En configuration perpendiculaire du champ magnétique et à partir des spectres RFM d'un échantillon CoFeB 180 nm, on trace la fonction fréquence versus les valeurs de champ de résonance mesurés. Le résultat est montré Figure IV-21. L'ajustement des points expérimentaux en utilisant (Eq IV-7), où la pente représente le facteur gyromagnétique qu'on trouve égale à $\frac{\gamma}{2\pi} = (28,4 \pm 0,3) \frac{GHz}{T}$. L'abscisse à l'origine est quant à lui représentative du champ effectif égal à $\mu_0 M_{eff} = (1,60 \pm 0,03)T$.

On a alors :

$$\begin{cases} \mu_0 M_{eff} = \mu_0 M_s - H_{K_{\perp}} = (1,60 \pm 0,03)T \\ H_{K_{\perp}} = -1,60 T + 1,67T = +0,07 T \end{cases}$$

donc
$$K_{\perp} = \frac{\mu_0 H_{K_{\perp}} M_s}{2} = +46 \frac{kJ}{m^3} \text{ avec } M_s = 1331 \text{ kA/m}$$

On extrait donc une valeur de la constante d'anisotropie perpendiculaire égale à $46 \frac{kJ}{m^3}$. Cette valeur indique bien l'existence d'un axe de facile aimantation perpendiculaire au plan de la couche qui favorise le développement d'une structure *Weak Stripes*. Ce résultat confirme alors les conclusions tirées à partir de la forme des cycles VSM.

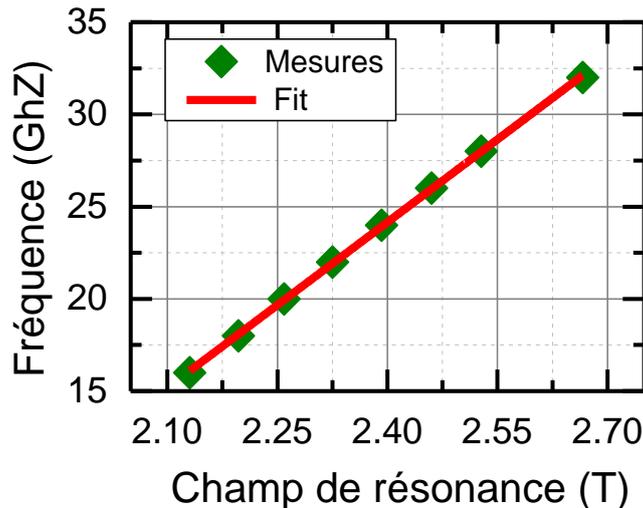


Figure IV-21. Variation de la fonction $f(\mu_0 H)$, fréquence d'excitation versus champ de résonance pour un échantillon CoFeB 180 nm d'épaisseur.

• **Couche CoFeB 270 nm**

L'analyse des constantes d'anisotropie en configuration planaire du champ magnétique a été réalisé en deuxième lieu pour un échantillon CoFeB d'épaisseur égale à 270 nm. L'ajustement des points expérimentaux en utilisant (Eq IV-6), nous permet d'extraire la valeur du champ magnétique effectif qu'on trouve égale à $\mu_0 M_{eff} = (1,59 \pm 0,03)T$ et un champ d'anisotropie planaire à $H_{K\parallel} = 9 \text{ mT}$.

On a alors :

$$\begin{cases} \mu_0 M_{eff} = \mu_0 M_s - H_{K_{perp}} = (1,59 \pm 0,03)T \\ H_{K_{perp}} = -1,59 T + 1,67T = +0,08 T \end{cases}$$

donc
$$K_{Perp} = \frac{\mu_0 H_{K_{perp}} M_s}{2} = +53 \frac{\text{kJ}}{\text{m}^3} \text{ avec } M_s = 1331 \text{ kA/m}$$

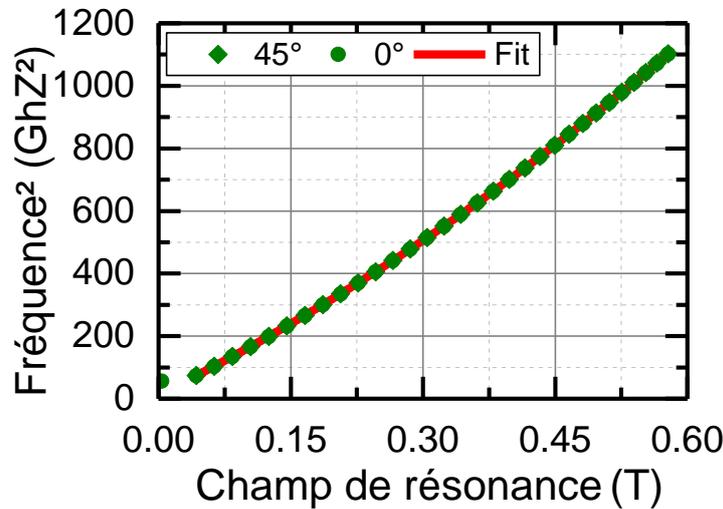


Figure IV-22. Variation de la fonction $f^2(\mu_0 H)$, le carré de la fréquence d'excitation en fonction du champ de résonance pour un échantillon CoFeB 270 nm d'épaisseur, en configuration planaire du champ magnétique.

A partir du cycle d'aimantation, il est très difficile de faire une évaluation du $K_{//}$. La FMR nous le permet. Pour un champ d'anisotropie de $H_{K\parallel} = 9 \text{ mT}$, on trouve alors que la constante d'anisotropie dans le plan $K_{//} = 6 \text{ kJ}/\text{m}^3$. On voit que cette constante semble indépendante de l'épaisseur de la couche. Cela est tout à fait raisonnable si elle provient d'un dépôt sous champ magnétique.

3.2.2. Détermination de la constante d'amortissement magnétique

A partir des spectres RFM en configuration planaire du champ magnétique, on extrait la largeur pic à pic du spectre de résonance (ΔH^{PP}), qui est directement proportionnelle au facteur d'amortissement magnétique ;

$$\Delta H^{PP} = \Delta H_{res} + \Delta H_0 \text{ avec } \Delta H_{res} = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{\alpha}{\gamma} 2\pi f \quad (\text{Eq IV-8})$$

avec α le facteur d'amortissement de Gilbert.

On montre alors l'évolution des valeurs mesurées de ΔH^{PP} en fonction de la fréquence pour un échantillon CoFeB 180 nm, qu'on ajuste en utilisant (Eq IV-8). A partir de la pente, on déduit le facteur d'amortissement magnétique. Il est égal à $\alpha = 5 \cdot 10^{-3}$ pour 180 nm et $\alpha = 7 \cdot 10^{-3}$ pour 270 nm. Ces valeurs sont proches des valeurs déjà reportées dans la littérature [75], et très prometteuses pour la propagation guidée d'ondes de spin.

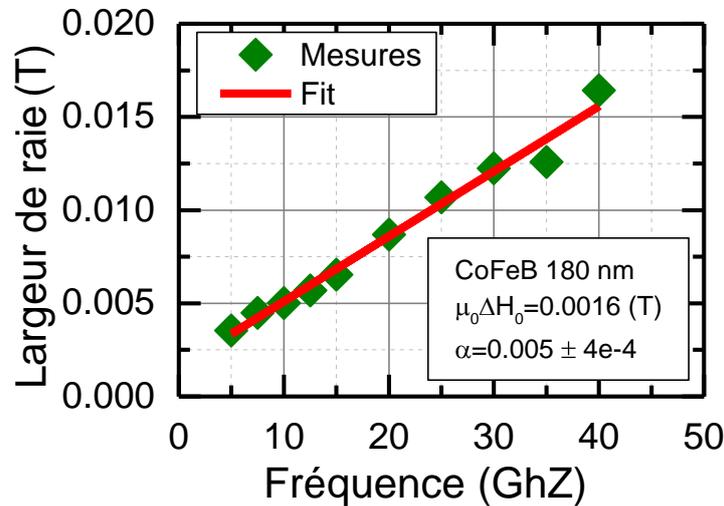


Figure IV-23. Variation de la fonction $\mu_0 \Delta H(f)$, largeur de raie en fonction de la fréquence d'excitation pour un échantillon CoFeB de 180 nm d'épaisseur.

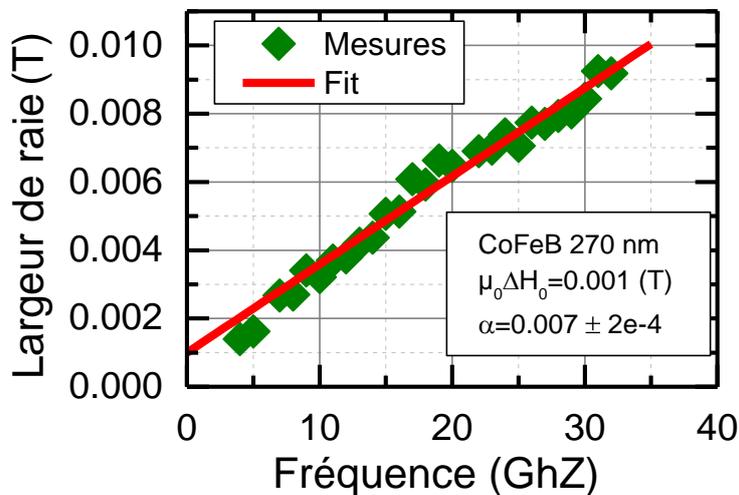


Figure IV-24. Variation de la fonction $\mu_0 \Delta H(f)$, largeur de raie en fonction de la fréquence d'excitation pour un échantillon CoFeB de 270 nm d'épaisseur.

Conclusion

Dans cette partie du chapitre, nous avons montré par des mesures macroscopiques que l'existence de domaines sous forme de *Weak Stripes* est possible dans des couches de CoFeB d'épaisseurs supérieures à 150 nm. La stabilisation de cette structure repose sur l'existence d'une faible anisotropie perpendiculaire certainement induite par des contraintes dans le CoFeB. La mesure de la dynamique de l'aimantation donne des indications d'un très faible

coefficient d'amortissement, inférieur à $7 \cdot 10^{-3}$ très prometteur pour la propagation d'ondes de spin.

4. Observation des différents états magnétiques à l'aide de la microscopie de force magnétique (MFM)

Après avoir fait la mesure des propriétés magnétiques macroscopiques dans lesquelles nous avons eu des indices d'existence de domaines de type *Weak Stripes* au-delà d'une épaisseur critique de CoFeB, il est venu le temps de prouver leur existence. Dans ce paragraphe, nous allons étudier l'état magnétique des films en fonction de l'épaisseur mais aussi en fonction d'un champ appliqué dans le plan du film. Pour ce faire, nous allons utiliser un microscope de force magnétique disponible au laboratoire et dont le principe a été détaillé au chapitre III.

4.1. Structure en domaines et dépendance en épaisseur

L'état magnétique rémanent après saturation dans le plan de la couche est reporté dans la [Figure IV-25](#). Lorsque l'épaisseur de la couche de CoFeB est inférieure 126 nm, aucun contraste de bandes n'a pu être mesuré suggérant ainsi une aimantation totalement dans le plan de la couche. Au-delà de cette épaisseur ($t \geq 126$ nm), une texture magnétique donnant un contraste de bandes est observée avec des bandes alignées dans la direction du champ magnétique appliqué avant la mesure. Cette observation est en accord avec l'estimation de l'épaisseur critique t_{cr} d'apparition des *Weak Stripes* qui devait se situer entre 120 et 154 nm. En ce qui concerne les bandes, il convient de toujours encore rester prudent quant à l'attribution de ces contrastes à une structure *Weak Stripes*. Tout au long de ce paragraphe, nous allons le faire. Cette attribution sera définitive après les observations du paragraphe 6 durant lequel la mesure directe de la projection de l'aimantation sera faite.

Dans un second temps, nous avons fait l'observation de l'évolution de la période des domaines magnétiques en fonction de l'épaisseur des films. Cette dernière a été calculée à partir des transformées de Fourier réalisées sur les images MFM à l'aide d'un script Mathematica. Il s'agit donc de valeurs moyennées sur toute la taille de l'image. Les bars d'erreurs affichées représentent la déviation standard de la période maximale mesurée.

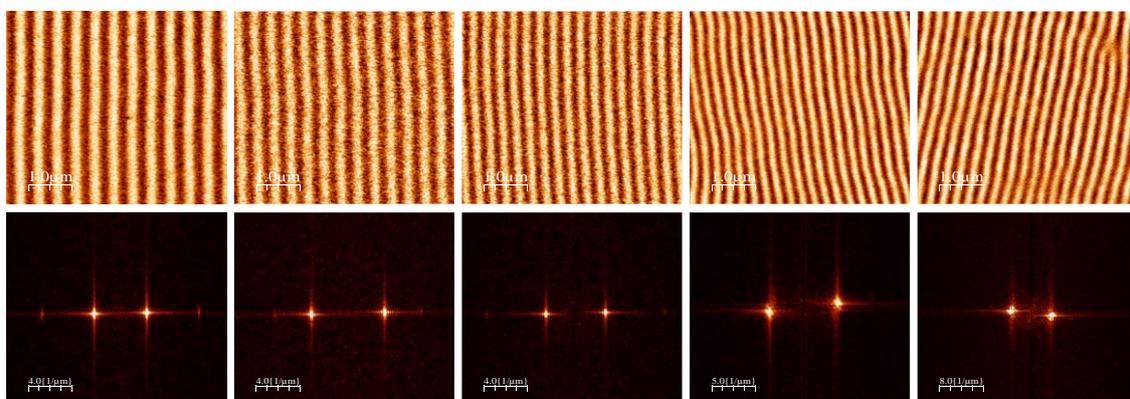


Figure IV-25. Domaines magnétiques observés par MFM après saturation dans le plan. De gauche à droite épaisseur décroissante du CoFeB : 270nm, 225nm, 180nm, 135nm et 126 nm. Scan des images 5 μ m par 5 μ m.

A partir de la [Figure IV-25](#), il est clair que l'augmentation de l'épaisseur de la couche entraîne une augmentation systématique de la périodicité des domaines. Plusieurs modèles ont été reportés dans la littérature pour expliquer ce lien. Le modèle le plus proche des *Weak Stripes* en tenant compte des domaines de fermeture est celui de Murayama qui prédit une variation de la période selon :

$$P = 2\sqrt{t} \left[\pi^2 \frac{A_{Ech}}{K_{Perp} 2\pi M_S^2} (K_{Perp} + 2\pi M_S^2) \right]^{1/4} \quad (\text{Eq IV-9})$$

L'évolution prédite par (Eq IV-9) a été tracée sur la [Figure IV-26](#) en utilisant les paramètres magnétiques de notre matériau ($A_{Ech} = 17 \text{ pJ/m}^2$, $M_S = 1331 \text{ kA/m}^3$ et $K_{Perp} = 37 \text{ kJ/m}^3$). On voit que même dans ce modèle évolué, un désaccord avec les données extraites du MFM existe. Seul le calcul micromagnétique permet d'obtenir une valeur proche de celle trouvée expérimentalement. Nous verrons plus loin que le modèle de Murayama doit sous-estimer l'extension spatiale des domaines de fermeture.

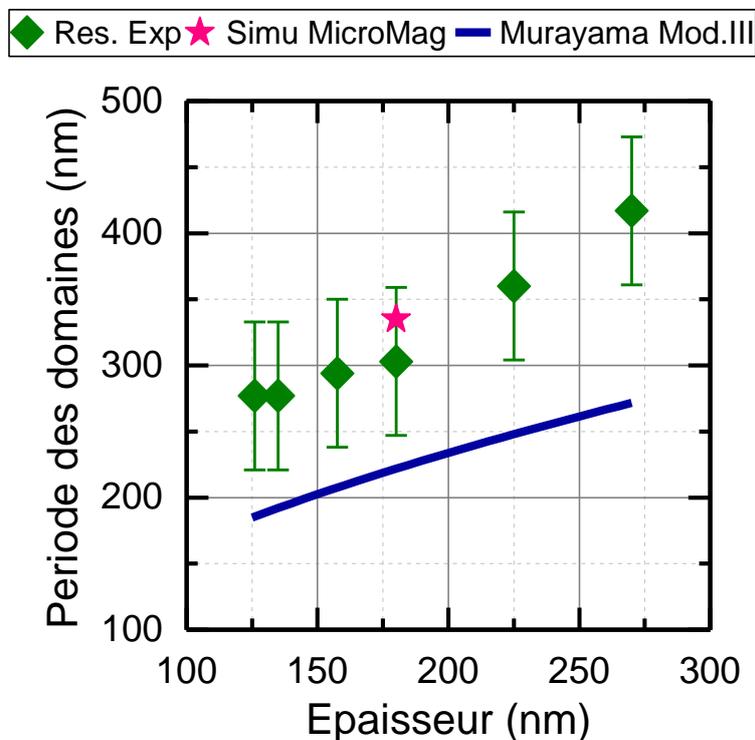


Figure IV-26. Evolution de la période des domaines magnétiques en bandes en fonction de l'épaisseur de la couche de CoFeB (points verts). Evolution de la période des domaines selon le modèle de Murayama tenant compte des domaines de fermeture (ligne bleue).

La « qualité » de la structure en domaines stabilisée est attestée par un scan sur une grande surface comme celui reporté [Figure IV-27](#). Sur une surface de $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$, nous voyons des bandes parfaitement alignées, légèrement ondulantes, sans aucun défaut (pas de dislocation magnétique). Cette structure a simplement été stabilisée en appliquant le champ dans le plan et en ramenant le champ à zéro. Les bandes sont alignées dans la direction du champ. C'est donc un matériau de choix qui permettra facilement de placer les canaux de conduction des ondes de spin dans n'importe quelle direction dans le plan, avec une histoire magnétique des plus simple.

Le nombre de parois participant à la propagation des ondes de spin pourra être modifié en changeant l'épaisseur de la couche magnétique. En effet, comme la taille des domaines augmente avec l'épaisseur de la couche magnétique, augmenter l'épaisseur reviendra à diminuer la densité des parois.

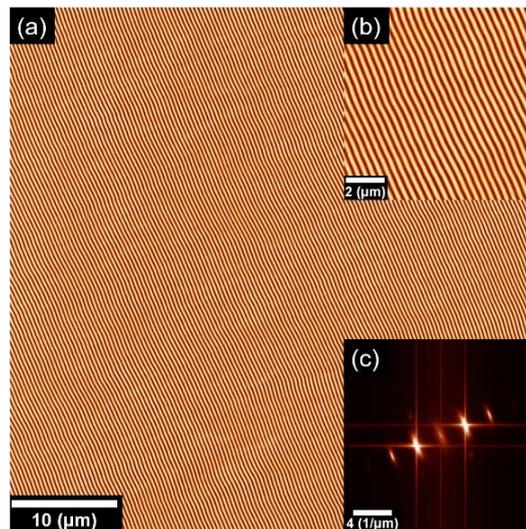


Figure IV-27. (a) image MFM prise sur un échantillon de 300nm sur une zone de scan $50\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$; (b) zoom sur une zone de $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$; (c) Transformée de Fourier.

4.2. Evolution de la structure en domaines en présence d'un champ magnétique appliqué dans le plan

Dans cette partie, nous nous concentrerons sur les échantillons possédant une structure que nous pensons être *Weak Stripes*. Une étude sous champ a donc été entreprise sur 3 échantillons de 135 nm, 180 nm et 270 nm. Avec l'échantillon de 135 nm, nous sommes proches du passage à un état planaire. Avec le 270 nm, nous pensons que la structure *Weak Stripes* est bien établie. Nous gardons ici en tête l'existence de l'axe d'anisotropie dans le plan des couches et nous étudierons les histoires en champ lorsque le champ est appliqué dans le plan, parallèle et perpendiculaire à cet axe d'anisotropie.

4.2.1. Dépendance en épaisseur du comportement des *Weak Stripes*

Épaisseur de 135 nm

Tout d'abord, à la vision de la Figure IV-28, on voit bien le développement de bandes. A 135 nm, il y a donc bien une structure micromagnétique compatible avec l'apparition de *Weak Stripes*. Lorsque le champ est appliqué dans la direction de l'axe d'anisotropie, les bandes sont bien alignées dans la direction du champ (et donc de l'axe d'anisotropie). Dans la limite de la résolution en champ du système de production de champ du MFM, nous n'avons pas résolu la transformation de cette structure lors du renversement de l'aimantation en champ négatif après saturation positive. Ainsi, pour tous les champs appliqués, seules des bandes ont été observées. Ces bandes ondulent légèrement. Les choses sont très différentes lorsque le champ est appliqué

perpendiculairement à l'axe d'anisotropie. Dans ce cas, même si une structure sous forme de bandes est observée, ces bandes s'alignent progressivement selon la direction de l'anisotropie lorsque le champ, après saturation, est ramené à zéro. Cette rotation des bandes est en fait liée à la rotation de la composante planaire de l'aimantation vers l'axe d'anisotropie. Cette rotation peut être horaire ou anti-horaire (Figure IV-28, lignes du bas, 1.9 mT et 3.2 mT). Il peut donc y avoir formation de parois supplémentaires, à la jonction entre deux régions de l'espace d'aimantations planaires opposées. C'est ce qui est arrivé dans la (Figure IV-28, lignes du bas, 0.2 mT). En passant en champ négatif, c'est encore la rotation de la composante planaire de l'aimantation qui va progressivement réaligner les bandes dans la direction du champ.

Epaisseur de 180nm

Le comportement qui a été mesuré sur l'échantillon de 180 nm d'épaisseur est reporté dans la Figure IV-29. Le comportement est similaire que le champ soit appliqué le long ou perpendiculairement à l'axe d'anisotropie. Après saturation dans le plan, lorsque l'intensité du champ est réduite, des bandes sont observées et alignées dans la direction du champ. Par rapport à l'échantillon de 135 nm, les ondulations sont plus marquées. Ces ondulations sont conservées jusqu'à un champ proche de zéro. Entre 0 et le champ de retournement, des zigzags apparaissent. Il est difficile de dire s'ils sont plus marqués lorsque le champ est appliqué dans une direction particulière. Des images sur de plus grandes surfaces auraient été nécessaires. Lorsque le champ de retournement est atteint, des bandes parallèles légèrement ondulantes et alignées dans la direction du champ sont conservées jusqu'à la saturation.

Epaisseur de 270nm

Le comportement qui a été mesuré sur l'échantillon de 270 nm d'épaisseur est reporté dans la Figure IV-30. Le comportement est à nouveau anisotrope mais différent de celui mesuré sur l'échantillon de 135 nm. Lorsque le champ est appliqué le long de l'axe d'anisotropie, des bandes sont observées et alignées dans la direction du champ. Les bandes ondulent avec une amplitude plus grande que celle du 180 nm. Lors du renversement de l'aimantation, quelques zigzags apparaissent, moins marqués que sur le 180 nm. Lorsque le champ est appliqué perpendiculairement à l'axe d'anisotropie, le comportement est singulier : une structure bandes alignées dans la direction du champ est observée pour n'importe quelle valeur de champ. De plus, ces bandes sont extrêmement droites, sans ondulation. Ce comportement contraste avec tous ceux observés jusqu'à présent.

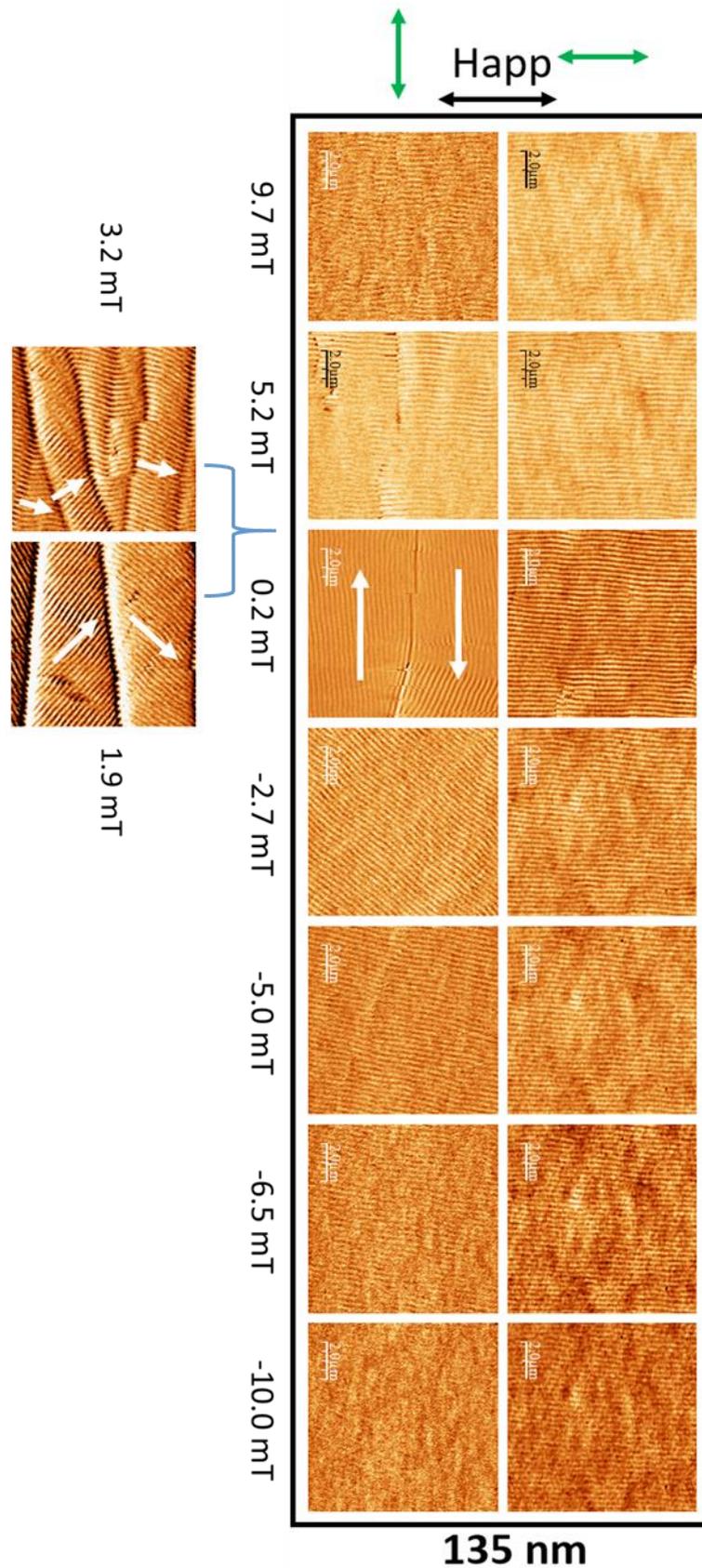


Figure IV-28. Images de microscopie de force magnétique sur un échantillon de 135 nm d'épaisseur. Les mesures sont faites avec le champ appliqué parallèlement (ligne du haut) et perpendiculairement (ligne du bas) à l'axe d'anisotropie identifié par les mesures VSM. Double flèche verte : axe d'anisotropie.

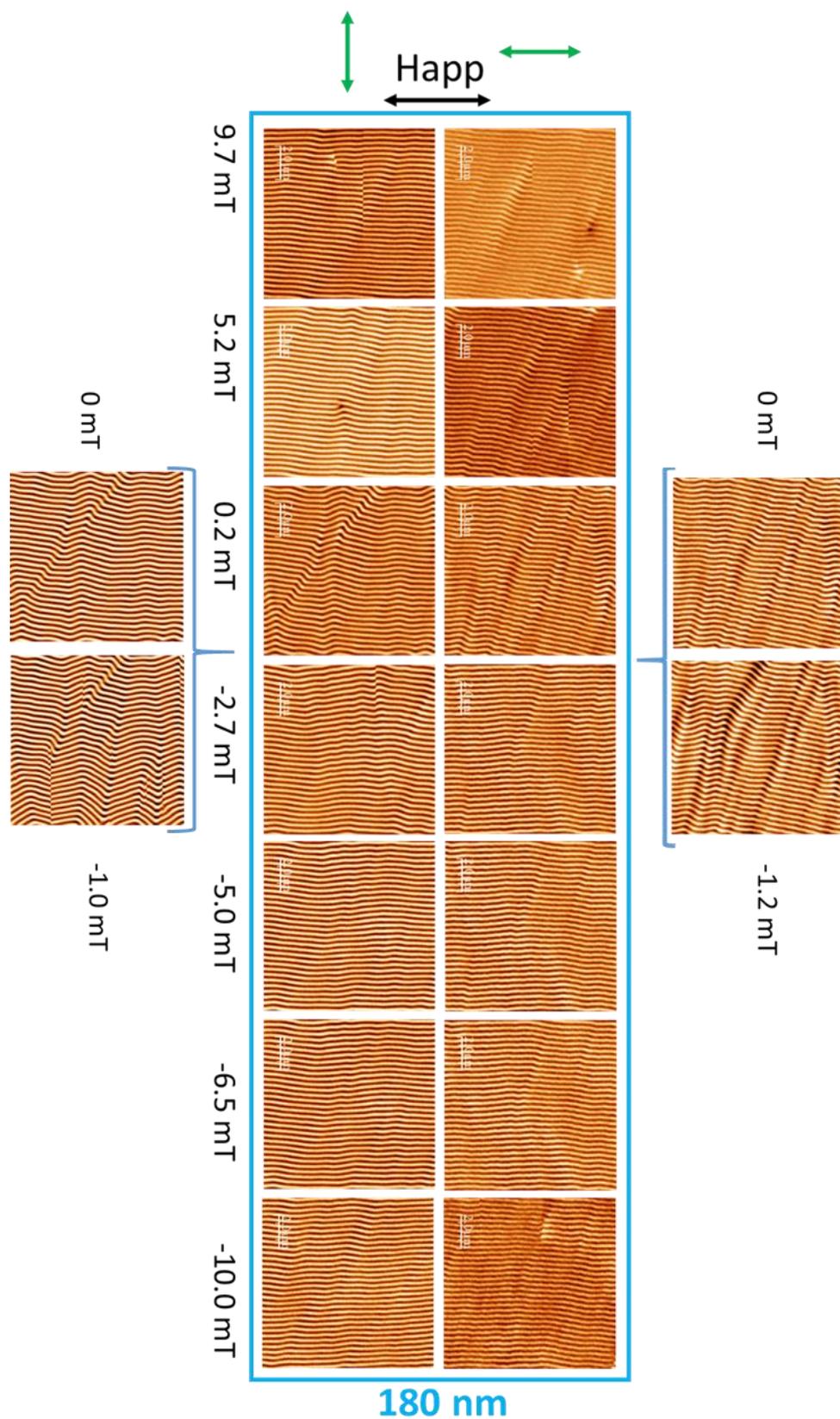


Figure IV-29. Images de microscopie de force magnétique sur un échantillon de 180 nm d'épaisseur. Les mesures sont faites avec le champ appliqué parallèlement (ligne du haut) et perpendiculairement (ligne du bas) à l'axe d'anisotropie identifié par les mesures VSM. Double flèche verte : axe d'anisotropie.

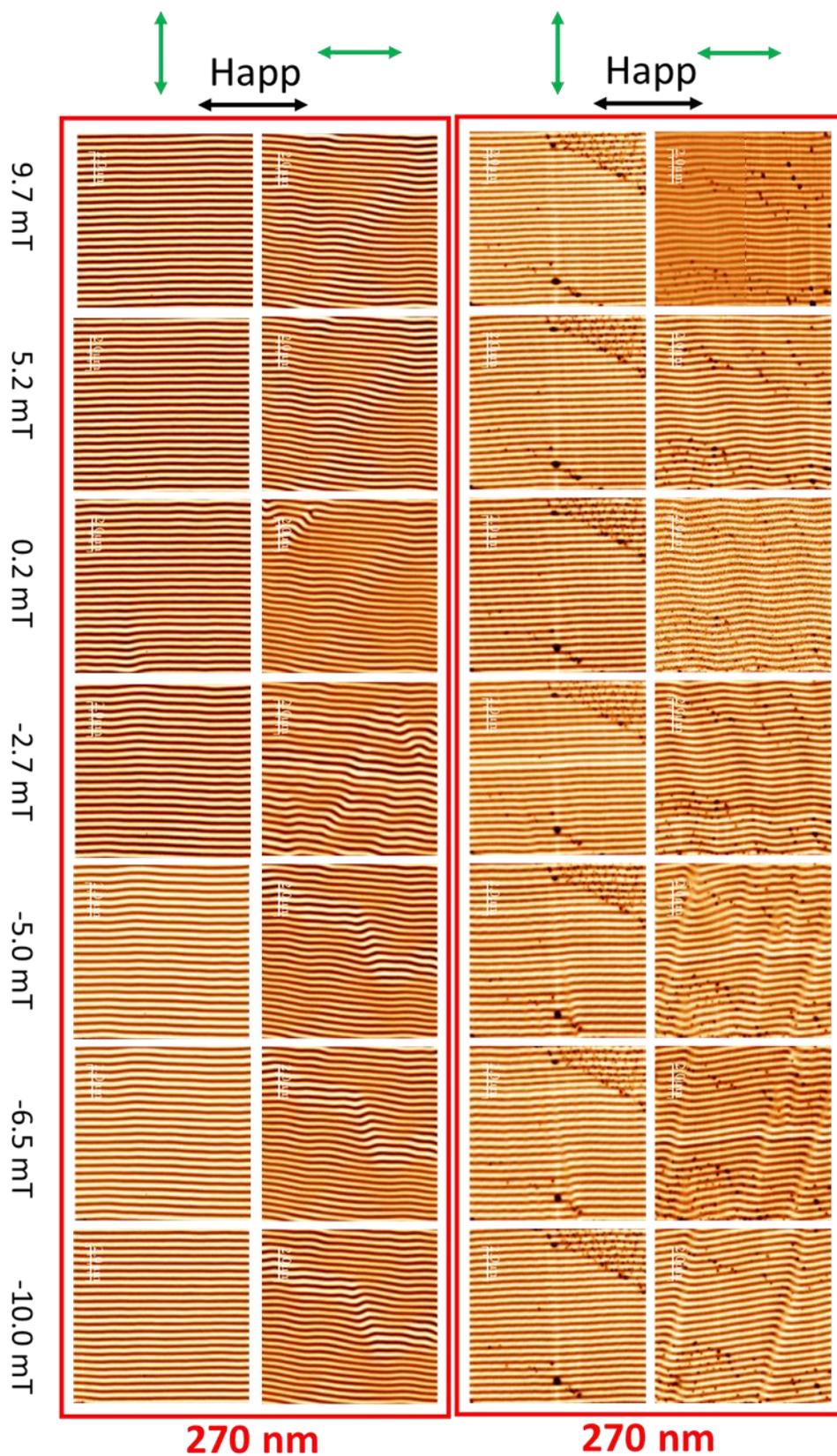


Figure IV-30. Deux séries d'images de microscopie de force magnétique sur un échantillon de 270 nm d'épaisseur. Pour chaque série, les mesures sont faites avec le champ appliqué parallèlement (ligne du haut) et perpendiculairement (ligne du bas) à l'axe d'anisotropie identifié par les mesures VSM. Double flèche verte : axe d'anisotropie.

4.2.2. Influence des domaines de fermeture sur les configurations

Nous avons élaboré un petit modèle pour tenter d'expliquer l'ensemble des comportements observés. C'est un modèle extrêmement simple, macrospin, dont le schéma explicatif est reporté Figure IV-31. Le matériau magnétique est le même partout, de champ d'anisotropie H_K . L'aimantation ne peut tourner que dans le plan ce qui simule l'existence du champ démagnétisant. La composante hors plan de l'aimantation sera négligée. La couche est scindée en plusieurs blocs qui sont couplés les uns aux autres. Un premier bloc d'un volume St_1 et de moment magnétique $m_1 = M_s St_1$. Ce bloc est couplé par un champ de couplage H_J à deux autres blocs de volume $\frac{S}{2}t_2$ chacun de moment $m_2 = m_3 = M_s \frac{S}{2}t_2$. Ce couplage va favoriser une orientation à 90° de m_1 et m_2 , de m_1 et m_3 . Enfin, un couplage antiferromagnétique est imposé entre m_2 et m_3 , simulé par un champ de couplage H_{AP} . L'épaisseur totale de la couche est $t = t_1 + t_2$. La surface de couche est S .

L'énergie réduite totale du système sera alors donnée par :

$$\begin{aligned}
 E = & -H \cos(\theta_1 - \varphi) - \frac{1}{2} \frac{t_2}{t_1} H \cos(\theta_2 - \varphi) - \frac{1}{2} \frac{t_2}{t_1} H \cos(\theta_3 - \varphi) + H_K \sin^2(\theta_1) \\
 & + \frac{1}{2} \frac{t_2}{t_1} H_K \sin^2(\theta_2) + \frac{1}{2} \frac{t_2}{t_1} H_K \sin^2(\theta_3) + \frac{1}{2} H_J \cos(2(\theta_2 - \theta_1)) \\
 & + \frac{1}{2} H_J \cos(2(\theta_3 - \theta_1)) + H_{AP} \cos(\theta_3 - \theta_2)
 \end{aligned}$$

(Eq IV-10)

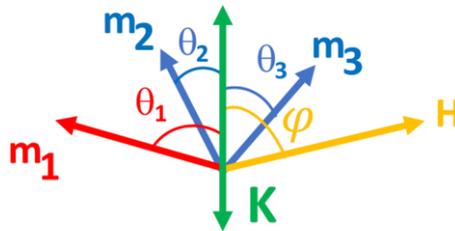


Figure IV-31. Schéma explicatif du modèle macrospin.

Si les champs de couplage sont forcés à de fortes valeurs, la configuration obtenue sera celle de la Figure IV-32. Elle est très proche de la structure *Weak Stripes* avec des domaines de fermeture. Il faut garder en mémoire que la fermeture de flux, et donc l'existence des domaines de fermeture, est forcée par la composante perpendiculaire à la couche de l'aimantation qui n'est prise en compte ici que par l'existence de H_J et H_{AP} .

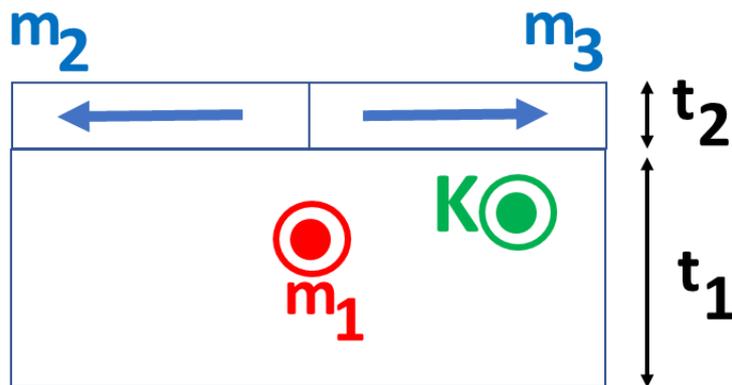


Figure IV-32. Configuration calculée pour un jeu de paramètres qui reproduit la structure avec des caps qui ferment le flux. Cette configuration permet de voir où nous voulons en venir avec le petit modèle. La vue est en coupe de la couche

Regardons maintenant ce qui se passe pour un jeu de paramètres fixe. Nous n'avons dans ces simulations juste modifié le rapport $\frac{t_2}{t_1}$, c'est-à-dire le rapport entre les volumes de domaines de fermeture et de domaine à aimantation plane. Nous savons à partir des calculs micromagnétiques qui seront présentés plus loin que plus la couche est épaisse, plus le volume pris par les domaines de fermeture sera grand. Ainsi, nous simulerons l'augmentation de l'épaisseur de la couche par une augmentation du rapport $\frac{t_2}{t_1}$. Dans tous les calculs, $H_K = 9.0$, $H_f = 10$ et $H_{AP} = 50$. Le champ sera toujours légèrement désorienté par rapport à l'axe d'anisotropie ($\varphi=0.001^\circ$) ou par rapport à la perpendiculaire à l'axe d'anisotropie ($\varphi=90.001^\circ$).

Echantillon de 135 nm, $\frac{t_2}{t_1} = 0.5$

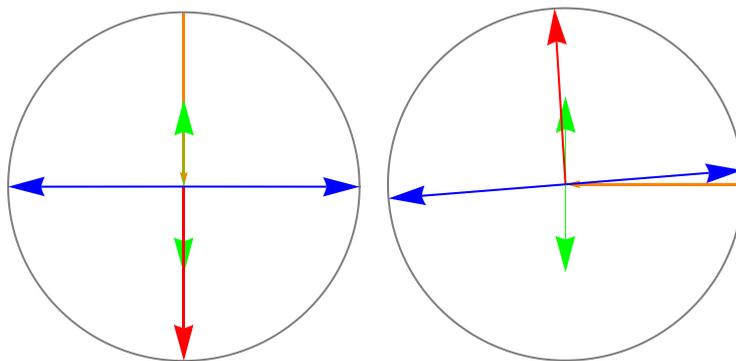


Figure IV-33. Configuration en champ nul calculée pour $t_2/t_1=0.5$. À gauche, le champ a été appliqué le long de l'axe d'anisotropie. À droite, le champ a été appliqué perpendiculaire à l'axe d'anisotropie.

Lorsque le champ est parallèle à l'axe d'anisotropie, seuls les caps (flèches bleues) se renversent par rotation. La flèche rouge, représentant la composante planaire de l'aimantation se renverse brutalement au champ coercitif. A champ nul, comme les bandes suivent la direction de la flèche rouge, elles sont orientées dans la direction du champ et de l'anisotropie de la couche. Lorsque le champ est perpendiculaire à l'axe d'anisotropie, les trois moments magnétiques tournent dès les champs positifs pour se retrouver en champ nul avec la composante planaire de l'aimantation

et donc les bandes le long de l'axe d'anisotropie. Nous retrouvons ici point par point les observations faites pour l'échantillon de 135 nm.

Echantillon de 180 nm, $\frac{t_2}{t_1} = 1.2$

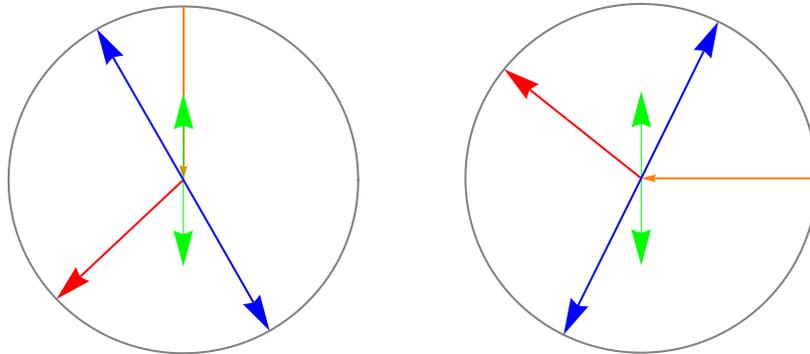


Figure IV-34. Configuration en champ nul calculée pour $t_2/t_1 = 1.2$. A gauche, le champ a été appliqué le long de l'axe d'anisotropie. A droite, le champ a été appliqué perpendiculaire à l'axe d'anisotropie.

Dans les deux cas de figure (champ parallèle ou perpendiculaire à l'axe d'anisotropie), nous rencontrons une rotation de tous les moments magnétiques qui se stabilisent en champ nul à des angles entre 0 et 90°. Comme les rotations peuvent démarrer dans le sens horaire ou antihoraire, des configurations sous forme de zigzag des bandes vont apparaître.

Echantillon de 270 nm, $\frac{t_2}{t_1} = 1.8$

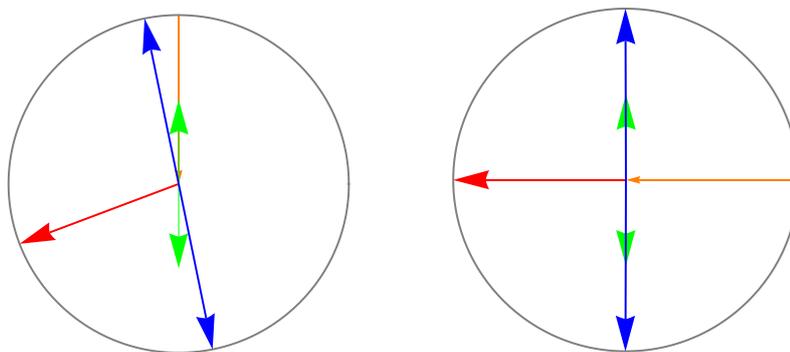


Figure IV-35. Configuration en champ nul calculée pour $t_2/t_1 = 1.8$. A gauche, le champ a été appliqué le long de l'axe d'anisotropie. A droite, le champ a été appliqué perpendiculaire à l'axe d'anisotropie.

Lorsque l'épaisseur de domaines de fermeture devient prépondérante (t_2 très supérieur à t_1), ce sont les domaines de fermeture qui vont ordonner les bandes. On le voit très nettement lorsque le champ est appliqué dans la direction perpendiculaire à l'axe d'anisotropie : ce sont les domaines de fermeture qui vont s'aligner dans la direction de l'anisotropie, les bandes restant alignées dans la direction du champ. Lorsque le champ est aligné dans la direction de

l'anisotropie, la composante planaire de l'aimantation fait un angle avec l'axe d'anisotropie et les bandes ondules.

Résumé

A l'aide de ce petit modèle et en tenant compte d'une part de l'existence d'un axe d'anisotropie dans le plan et d'autre part que le rapport du volume des domaines de fermeture et des parties à aimantation plane change en fonction de l'épaisseur, nous retrouvons grossièrement l'évolution du comportement de l'orientation des bandes en fonction du champ appliqué et de l'épaisseur des couches. Nous voyons ici apparaître le premier impact des domaines de fermeture sur la configuration *Weak Stripes*.

4.2.3. Cycle mineur sur les structures zigzag

Dans ce paragraphe, nous regardons de manière plus approfondie la structure zigzag dont l'existence a été démontrée sur l'échantillon de 180 nm d'épaisseur. L'étude est toujours réalisée par MFM. La Figure IV-36 rapporte la configuration en bandes pour une gamme de champ limitée, avec des pas de champ plus faibles que sur les observations précédentes. On voit bien le développement des zigzags en champ négatif. Sur un dé-zoom à -2.5 mT, on voit également apparaître une périodicité le long des bandes, une période variant entre 1 et 3 μm . Si, à partir d'une saturation positive, le champ est stoppé à -2.5 mT et l'on revient vers les champs positifs, la structure zigzag reste stable. Une hystérésis existe donc autour de zéro, soit des bandes ondulées sont stables, soit des zigzags. Il sera ainsi possible, en appliquant une histoire en champ choisie, d'observer les zigzags en champ nul.

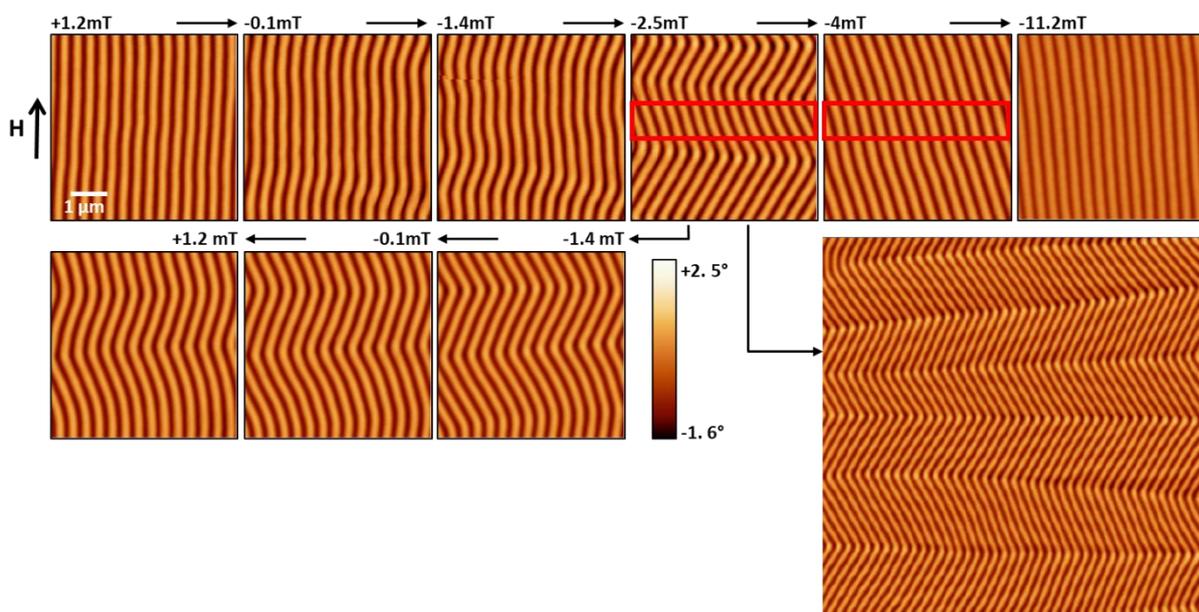


Figure IV-36. Images de microscopie de force magnétique sur un échantillon de 180 nm d'épaisseur. Ligne du haut : évolution de la structure en domaines de la saturation positive à négative. Ligne du bas, à gauche : évolution de -2.5 mT to +1.2 mT après une saturation positive. Ligne du bas, à droite : image sur une zone de 15 μm x 15 μm .

5. Détermination de structure *Weak Stripes* par STXM

Jusqu'à présent, nous avons été très prudents sur l'évocation de la structure *Weak Stripes*. L'ensemble des données disponibles nous laisse à penser que c'est bien la structure présente dans nos échantillons, avec l'existence de domaines de fermeture qui ont une influence non négligeable sur la direction des bandes. L'utilisation du STXM va nous permettre d'avoir la projection locale de l'aimantation dans la direction du faisceau alors que le MFM ne donne que la dérivée seconde du champ de fuite. Nous apporterons des mesures de l'angle de l'aimantation dans les *stripes* et cela en fonction du champ appliqué. A l'aide de ces mesures, nous montrerons également que la réponse magnétique macroscopique ne peut être comprise que par la présence de domaines de fermeture.

Les expériences décrites dans ce paragraphe ont été réalisées sur le microscope STXM disponible sur la ligne HERMES du synchrotron SOLEIL [115]. Nous avons travaillé sur une couche magnétique de $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ de 180 nm d'épaisseur qui, pour les besoins de la mesure, fut déposée sur une membrane de SiN. La membrane est collée sur un porte échantillon qui permet de changer l'angle d'incidence du faisceau par rapport à la normale à la surface. Le contrôle de la rotation peut se faire à distance, sans toucher à l'échantillon. De plus, un quadripôle magnétique est installé et est solidaire de la chambre du STXM. Il permet d'appliquer un champ magnétique dans un plan contenant la direction du faisceau et perpendiculaire au plan de la membrane. Au cours cette expérience, nous travaillons au seuil L2 du Co (@792.25eV), le faisceau étant totalement absorbé au seuil L3 par la couche de CoFeB (Figure IV-37).

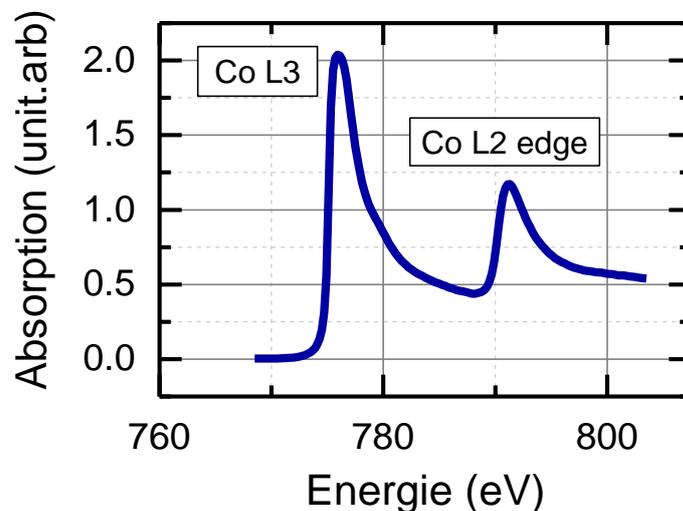


Figure IV-37. Spectre d'absorption des rayons X d'une couche de CoFeB 180nm entre [765-805] eV réalisé par STXM.

La définition des angles est une étape clef dans ce paragraphe compte tenue de la complexité de la structure en domaines. Une représentation est faite sur la Figure IV-38. Les spins de la configuration font un angle θ par rapport au plan du film. Cet angle oscille en fonction de la position du spin. Il est maximal au centre des domaines 'up' et égal à $+\theta^{\max}$. Il est minimal au centre des domaines 'down' et égal à $-\theta^{\max}$. Nous considérons que la structure est symétrique par rapport au plan de la couche. Nous noterons φ_{beam} l'angle d'incidence du faisceau de rayons X repéré par rapport à la normale au plan de la couche. Dans les calculs qui vont suivre, il sera

parfois plus facile de repérer les angles des spins par rapport à la normale au plan de la couche. Nous définissons alors $\varphi = \pi/2 - \theta$.

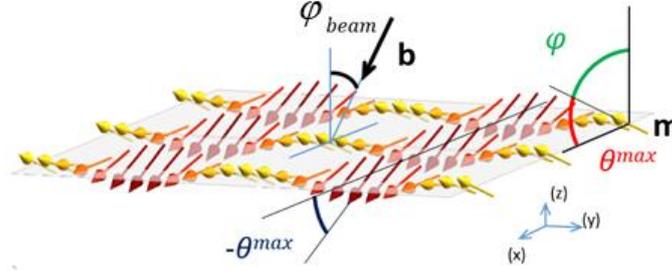


Figure IV-38. Illustration d'une configuration magnétique en Weak Stripes associée à la géométrie de mesure utilisée lors des expériences STXM.

Avec ces définitions des angles, nous allons pouvoir réécrire les expressions des intensités du faisceau transmis pour les deux polarisations de la lumière dans le cas des domaines 'up' et 'down'.

Tout d'abord les intensités pour les deux polarisations

$$I^{CL} = I_0 e^{-\frac{t}{\cos(\varphi_{beam})} \frac{1}{L} (1 - d \cdot \vec{b} \cdot \vec{m})} \quad (\text{Eq IV-11a})$$

$$I^{CR} = I_0 e^{-\frac{t}{\cos(\varphi_{beam})} \frac{1}{L} (1 + d \cdot \vec{b} \cdot \vec{m})} \quad (\text{Eq IV-11b})$$

où

- I_0 est l'intensité du faisceau de photons qui a traversé la membrane
- t est l'épaisseur de la couche.
- L est la longueur d'atténuation des rayons X.
- d est amplitude maximale du signal dichroïque.
- \vec{b} est le vecteur unité définissant la direction du faisceau.
- \vec{m} est vecteur unité définissant la direction de l'aimantation.

Le calcul du produit scalaire pour les domaines 'up' et 'down'. Les vecteurs ont pour composantes :

$$\vec{b} = \begin{bmatrix} \sin(\varphi_{beam}) \\ 0 \\ -\cos(\varphi_{beam}) \end{bmatrix}, \quad \vec{m}_{up}^{max} = \begin{bmatrix} \sin(\varphi^{max}) \\ 0 \\ \cos(\varphi^{max}) \end{bmatrix} \text{ et } \vec{m}_{down}^{max} = \begin{bmatrix} \sin(\varphi^{max}) \\ 0 \\ -\cos(\varphi^{max}) \end{bmatrix}$$

Donc :

$$\vec{b} \cdot \vec{m}_{up}^{max} = \sin(\varphi_{beam}) * \sin(\varphi) - \cos(\varphi_{beam}) * \cos(\varphi) = -\cos(\varphi_{beam} + \varphi^{max}) = -\cos\left(\frac{\pi}{2} - \theta^{max} + \varphi_{beam}\right) \quad (\text{Eq IV-12a})$$

$$\vec{b} \cdot \vec{m}_{down}^{max} = \sin(\varphi_{beam}) * \sin(\varphi) + \cos(\varphi_{beam}) * \cos(\varphi) = \cos(\varphi_{beam} - \varphi^{max}) = \cos\left(\frac{\pi}{2} - \theta^{max} - \varphi_{beam}\right) = -\cos\left(\frac{\pi}{2} + \theta^{max} + \varphi_{beam}\right) \quad (\text{Eq IV-12b})$$

5.1. Dépendance angulaire de l'XMCD

La première série de mesures consiste à regarder le signal XMCD au centre des domaines 'up' et des domaines 'down' en fonction de l'angle d'incidence du faisceau de rayons X. Avant la mesure, afin d'obtenir de belles bandes parallèles, l'échantillon est saturé 'ex-situ' avec un champ de 150 mT. Les bandes sont orientées de telle sorte que, lorsque l'échantillon sera tourné, l'axe du faisceau soit orienté dans la direction des bandes. Pour chaque angle d'incidence, l'intensité du faisceau transmis est mesurée avec une polarisation de lumière circulaire gauche (CL) et une autre avec une polarisation de lumière circulaire droite (CR). Le signal XMCD sera alors calculé à l'aide :

$$XMCD = \frac{I^{CL} - I^{CR}}{I^{CL} + I^{CR}} \quad (\text{Eq IV-13})$$

Des exemples de mesures sont donnés dans la Figure IV-39 pour des angles de 0°, 15°, 20° et 25°. La taille des images est de 5*5 μm².

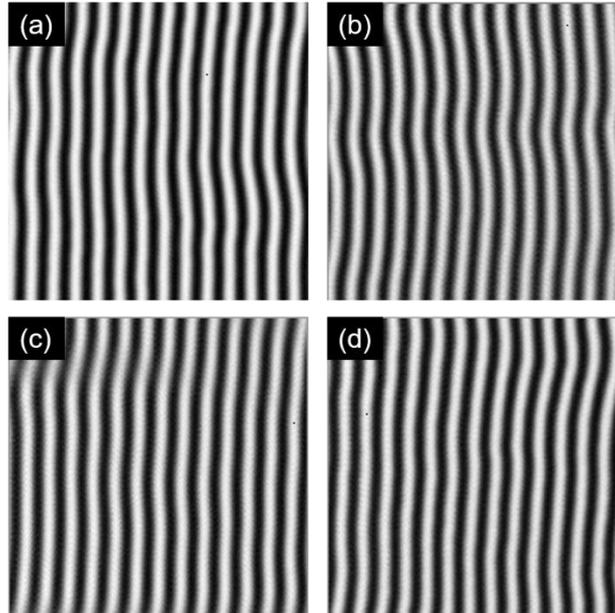


Figure IV-39. Images d'une structure magnétique en Weak Stripes à rémanence, de taille (5μm*5μm) en fonction de l'angle d'incidence du faisceau (a) 0° (b) 5° (c) 15° (d) 20°.

Nous mesurons la variation du signal dichroïque au centre des domaines 'up' (blanc) et 'down' (noir) en fonction de l'angle d'incidence du faisceau. Les résultats sont rapportés Figure IV-40. Nous constatons que pour les domaines 'up', le signal dichroïque change de signe pour un angle proche de 34°. Afin de comprendre ce comportement, reprenons l'équation donnant le signal dichroïque [117] :

$$XMCD = \frac{I^{CL} - I^{CR}}{I^{CL} + I^{CR}} = \tanh \left(\frac{t}{\cos(\varphi_{beam})} \cdot \frac{1}{L} d \cdot \vec{b} \cdot \vec{m} \right) \approx \frac{t}{\cos(\varphi_{beam})} \cdot \frac{1}{L} d \cdot \vec{b} \cdot \vec{m} \propto \vec{b} \cdot \vec{m} \quad (\text{Eq IV-14})$$

Calculons le signal XMCD pour le centre des domaines 'up' et 'down' à partir des (Eq IV-12a,b). Il vient que :

$$XMCD_{\text{domaine up}} \propto \cos\left(\frac{\pi}{2} - \theta^{\text{max}} + \varphi_{\text{beam}}\right) \quad (\text{Eq 4-15a})$$

$$XMCD_{\text{domaine down}} \propto \cos\left(\frac{\pi}{2} + \theta^{\text{max}} + \varphi_{\text{beam}}\right) \quad (\text{Eq 4-15b})$$

Ainsi, lorsque $\varphi_{\text{beam}} = \theta_{\text{max}}$, le signal XMCD des domaines ‘up’ s’annule. Nous pouvons même aller plus loin en réalisant l’ajustement des XMCD pour les domaines ‘up’ et ‘down’ en fonction de φ_{beam} . Un très bon accord est obtenu comme nous pouvons le voir sur la [Figure IV-40](#). Ainsi, une mesure précise de θ_{max} peut être obtenue, égale à $33.9^\circ \pm 2.8^\circ$. Il faudra garder à l’esprit que cet angle de *stripes* est une moyenne de l’angle des spins sur l’épaisseur de la couche. Il est fort à parier que cet angle sera plus grand au centre de la couche et plus petit à la surface. Il n’empêche que l’aimantation fait un angle avec la surface ce qui légitimise l’utilisation du mot *Weak Stripes* pour définir notre configuration. Pour une épaisseur de CoFeB de 180 nm, l’angle moyen des spin dans chaque bande des *Weak Stripes* est estimé à $33.9^\circ \pm 2.8^\circ$.

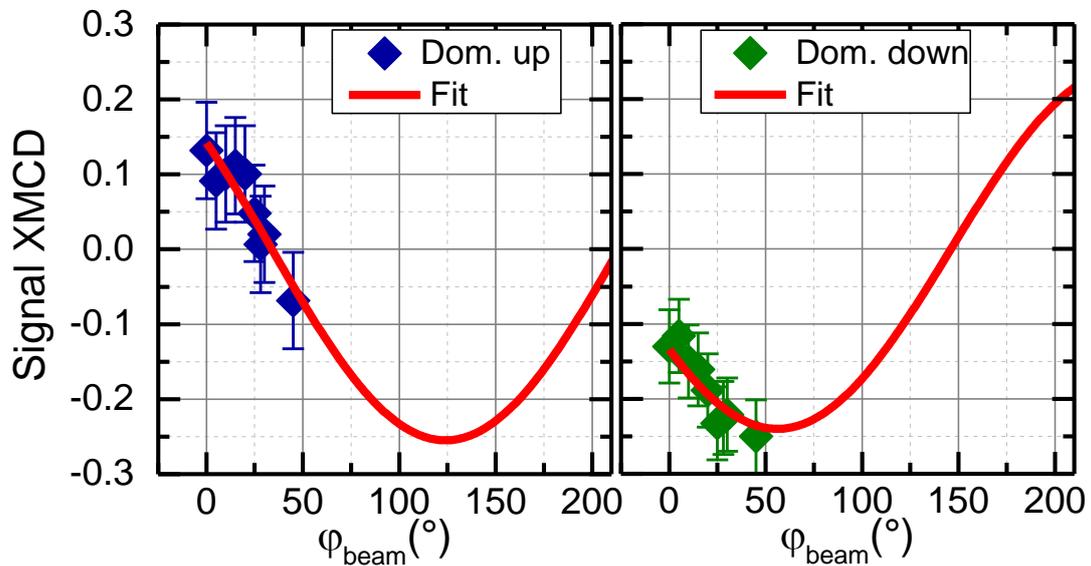


Figure IV-40. Evolution du signal magnétique dichroïque en fonction de l’angle d’incidence des rayons X pour les domaines magnétiques ‘up’ (à gauche) et ‘down’ (à droite) d’une couche de CoFeB 180 nm affichant une structure *Weak Stripes*.

Malgré l’efficacité de cette méthode de mesure de ‘zéro’, elle demeure longue à appliquer, techniquement difficile à moyen angle (45°) et même impossible aux grands angles (au-delà de 45°). Le risque technique est d’endommager des composants internes du microscope tels que l’OSA où la zone-plate. C’est pour cela que nous avons développé une nouvelle approche pour déterminer l’angle moyen maximum des spins dans les *Weak Stripes*, en utilisant cette-fois un seul angle d’incidence du faisceau et en profitant de la polarisation des rayons X incidents.

5.2. Utilisation de la polarisation de la lumière pour la détermination de l’angle maximum des *Weak Stripes*

La méthode que nous développons ici repose sur l’utilisation de la polarisation de la lumière et une mesure avec un angle d’incidence $\varphi_{\text{beam}} \neq 0$. Revenons dans un premier temps sur les

équations (Eq IV-11). Elles donnent l'intensité de faisceau transmis pour les polarisations CL et CR des photons. A partir de ces équations, nous pouvons définir :

$$C_{\varphi}^{\varphi_{beam}} = \frac{Ln(I^{CL}) - Ln(I^{CR})}{Ln(I^{CL}) + Ln(I^{CR}) - 2Ln(I_0)} = d \cdot \vec{b} \cdot \vec{m} = -d \cos(\varphi_{beam} + \varphi) \quad (\text{Eq IV-16})$$

Si la texture magnétique est translatée d'une demi période dans la direction y, l'angle des *stripes* qui était φ devient $\pi - \varphi$. Ainsi $C_{\pi-\varphi}^{\varphi_{beam}}$ sera obtenu numériquement en décalant l'image STXM d'une demi-période. Il vient alors que :

$$C_{\pi-\varphi}^{\varphi_{beam}} = -d \cos(\varphi_{beam} + \pi - \varphi) = d \cos(\varphi_{beam} - \varphi) \quad (\text{Eq IV-17})$$

Par simple opération trigonométrique et en faisant des combinaisons linéaires des $C_{\varphi}^{\varphi_{beam}}$ et $C_{\pi-\varphi}^{\varphi_{beam}}$, on arrive à déterminer l'angle φ des *stripes*

$$\varphi = \text{ArcTan} \left(\frac{1}{\tan \varphi_{beam}} * \frac{(C_{\varphi}^{\varphi_{beam}} + C_{\pi-\varphi}^{\varphi_{beam}})}{(C_{\varphi}^{\varphi_{beam}} - C_{\pi-\varphi}^{\varphi_{beam}})} \right) \quad (\text{Eq IV-18})$$

Nous voyons dans l'équation (Eq IV-18) que cette méthode pourra être utilisée dès lors que $\varphi_{beam} \neq 0$. Dans un premier temps, nous avons choisi arbitrairement de prendre $\varphi_{beam} = 30^\circ$ et de rester sur le seuil L2 du Co (791.25 eV). Pour utiliser les formules (Eq IV-16), (Eq IV-17) et (Eq IV-18), la détermination de I_0 est nécessaire. I_0 est l'intensité du faisceau traversant la membrane sans couche magnétique. La mesure de I_0 est donnée dans la Figure IV-41. Nous mesurons également les configurations magnétiques avec les polarisations (CL) et (CR). Elles sont données dans la Figure IV-42. La première donnera $C_{\varphi}^{30^\circ}$ et la seconde, lorsqu'elle sera décalée d'une demi-période, nous donnera $C_{\pi-\varphi}^{30^\circ}$.

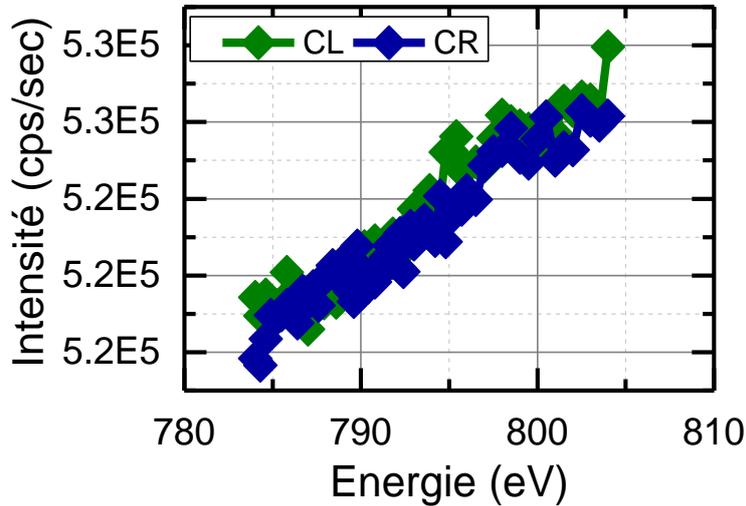


Figure IV-41. Mesure de l'intensité du faisceau de photons I_0 à travers une membrane sans couche magnétique.

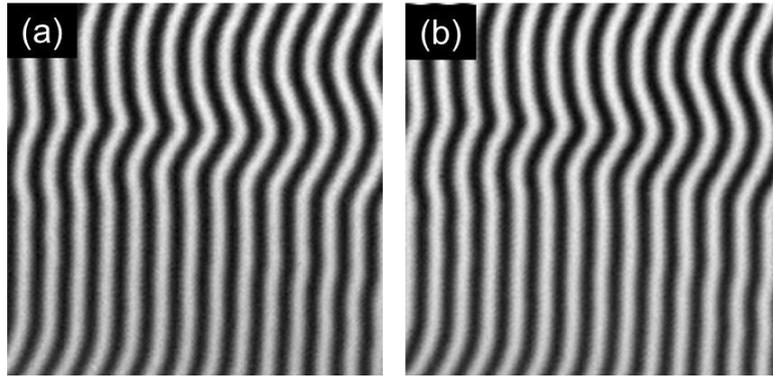


Figure IV-42. Cliché d'absorption des rayons X en polarisation (a) CL et (b) CR d'une structure magnétique en Weak Stripes à rémanence pour un échantillon CoFeB 180 nm, à un angle d'incidence du faisceau fixé à 30° , la taille de la zone scannée est de $(5\mu\text{m}*5\mu\text{m})$.

Pour réaliser le décalage de l'image CR, nous choisissons une zone de l'image où les bandes sont bien parallèles (partie basse de l'image). A l'aide de (Eq IV-18), φ est calculé ainsi que $\theta(y) = \frac{\pi}{2} - \varphi$. La mesure est reportée Figure IV-43. Tout d'abord, on extrait un angle maximum de canting de l'aimantation par rapport au plan de $\theta_{\text{max}} = 34.4^\circ$. Cette valeur est en parfait accord avec la mesure angulaire reportée dans le paragraphe précédent. Ensuite, et de manière élégante et non reportée dans la littérature jusqu'à présent, nous obtenons un profil de variation spatiale de l'aimantation moyenne dans l'épaisseur donnée par l'angle $\theta(y)$. Ce profil s'ajuste avec une fonction cosinus.

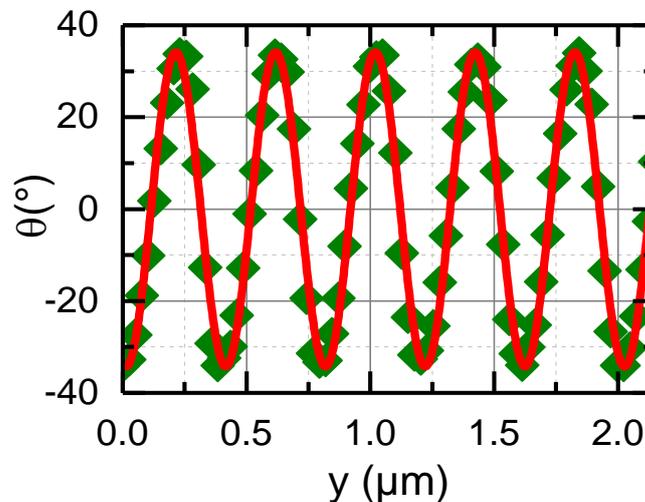


Figure IV-43. Profil de l'angle moyen de l'aimantation dans l'épaisseur en fonction de la position. La courbe bleue est un ajustement réalisé avec une fonction cosinus. La mesure a été faite avec $\varphi_{\text{beam}}=30^\circ$.

Une seconde mesure a été réalisée avec un angle $\varphi_{\text{beam}} = 45^\circ$, les autres conditions étant identiques. La mesure de $\theta(y) = \frac{\pi}{2} - \varphi$ est donnée Figure IV-44. Encore une fois, nous retrouvons une valeur en accord avec les autres mesures $\theta_{\text{max}} = 34.17^\circ$ et un profil pouvant être ajusté par une fonction cosinus.

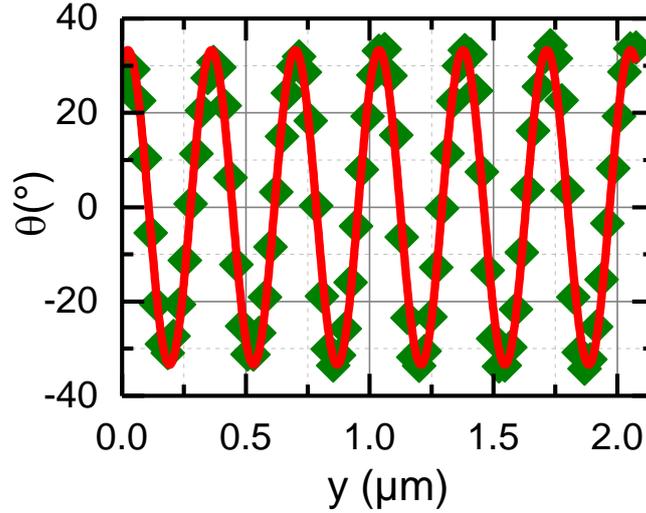


Figure IV-44. Profil de l'angle moyen de l'aimantation dans l'épaisseur en fonction de la position. La courbe bleue est un ajustement réalisé avec une fonction cosinus. La mesure a été faite avec $\varphi_{\text{beam}}=45^\circ$.

Ces deux résultats sont en parfait accord avec la première mesure en dépendance angulaire. Nous avons donc réussi à remonter à l'angle de l'aimantation dans une configuration magnétique en *Weak Stripes* dans un système CoFeB 180 nm, en utilisant qu'un seul angle d'incidence du faisceau en utilisant la polarisation de la lumière. Dans le point qui suit, nous montrerons une 3^{ème} méthode avec laquelle nous avons également pu obtenir la dépendance de l'angle des *stripes* avec le champ appliqué dans le plan de la couche.

5.3. Angle de *Weak Stripes* en fonction d'un champ magnétique planaire

Pour la détermination de l'angle de *Weak Stripes* en fonction du champ magnétique, nous revenons à un angle $\varphi_{\text{beam}} = 0^\circ$. Cette configuration nous simplifie la vie pour l'application du champ dans le plan sans qu'il n'y ait une composante du champ perpendiculaire. Nous restons aussi au même seuil L2 du Co. On place le quadropôle magnétique de façon à pouvoir appliquer un champ magnétique selon la direction parallèle au plan d'incidence du faisceau et des images sont prises avec les 2 polarités CL et CR. Les images XMCD sont calculées pour chaque valeur du champ magnétique H_x . A partir de ces images, on extrait les signaux XMCD au centre de des domaines 'up' (blanc) et 'down' (noir) et l'on mesure la variation de ces signaux avec le champ appliqué.

A partir de l'équation (Eq IV-14), nous montrons que :

$$XMCD_{\text{up}}^{\text{max}} = \tanh\left(\frac{t}{L}d \cdot \cos\left(\frac{\pi}{2} - \theta_{\text{max}}\right)\right) \quad (\text{Eq IV-19a})$$

$$XMCD_{\text{down}}^{\text{max}} = \tanh\left(\frac{t}{L}d \cdot \cos\left(\frac{\pi}{2} + \theta_{\text{max}}\right)\right) \quad (\text{Eq IV-19b})$$

$$\theta_{\text{max}} = \left| \text{ArcSin}\left(\frac{\text{Arctanh}(XMCD)}{\frac{t \cdot d}{L}}\right) \right| \quad (\text{Eq IV-20})$$

La valeur de θ_{max} peut donc être évaluée mais pour cela il est nécessaire de connaître la valeur de $\frac{t}{L}d$. Pour cela, il faut évaluer le signal XMCD dans une géométrie d'aimantation connue (Eq IV-14, $\vec{b} \cdot \vec{m}$ connu). Cela est souvent fait, soit en saturant l'aimantation dans le plan et en prenant $\varphi_{beam} \neq 0$, soit en saturant en perpendiculaire. Ces deux situations ne peuvent être réalisées expérimentalement ici : le champ de saturation perpendiculaire est trop grand et ne peut pas être appliqué avec le quadrupôle ; si $\varphi_{beam} \neq 0$, le champ aura une composante hors plan (la configuration de champ n'est pas suffisamment bien connue avec le quadrupole pour appliquer un champ dans le plan lorsque l'échantillon est tilté).

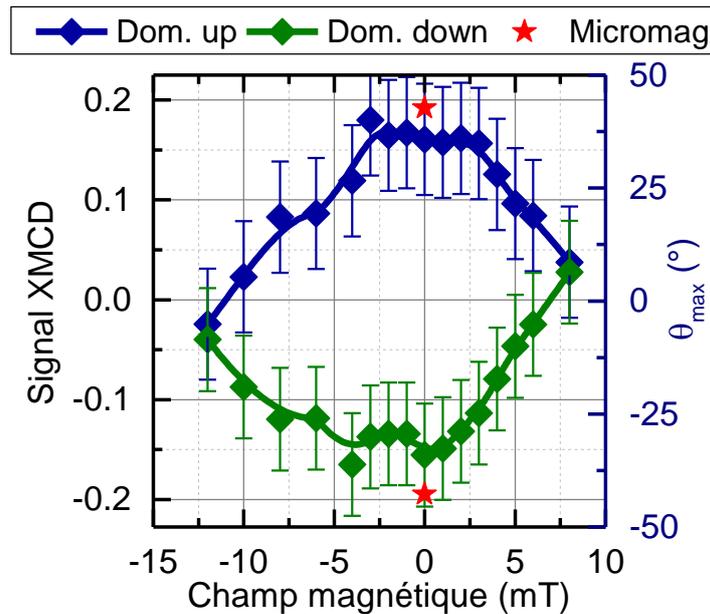


Figure IV-45. Evolution du signal XMCD et de l'angle θ_{max} calculé en fonction du champ magnétique appliqué dans le plan sur un échantillon CoFeB de 180 nm d'épaisseur.

Nous avons utilisé une autre astuce. Etant donné que nous connaissons l'angle θ_{max} au centre des stripes, nous connaissons en cette position $\vec{b} \cdot \vec{m}$. Ainsi, une valeur estimée à $\frac{t}{L}d \approx 0.2294$ a pu être obtenue avec à partir de l'image XMCD prise à $\varphi_{beam} = 30^\circ$. En utilisant (Eq IV-20), nous calculons l'évolution de θ_{max} avec le champ magnétique planaire appliqué (Figure IV-45). Nous retrouvons ici de manière expérimentale l'évolution prédite théoriquement : lorsque l'intensité du champ magnétique planaire augmente, θ_{max} diminue pour être égal à zéro à la saturation. Bien évidemment, cela peut paraître évident mais encore fallait-il faire la mesure pour le montrer. En effet, jusqu'à présent, cette démonstration n'avait pas été faite.

5.4. Domaines de fermeture

Etant donné que nous avons pu déterminer le profil moyen de l'aimantation dans les directions y et z et en considérant qu'il est indépendant de x (bandes bien parallèles), nous pouvons pour la première fois dans la littérature réaliser une reconstruction du cycle d'aimantation

macroscopique. La composante de l'aimantation dans la direction du champ peut être calculée à partir de

$$\frac{M_x(H_x)}{M_s} = \frac{1}{P} \int_0^{T_{stripe}} \cos\left(\theta^{max}(H_x) \cos\left(2\pi \frac{y}{P}\right)\right) dy \quad (\text{Eq IV-21})$$

où H_x est le champ magnétique planaire orienté selon l'axe x, P est la période des *stripes* mesurée par MFM, $\theta^{max}(H_x)$ est la variation de l'angle maximal de l'aimantation au centre des *stripes* en fonction du champ appliqué déterminé expérimentalement, $\cos\left(2\pi \frac{y}{P}\right)$ est le profil de l'aimantation dans la direction perpendiculaire aux *stripes* déterminé expérimentalement.

Le résultat du calcul est donné dans la Figure IV-46. On constate que l'aimantation calculée est systématiquement supérieure à celle mesurée sur le cycle d'aimantation. Nous surévaluons donc la composante de l'aimantation selon x. Cet état de fait ne peut pas provenir d'une mauvaise évaluation de la composante z puisque l'angle des *stripes* a été mesuré. Elle doit provenir d'une composante y de l'aimantation qui correspondrait à l'existence de domaines de fermeture en surface.

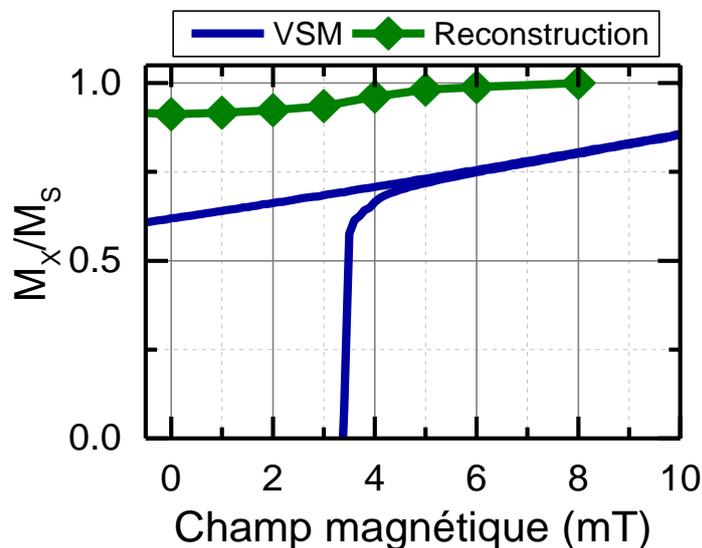


Figure IV-46. Zoom sur le cycle d'aimantation en configuration planaire du champ magnétique d'un échantillon CoFeB 180 nm (en bleu). Reconstruction de l'aimantation à partir des mesures STXM pour le même échantillon (en vert).

Nous avons essayé de les mettre en évidence expérimentalement par des mesures STXM. Pour cela, nous avons décidé de saturer l'échantillon à 90° par rapport au plan d'incidence du faisceau (*stripes* selon l'axe y). L'idée derrière la configuration choisie est à la fois de minimiser le signal provenant de la composante perpendiculaire³, et deuxièmement de maximiser le signal propre aux domaines de surface, en faisant varier l'angle d'incidence du faisceau⁴. Le résultat des mesures sur les valeurs du signal dichroïque tirées au centre de chaque domaine pour les

³ La direction du faisceau perpendiculaire à l'orientation de l'aimantation dans les domaines, signal dichroïque minimisé.

⁴ L'angle d'incidence du faisceau de plus en plus colinéaire à l'aimantation dans les domaines de surface, signal dichroïque maximisé.

différents angles d'incidence du faisceau est montré dans la [Figure IV-47](#). On s'aperçoit que le signal magnétique dichroïque est constant pour les deux domaines magnétiques 'up' et 'down'. Son intensité est proche de celle mesurée jusqu'à présent, en configuration saturée selon x. Ceci confirme que le signal STXM provient majoritairement de la composante perpendiculaire de l'aimantation et qu'il est donc difficile d'extraire un signal propre aux domaines de fermeture en surface.

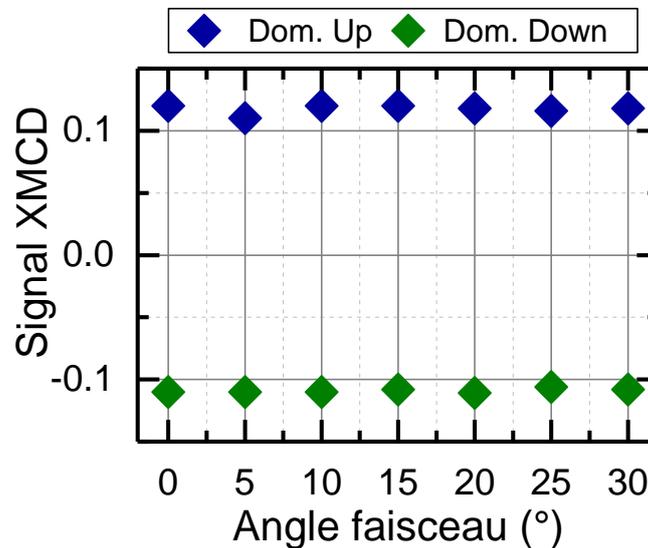


Figure IV-47. Signal dichroïque mesuré au centre des domaines 'up' (bleu) et 'down' (vert) en fonction de l'angle d'incidence du faisceau pour un échantillon CoFeB 180 nm saturé ex-situ selon l'axe y.

6. Micromagnétisme

Comme dans la majorité de travaux menés sur ces structures complexes, nous avons été obligés d'en passer par des simulations micromagnétiques. Elles ont été menées par Daniel Stoeffler de l'IPCMS. Ces dernières reposent sur l'utilisation du code MuMax3 [136]. Tous les paramètres micromagnétiques du CoFeB ont été extraits des différentes mesures expérimentales: $M_S = 1290$ kA/m (mesuré par VSM et SQUID), $A_{Ech} = 17$ pJ/m (mesuré par FMR), $K_{Perp} = 36.5$ kJ/m³ perpendiculaire au plan du fil (mesuré par FMR et SQUID) (voir les paragraphes précédents). Une taille de cellule typique de $2,87 \times 2,87 \times 3$ nm³ a été utilisée, ce qui permet de décrire avec précision la configuration micromagnétique sur la plage utilisée du champ appliqué. Le comportement micromagnétique des films CoFeB d'une épaisseur allant de 150 nm à 300 nm a été étudié. Évidemment, les champs critiques de la nucléation des bandes, de l'ondulation des bandes, de l'inversion de l'aimantation, de la taille des domaines stables et de l'aimantation résiduelle dépendent de l'épaisseur du film.

De grandes mailles élémentaires dans les directions x et y dans le plan avec des conditions aux limites périodiques (PBC) au sens du code MuMax3 ont été utilisées pour simuler de grands échantillons. Ceci est réalisé en ajoutant un grand nombre de copies de la maille élémentaire dans les directions +x et -x ainsi que dans les directions -y et +y. Ces conditions sont critiques et nous en déduisons que c'est la raison pour laquelle les processus décrits dans ce manuscrit n'ont pas été rapportés jusqu'à présent. En effet, par convention, l'énergie totale par unité de volume de la maille de la texture des bandes est minimisée en faisant varier la taille de la maille

le long de y , c'est-à-dire perpendiculairement à la bande. Lorsque la bande est supposée droite dans la direction longitudinale x , une cellule est utilisée dans la direction x avec la PBC simulant des échantillons très longs. Cela permet de déterminer la période de la bande en minimisant l'énergie totale par unité de volume de cellule par rapport à la taille de la maille dans la direction y . Le long de x , c'est-à-dire le long des bandes, ces conditions périodiques restreintes sont généralement fixées de manière à réduire le nombre de cellules et à diminuer l'utilisation de la mémoire et le temps de calcul. En effet, à première vue, le problème micromagnétique semble être invariant le long de la direction x . Aux vues de nos résultats, cette affirmation est évidemment fautive. En effet, dans tous les cas, les états d'ondulation ou de zigzag ont toujours des énergies inférieures à celles des bandes droites. Afin d'étudier la sensibilité de l'état zigzag à la taille de la cellule unitaire plane, la longueur de la cellule unitaire dans la direction x a été modifiée entre 1 et 5 μm : une seule période de l'ondulation (pour un champ appliqué positif) ou de l'état zigzag (pour un champ appliqué négatif) a toujours pu être obtenue, mais aucun minimum d'énergie en fonction de la période de l'ondulation clair n'a pu être mis en évidence. Dans ce qui suit, la taille de la maille, et donc la période soit de l'ondulation soit de l'état zigzag le long de x a été fixée à 1,7 μm .

6.1. Structure des *Weak Stripes*

Un résultat typique de calcul en champ nul est représenté dans la [Figure IV-48](#). Elle représente une coupe dans l'épaisseur de la couche d'une maille élémentaire, perpendiculaire aux bandes. Ce résultat démontre très clairement que, pour les paramètres micromagnétiques des couches de CoFeB, des domaines de fermeture existent. Ils permettent de boucler le flux aux surfaces pour diminuer le champ démagnétisant.

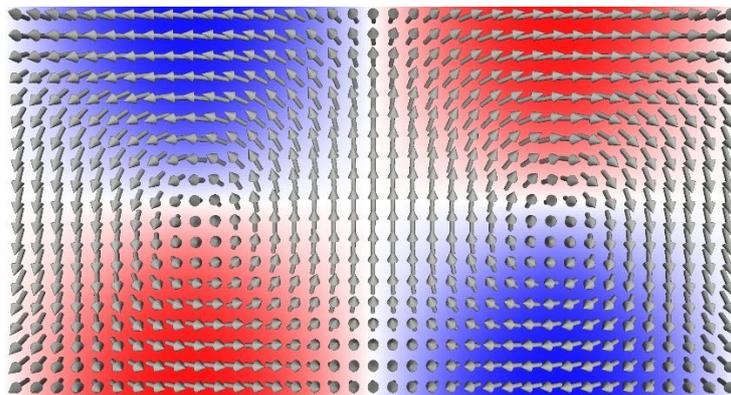


Figure IV-48. Structure en domaines calculée où nous voyons clairement apparaître les domaines de fermeture. Ici une seule maille en y est représentée.

Comme nous allons le voir par la suite, la présence de ces domaines de fermeture va fortement influencer le comportement magnétique des bandes. De manière complètement phénoménologique, Kittel [66], [67] avait déjà démontré l'impact que pouvait avoir les domaines de fermeture sur la période des bandes. En effet, en comparant les situations avec ([Figure IV-49-a](#)) et sans domaines de fermeture ([Figure IV-49-b](#)), il avait montré que l'extension spatiale des bandes était différente.

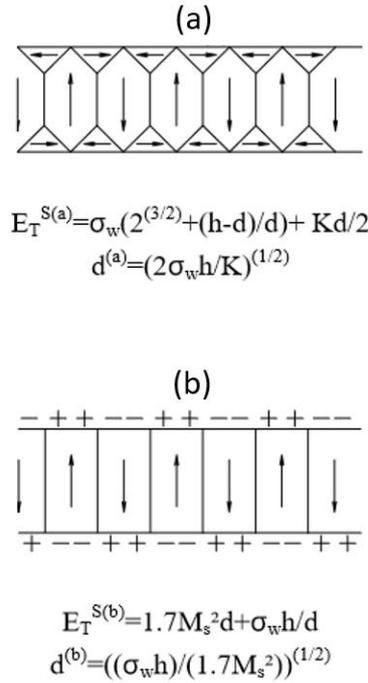


Figure IV-49. Energie et taille des domaines qui minimise l'énergie pour une structure sous forme de bandes avec (a) et sans (b) domaines de fermeture. σ_w est l'énergie de paroi par unité de surface. K est la constante d'anisotropie, d est la période des domaines et h est l'épaisseur du film. Tirées de [20].

Il avait obtenu le résultat suivant :

$$P(a) \approx \frac{P(b)}{\sqrt{2Q}} \quad (\text{Eq IV-22})$$

Pour raison de conformité, nous rappelons seulement que (P) est la période des domaines (Ce terme est désigné par la lettre (d) dans la Figure IV-49.

Ainsi la période des bandes avec domaines de fermeture est à peu près égale à celle des bandes sans domaines de fermeture divisée par $\sqrt{2Q}$. Dans le cas de matériaux à faible Q (ce qui est le cas de notre CoFeB), la période des *Weak Stripes* avec domaines de fermeture est grossièrement dix fois plus grande que dans le cas sans domaines de fermeture. Ainsi, l'existence des domaines de fermeture contrôle la période des stripes. Dans son calcul, Kittel n'a pas tenu compte des charges de volume. Un terme d'énergie démagnétisant supplémentaire doit être

ajouté, proportionnel à M_s^2 . Ainsi, $P(a) \approx \sqrt{\frac{1.7M_s^2}{\frac{K}{2} + \beta M_s^2}} P(b)$ où β est lié au facteur de champ

démagnétisant des stripes avec domaines de fermeture. Au final,

$$P(a) \approx \frac{P(b)}{\sqrt{2Q + \frac{\beta}{1.7}}} \quad (\text{Eq IV-23})$$

Etant donné que β est plus petit que 1.7 (énergie de champ démagnétisant plus petit avec des domaines de fermeture), la période avec domaines de fermeture sera toujours plus petite que sans domaines de fermeture, mais le contraste sera réduite par rapport au facteur 10 calculé plus haut.

6.2. Evolution sous champ magnétique

En partant de la saturation positive avec le champ appliqué dans le plan, le champ appliqué est progressivement réduit à zéro. Lorsque la nucléation se produit à 15 mT, des bandes droites et périodiques bien définies sont créées avec une période de 270 nm (Figure IV-50). Lorsque l'intensité du champ décroît, la période des bandes droites augmente lentement jusqu'à 330 nm à 1 mT.

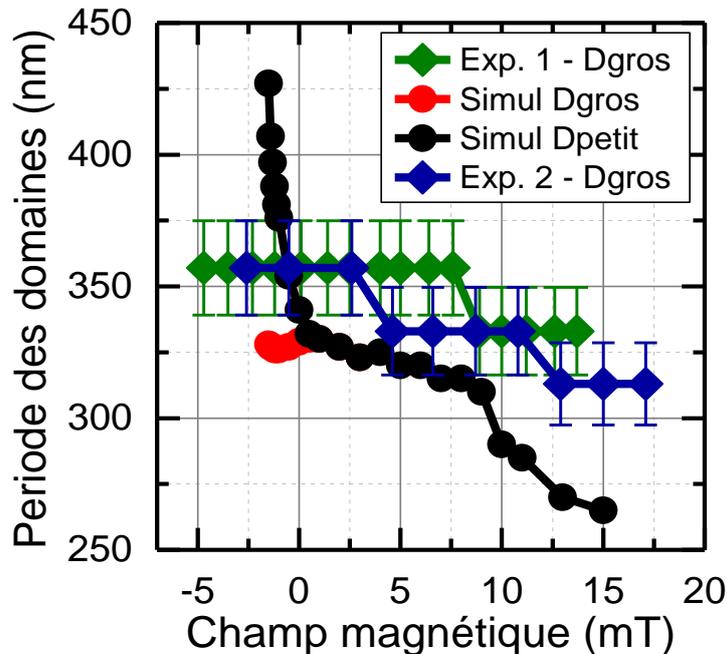


Figure IV-50. Variation de la période des stripes avec le champ appliqué. Superposition des valeurs expérimentales (en bleu) et calculées par les simulations micromagnétiques.

La Figure IV-51-a montre la structure en domaines obtenues à 1 mT. De 1 mT à 0 mT, la diminution du champ entraîne la formation d'ondulations Figure IV-51-b,c : pour atteindre le minimum de l'énergie totale, la période le long de y augmente plus rapidement que dans le cas de la bande droite instable correspondante (obtenue avec une cellule unitaire n'ayant qu'une seule cellule dans la direction x) . Une nouvelle diminution du champ appliqué entraîne l'apparition de l'état zigzag (Figure IV-51-d, -1 mT). En diminuant davantage le champ appliqué, la période le long de y augmente jusqu'à 430 nm pour trouver le minimum de l'énergie totale (Figure IV-50). Il est intéressant de noter que la période de la bande (définie perpendiculairement à la paroi) est constante. Ces résultats ne peuvent être obtenus que lorsque la période le long de x est supérieure à 1 μm (seules des bandes droites sont obtenues en dessous). Ceci est conforme à la périodicité de l'ondulation entre 1 et 3 μm observée expérimentalement.

Dans nos structures *Weak Stripes*, la configuration 3D de l'aimantation est complexe, voir (Figure IV-51). L'existence des ondulations, apparaissant en champ positif, semble être un phénomène intrinsèque. En effet, dans le cas des expériences réalisées sur nos couches de CoFeB, l'existence d'un axe d'anisotropie planaire pourrait être à l'origine de ces ondulations mais dans le cas des simulations numériques, cet axe d'anisotropie n'existe pas.

La relative facilité de formation des ondulations est en fait une propriété assez générique des phases modulées unidimensionnelles. Comme nous l'avons évoqué dans le chapitre II, de telles

phases proviennent de la compétition entre une interaction à courte et à longue distance (ici l'échange et les interactions dipolaires), qui dicte une période optimale susceptible de s'établir le long d'une direction donnée, y dans nos simulations. Si l'ensemble du système est invariant en rotation, cette direction est arbitraire, et le coût énergétique associé aux rotations locales de la structure devrait être particulièrement faible. Plus précisément, l'approximation dite harmonique (expansion de Taylor du quatrième ordre de l'énergie en fonction du paramètre d'ordre et de ses gradients spatiaux) indique que les coûts énergétiques pour une ondulation de longueur d'onde λ le long de x varient de λ^{-4} . Le peuplement thermique de ces fluctuations d'énergie anormalement faibles conduit à une divergence logarithmique qui empêche l'établissement d'un ordre unidimensionnel à longue portée à une température finie (Landau, Physique statistique, p.434-445 [137]). En raison de leur très faible coût énergétique, ces ondulations peuvent également se former de manière quasi-statique pendant le processus de commutation, à condition que la coercivité intrinsèque du milieu soit suffisamment faible, ce qui, selon nous, est précisément le cas de nos films CoFeB.

Deux mécanismes différents pourraient être en jeu dans notre système pour "peupler" ces fluctuations.

- La première hypothèse est celle d'une origine purement intrinsèque. Les *Weak Stripes* ont une structure interne compliquée impliquant des domaines de fermeture de type Néel caps bien développées. Par rapport à une modulation purement unidimensionnelle, on obtient un degré de liberté supplémentaire, à savoir la composante transversale dans le plan de l'aimantation à l'intérieur de chaque paroi M_y .
- La seconde hypothèse est de nature plus extrinsèque et est similaire à celles utilisées pour expliquer le mode de renversement à grande longueur d'onde de type « buckling » observé dans les films magnétiquement doux [138]. L'effet de taille finie est connu pour être responsable de la formation d'un état de « buckling » dans les éléments allongés, de manière à minimiser l'énergie de démagnétisation associée à l'aimantation transversale dans le plan. Les effets de taille finie sont toujours présents dans MuMax3 en raison de la mise en œuvre de la PBC qui ne peut être véritablement étendue à l'infini.

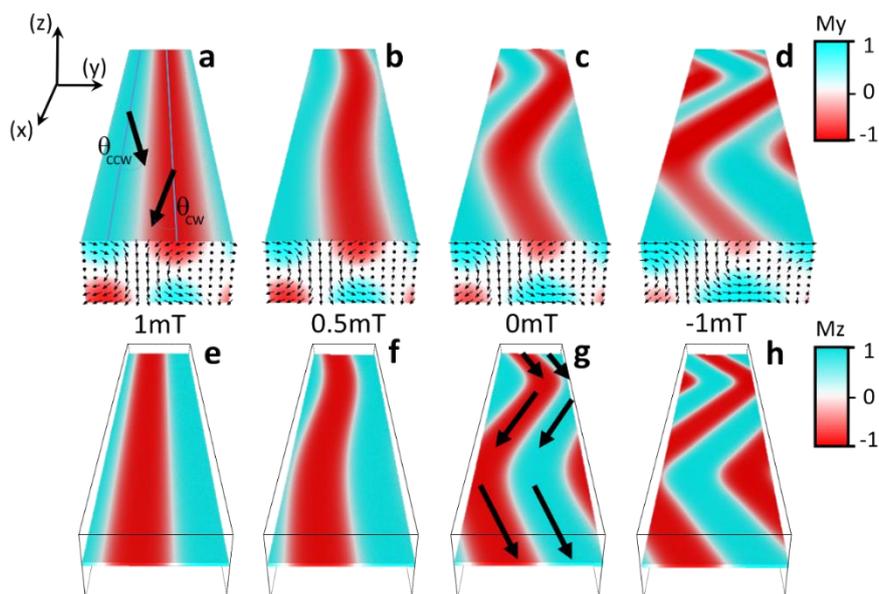


Figure IV-51 Configurations micromagnétiques en fonction du champ appliqué (1, 0.5, 0 et -1 mT) et de l'impact de la rotation de l'aimantation sur les domaines de fermeture. Les calculs ont été effectués pour le CoFeB de 180 nm d'épaisseur et la PBC le long de y a été modifiée pour trouver le minimum d'énergie. La périodicité le long de x est prise égale à $L_x=1,7 \mu\text{m}$.

Nous avons donc étudié en détails les charges magnétiques stockées dans la configuration 3D. Cet examen révèle que la divergence de l'aimantation le long de z et y s'annule dans le volume, ne laissant que les charges de surface liées à la divergence y de l'aimantation responsables de l'énergie de champ démagnétisant, voir (Figure IV-52-a). A partir d'une saturation positive dans le plan, la diminution du champ entraîne la réorientation de l'aimantation le long de l'axe d'anisotropie (Figure IV-51, ligne du bas) : la composante perpendiculaire de l'aimantation augmente et alterne pour réduire le champ de démagnétisation comme elle se produit dans une phase de bandes rectilignes (Figure IV-51-e). Les domaines de fermeture commencent à apparaître pour fermer le flux à la surface et l'aimantation de surface tourne d'un angle θ_{CW} et θ_{CCW} (définition donnée en Figure IV-51-a) par rapport à la direction du champ appliqué (angles toujours pris positifs).

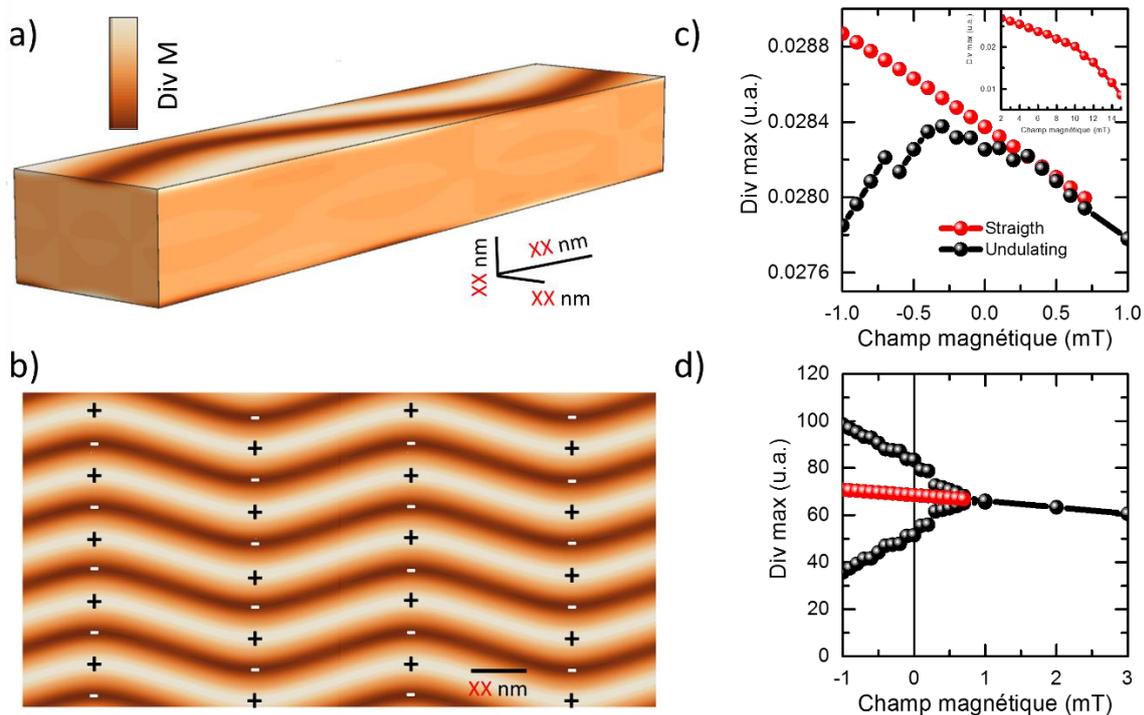


Figure IV-52. (a) Répartition 3D de la divergence de l'aimantation dans une structure en domaines avec ondulation ; (b) Vue en surface de la répartition des charges magnétiques sur la structure en domaines ; (c) Variation du maximum de divergence de surface calculée pour les bandes droites forcées (rouge) et dans les parties droites de l'ondulation des domaines en zigzag (noir). Insert : variation de cette divergence maximale à partir du champ de saturation dans le plan ; (d) variation des angles des domaines de fermeture pour les bandes droites forcées (rouge) et dans les parties droites de l'ondulation des domaines en zigzag (noir).

La diminution du champ jusqu'à 1 mT renforce cette tendance, θ_{CW} et θ_{CCW} augmente de manière symétrique : $\theta_{CW}=\theta_{CCW}$ et les charges de surface augmentent (insert de la Figure IV-52-c). A 1 mT, la texture magnétique peut suivre deux voies : la première consiste à poursuivre ce processus de rotation symétrique des angles de calotte qui maintient les bandes dans une forme droite (Figure IV-52-d, points rouges). Ce processus est toujours décrit dans la littérature et semble être le chemin à forte divergence et donc forte énergie de champ démagnétisant. La deuxième voie consiste à diminuer θ_{CW} tandis que θ_{CCW} augmente (Figure IV-52-d, points noirs). Dans cette deuxième voie, l'augmentation de la charge de surface est ralentie et une rotation de l'aimantation au cœur de la couche serait induite par échange. Une ondulation se produit (Figure IV-51-g) et la texture magnétique réarrange les charges magnétiques d'une distribution 1D vers une distribution en damier 2D (Figure IV-52-c), ce qui entraîne une

nouvelle diminution de l'énergie de champ démagnétisant. Alors que la période de la bande reste pratiquement constante, la nouvelle diminution du champ appliqué entraîne un resserrement des charges le long de x , l'énergie de champ démagnétisant étant la plus faible lorsque les charges alternatives sont les plus proches. Ceci se produit par le développement de l'amplitude de l'ondulation et dans le champ appliqué négatif par l'apparition de zigzags d'angle croissant.

Au cours de ces transformations, la composante de l'aimantation dans le plan tourne dans le plan soit dans le sens des aiguilles d'une montre, soit dans le sens inverse. Lorsque le champ appliqué est inversé (c'est-à-dire négatif), la composante de l'aimantation dans le plan continue sa rotation dans la direction du champ appliqué. Cela conduit à une évolution asymétrique des domaines de fermeture. Le volume des Néel caps avec une aimantation antiparallèle à la direction de l'aimantation locale diminue (rouge dans la [Figure IV-51-d](#)) alors que le volume des Néel caps avec une aimantation parallèle à la direction de l'aimantation locale augmente (bleu dans la [Figure IV-51-d](#)). Il en résulte la formation de domaines de fermeture de type Néel décalés. Comme l'état de zigzag a été observé à la rémanence par MFM, cette configuration doit pouvoir être observée à champ appliqué nul.

Ainsi, par cette première lecture des résultats, c'est la création du damier de charges par les ondulations pour réduire l'énergie de champ démagnétisant qui semblent être à l'origine de la rotation de l'aimantation dans le plan. Nous allons voir par la suite que c'est le contraire. Cela est lié à l'évaluation imparfaite du champ démagnétisant dans le plan par le code Mumax3.

6.3. Problème identifié dans MuMax3

Comme nous l'avons évoqué au début du paragraphe, des conditions aux limites périodiques dans le plan ont été utilisées pour simuler la couche infinie. Ces conditions de calcul sont prévues dans le code MuMax3. Elles consistent à répéter dans la direction x et y la maille élémentaire du calcul. Cette maille élémentaire a une taille fixée à $1,7 \mu\text{m}$ le long des bandes, et la taille dans la direction y change pour chaque épaisseur de couche et de champ magnétique pour minimiser l'énergie de la configuration micromagnétique (comme évoqué plus haut). Les mailles répétées sont représentées en bleu dans la [Figure IV-53](#). Le nombre de répétitions dans les directions x et y donnera le champ de coupure du champ démagnétisant puisqu'en dehors des mailles bleues et orange, il n'y a pas de couche magnétique. Le champ démagnétisant ainsi calculé ne traduit qu'imparfaitement le film infini qu'on cherche à simuler : il manque la contribution provenant du film qui n'est pas inclus dans les mailles bleues de la maille orange.

La contribution manquante peut être estimée à partir de celle d'un film infini aimanté uniformément avec l'aimantation moyenne de la maille élémentaire à laquelle on retranche celle calculée par le code MuMax3. Ce champ démagnétisant « manquant » ainsi calculé est quasiment homogène sur la maille orange. Mais surtout, il est opposé à l'aimantation moyenne dans la maille orange et à toutes les composantes x de l'aimantation dans la maille. Ce champ va donc favoriser le renversement de l'aimantation et entre en compétition avec le champ appliqué. Avec les conditions PBC utilisées dans tous les calculs présentés jusqu'à présent (c'est-à-dire le nombre de mailles répétées dans les directions x et y). La surface couverte par les mailles bleues est d'environ $100 \mu\text{m}$ par $100 \mu\text{m}$, ce champ démagnétisant « manquant » vaut environ -0.7 mT au voisinage de la rémanence. Ainsi, lorsque nous avons décrit l'apparition des ondulations autour de $+0.7 \text{ mT}$, cette apparition se fait en réalité à un champ magnétique total égal à zéro. Si l'on augmente le nombre de mailles dans les directions x et y ,

ce champ peut tomber à -0.15 mT, mais au prix d'un temps de calcul des tenseurs démagnétisants très élevé. Dans ce cas, on voit apparaître les ondulations pour un champ compris entre $+0.1$ et $+0.2$ mT.

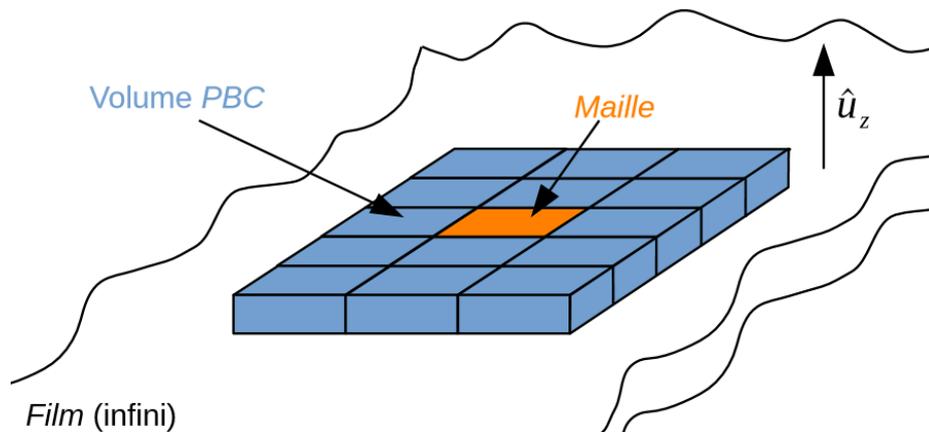


Figure IV-53. Schéma explicatif du principe de simulation des conditions périodiques dans MuMax3.

Ainsi, l'apparition des ondulations et des chevrons correspond au début du processus de renversement de l'aimantation. Ce n'est donc pas l'apparition du damier de charges qui entraîne la rotation de l'aimantation mais bien le contraire. Lorsque la composante de l'aimantation dans le plan tourne, cette dernière n'est pas homogène et entraîne la formation du damier de charges. Par rapport à ce que nous avons évoqué précédemment, les ondulations et zigzag ne sont pas d'origine intrinsèque, ni d'origine extrinsèque liée à des effets de taille finie. Elles sont tout simplement liées à l'apparition de la rotation de la composante planaire de l'aimantation lorsque le champ magnétique est renversé. Par manque de temps (les simulations prennent beaucoup de temps), nous n'avons pas pu refaire l'ensemble des calculs et des traitements de données. Nous avons simplement vérifié qu'une bonne image du comportement de l'aimantation est obtenu en considérant que les ondulations commencent à apparaître lorsque le champ vu par la couche devient négative.

Il nous reste maintenant à identifier quel sera l'impact d'un axe d'anisotropie dans le plan de la couche sur l'apparition des ondulations et zigzag. C'est l'objet du paragraphe suivant.

6.4. Influence de la présence d'un axe d'anisotropie dans le plan

Dans ce paragraphe, nous présentons l'influence que peut avoir un axe d'anisotropie planaire sur la configuration de surface d'une couche de 180 nm d'épaisseur. A titre d'exemple, nous avons pris une valeur de la constante d'anisotropie dans le plan égale à 5 kJ/m^3 pour l'épaisseur de 180 nm.

Dans la Figure IV-54-Gauche, nous retrouvons le résultat déjà obtenu jusqu'à présent avec une anisotropie nulle. Les ondulations apparaissent en champ négatif, ondulations qui se transforment progressivement en zigzag.

Lorsqu'un axe d'anisotropie est ajouté à la simulation, avec l'axe parallèle à la direction d'application du champ magnétique, le comportement observé sans anisotropie est conservé, il

est juste décalé en champ (Figure IV-54-Milieu). Des ondulations d'amplitude équivalente sont observées à -1 mT (sans anisotropie) et à -3.6 mT (avec l'anisotropie). Cela est tout à fait compréhensible puisqu'il convient maintenant non seulement de passer en champ négatif pour renverser la composante planaire d'aimantation mais également de vaincre le champ d'anisotropie.

Lorsqu'un axe d'anisotropie est ajouté à la simulation, avec l'axe perpendiculaire à la direction d'application du champ magnétique, la transition bandes rectiligne-ondulations se produit vers +2.3 mT. Cela correspond tout naturellement à la rotation de l'aimantation dans la direction de l'axe d'anisotropie et cela intervient en champ positif (comme dans le modèle de Stoner-Wohlfarth). Les zigzags restent stables et cela jusqu'à 0 mT. A -0.1 mT, l'aimantation se renverse tout en conservant un état zigzag avec un retour progressif vers les *stripes* rectilignes vers -2.3 mT. Le point nouveau est que dans la fenêtre [-2.3 mT, +2.3 mT], on a des ondulations ou des zigzags comme solution la plus stable mais avec une aimantation qui change brusquement de signe à 0 mT.

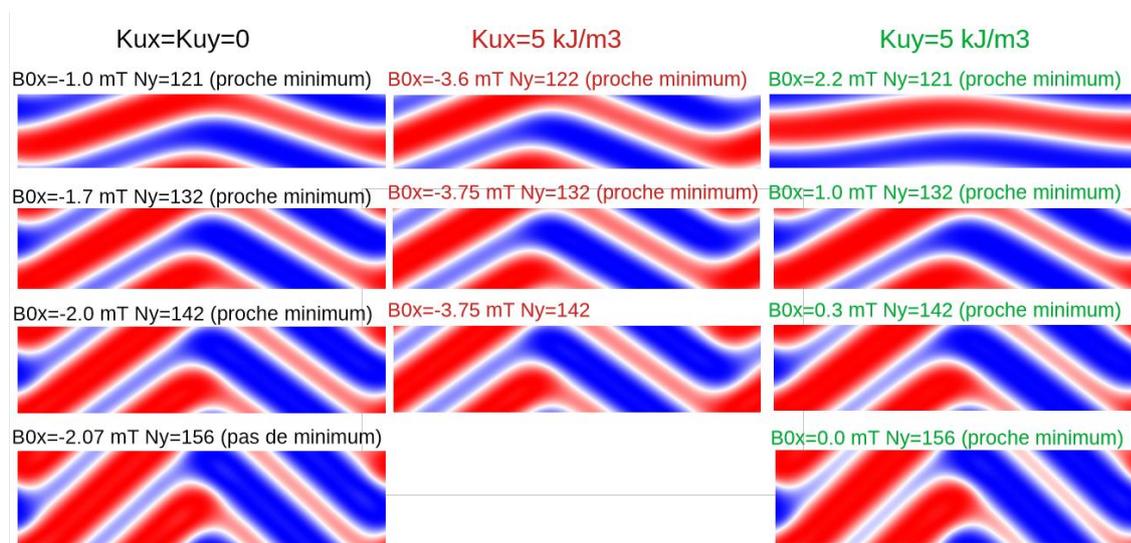


Figure IV-54. Calcul de la distribution d'aimantation de surface dans une couche de 180 nm d'épaisseur en fonction du champ magnétique appliqué. L'anisotropie perpendiculaire est égale à 36.5 kJ/m³. Colonne gauche : lorsque l'anisotropie magnétique dans le plan est égale à zéro. Colonne du centre : lorsque l'anisotropie magnétique dans le plan est égale à 5 kJ/m³ et orientée dans la direction du champ appliqué. Colonne de droite : lorsque l'anisotropie magnétique dans le plan est égale à 5 kJ/m³ et orientée perpendiculairement au champ appliqué.

Ce résultat est particulièrement intéressant puisqu'il corrobore les mesures de MFM faite sur l'échantillon de 180 nm d'épaisseur. Ainsi le comportement observé est directement lié à l'existence de cette composante d'anisotropie planaire. Des simulations micromagnétiques ont également été entreprises sur une échantillon typique de 150 nm d'épaisseur. Là aussi, nous retrouvons toutes les caractéristiques observées sur les mesures MFM. La conclusion se trouve renforcée quant à l'influence de cet axe d'anisotropie planaire. La seule simulation qui malheureusement n'a pas pu se faire et celle sur l'échantillon de 270 nm d'épaisseur. Le temps de calcul est conséquent mais il aurait été d'intérêt car ce calcul aurait pu démontrer l'influence des domaines de fermeture sur la direction des bandes lors de l'application d'un champ magnétique.

7. Observation des domaines de surface par X-PEEM

Cette structure étonnante et inhabituelle de domaines de fermeture de flux sous forme de zigzag (ou chevrons) n'a jamais été identifiée dans un film mince et nécessite l'utilisation d'une technique sensible à la surface pour être observée. Par conséquent, l'état rémanent a été observé par microscopie XPEEM sur la ligne de lumière HERMES du synchrotron SOLEIL [115]. Avant l'observation de la surface, un léger décapage ionique de la surface a été utilisé pour enlever une partie de la couche de protection en Pt afin d'améliorer le contraste magnétique. Pendant l'acquisition, les mesures XMCD-PEEM ont été effectuées au seuil du Co L3 (777,5eV) en utilisant une lumière polarisée circulairement gauche et droite. Etant donné que nous cherchons à déterminer la configuration de domaines de fermeture, nous choisissons une configuration rasante des rayons X. Afin de déterminer la structure bidimensionnelle d'aimantation en surface, l'échantillon sera tourné pour obtenir les configurations à 90°. Comme les calculs micromagnétique prévoient l'apparition de ces échelons pour toutes les épaisseurs entre 150 et 270 nm, l'observation a été faite sur une couche de 270 nm d'épaisseur.

Deux histoires magnétiques ont été utilisées pour l'observation de la structure. L'échantillon A a été monté sur un cartridge non magnétique. Il a été saturé dans le plan, de manière ex situ et de telle sorte que, après montage de l'échantillon, les *stripes* soient alignées dans la direction du faisceau. L'échantillon B a été monté sur un cartridge magnétique. Il a été soumis à l'histoire magnétique (30mT → -5mT → 0) qui a démontré en MFM la stabilisation de domaines magnétiques en zigzag. Le résultat de ces expériences est montré dans la [Figure IV-55](#). En ce qui concerne l'échantillon B, plusieurs zones ont été scannées et présentent toutes des domaines de fermeture en chevrons. Dans les deux cas, des structures chevrons sont observées et confirment les prédictions des calculs micromagnétiques.

Une image XPEEM haute résolution est présentée à la [Figure IV-56-b](#). Elle révèle les domaines de fermeture sous forme de chevron avec une modulation transversale entre 1 et 3 μm . La présence d'un défaut de paroi de domaines à 360° à gauche ([Figure IV-56-b](#), contraste blanc) atteste que l'aimantation de surface est orientée le long du faisceau de photons (contraste noir) et la structure des domaines de fermeture en quinconce oblique a principalement son aimantation perpendiculaire au faisceau de photons ([Figure IV-56-b](#), contraste gris). La rotation de l'échantillon de 90° met en évidence l'orientation de l'aimantation dans les domaines de fermeture ([Figure IV-56-c](#)) avec une aimantation le long du faisceau de photons, soit parallèle, soit antiparallèle comme prévu par la simulation micromagnétique. Ce résultat est en parfait accord avec la simulation magnétique. Elle confirme la forte corrélation entre le mécanisme d'inversion des bandes dans le volume comme le montre la MFM et la disposition à la surface des domaines de fermeture décalées. En conséquence, nous montrons non seulement l'existence des domaines de fermeture qui ont été indirectement mesurés par [62] et qui n'ont pas pu être observés par les techniques sensibles au volume [9], [43], [139], [140], mais nous montrons également la complexité de la distribution en surface qui n'avait pas été relevée jusqu'à présent.

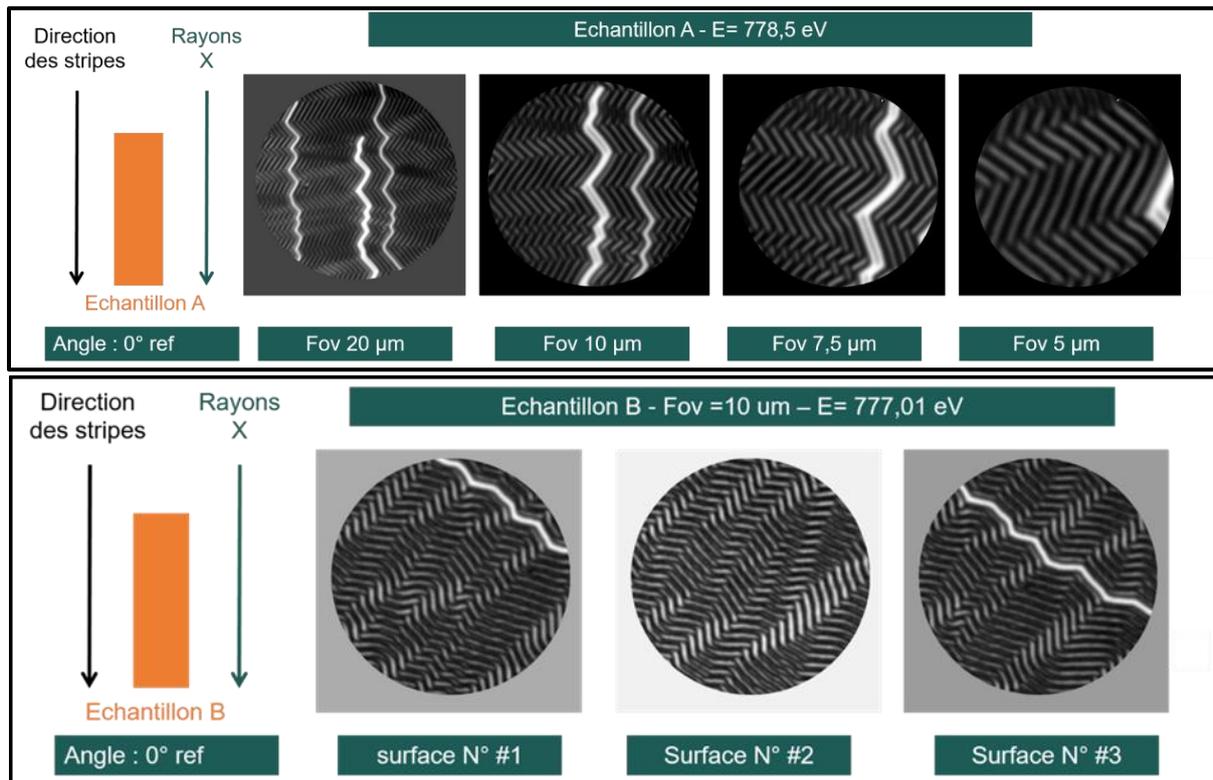


Figure IV-55. Domaines magnétiques de surface pour un échantillon préparé par 2 histoires magnétiques différentes. En haut, saturation *ex situ* et imagerie sur des field of view de plus en plus petits. En bas, histoire magnétique (30mT vers -5mT vers 0) qui a démontré en MFM la stabilisation de domaines en zigzag. Observation dans des régions différentes avec un field of view de 10 μ m.

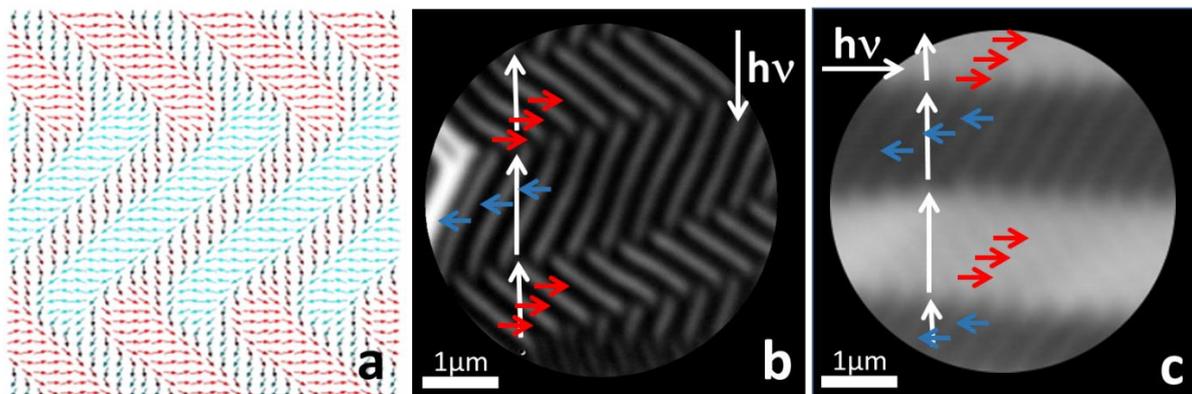


Figure IV-56. Configuration magnétique de surface. (a) Prédiction de la configuration de surface de domaines de fermeture en chevrons. (b) et (c) des images XPEEM mesurées sur un échantillon de 270 nm d'épaisseur dans l'état rémanent pour deux directions du faisceau de rayons X incident.

8. Mesures de magnétorésistance

Pour finir de cette étude sur cette structure en domaines complexe, nous avons entrepris des mesures de magnétorésistance. Le but est toujours de mieux caractériser la distribution de

l'aimantation dans le volume. En effet, dans une mesure de magnétométrie, les signaux des composantes d'aimantation selon z se compensent si la structure est symétrique par rapport au plan du film. Il en sera de même pour les éventuels signaux provenant de domaines de fermeture orientés selon y puisque les signaux des domaines de fermeture selon +y compenseront les signaux de ceux orientés selon -y. Dans une mesure de magnétorésistance anisotrope, cela ne sera pas le cas. En effet, la résistivité électrique est donnée par :

$$\rho = \rho_{\perp} + (\rho_{\parallel} - \rho_{\perp}) \cos^2(\vec{j}, \vec{M}) \quad (\text{Eq IV-24})$$

où \vec{j} est le vecteur densité de courant, \vec{M} est le vecteur aimantation, ρ_{\perp} est la résistivité lorsque \vec{j} et \vec{M} sont perpendiculaires et ρ_{\parallel} est la résistivité lorsque \vec{j} et \vec{M} sont parallèles. La variation en $\cos^2(\vec{j}, \vec{M})$ permet de mesurer la présence d'une composante de \vec{M} perpendiculaire à \vec{j} qu'elle soit à $\frac{\pi}{2}$ ou $-\frac{\pi}{2}$.

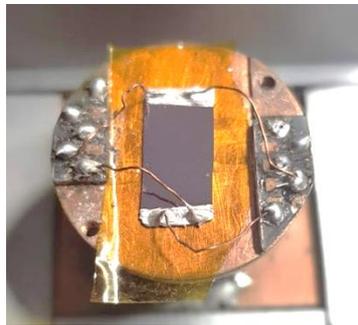


Figure IV-57. Géométrie de mesure 4 pointes pour la mesure de la magnétorésistance anisotrope.

Les mesures ont été réalisées en géométrie 4 pointes dans un banc de transport sous champ rotatif, appliqué dans le plan de la couche. L'échantillon est placé sur une plaque de cuivre et les contacts ont été pris à la laque d'argent comme cela est montré dans la Figure IV-57. L'ensemble est placé dans un cryocooler qui permettra de faire les mesures à basse température. Le champ accessible avec la bobine cuivre est de 1.8 T.

8.1. Echantillon de 270 nm d'épaisseur

Nous allons dans un premier temps évoquer le cas d'un échantillon de 270 nm d'épaisseur. Dans ce cas, nous avons montré qu'importe la direction d'application du champ magnétique, des bandes alignées dans la direction du champ sont obtenues (ces bandes sont plus ou moins ondulées).

Tout d'abord, sur la Figure IV-58-a, nous trouvons la dépendance en $\cos^2(\vec{j}, \vec{M})$ prédite par (Eq IV-24) lorsque l'aimantation est saturée (pour un champ de 38mT). En dessous du champ de saturation, déterminé comme étant égal à 26 mT, l'amplitude de l'AMR chute progressivement montrant que l'ensemble de l'aimantation de la couche ne tourne plus. Sur la Figure IV-58-b, nous avons la dépendance de la résistance lorsque le champ est appliqué parallèlement et perpendiculairement au courant. Lorsque le champ est appliqué dans la direction du courant, toute composante de l'aimantation perpendiculaire au champ appliqué va contribuer à diminuer la résistance. Or nous pouvons déterminer le volume magnétique d'aimantation perpendiculaire

au champ à l'aide du cycle d'aimantation. En effet, dans la direction perpendiculaire à l'axe d'anisotropie, $\frac{M_R}{M_S} = 0.42$ et $H_S = 26 \text{ mT}$.

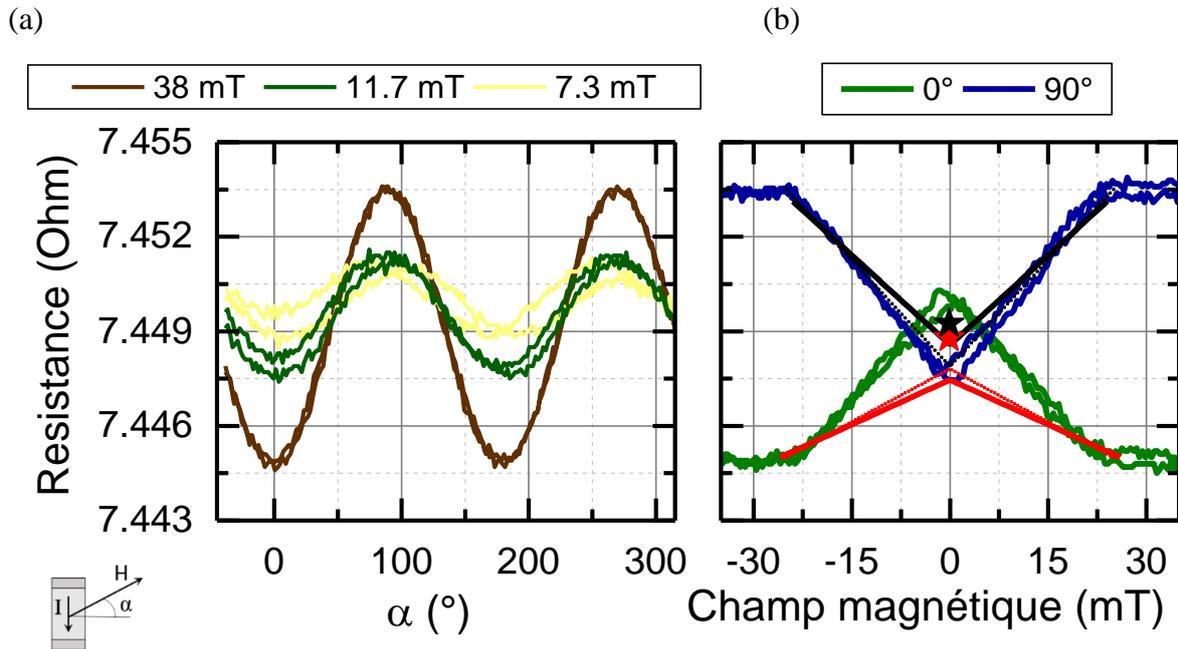


Figure IV-58. Mesures réalisées sur un échantillon de 270 nm d'épaisseur. (a) Variation de la résistance en fonction de l'angle entre le courant et le champ pour 3 valeurs de champ appliqué. (b) Variation de la résistance avec le champ appliqué lorsque le champ est appliqué parallèlement et perpendiculairement au courant.

Comme le cycle varie linéairement avec le champ appliqué, le volume magnétique d'aimantation perpendiculaire au champ variera aussi linéairement. Ainsi

$$V_{\perp}(H) = 0.58 \left(1 - \frac{H}{26}\right) \quad (\text{Eq IV-25})$$

Nous considérons que les deux canaux de conduction sont en parallèle. Il vient que

$$R(H) = \frac{R_{\perp}R_{\parallel}}{R_{\perp}(1-V_{\perp}(H))+R_{\parallel}V_{\perp}(H)} \quad (\text{Eq IV-26})$$

En prenant $R_{\perp} = 7.445 \Omega$ et $R_{\parallel} = 7.4535 \Omega$ et la variation de $V_{\perp}(H)$ de l'équation (Eq IV-25), nous trouvons la courbe noire de la Figure IV-58-b. Utiliser une relation du type $R(H) = R_{\perp}V_{\perp}(H) + R_{\parallel}(1 - V_{\perp}(H))$ donnera un résultat similaire. Une courbe qui s'approche en plus de la mesure expérimentale pourra être obtenue en utilisant $V_{\perp}(H) = 0.66 \left(1 - \frac{H}{25}\right)$ (courbe noire pointillés de la Figure IV-58-b. Ceci implique que la rémanence n'est que de 0,34 et que le champ de saturation n'est que de 25mT. Si ce dernier est possible, il semble qu'avoir une rémanence de seulement 0.34 est loin des 0.42 mesurés expérimentalement.

Lorsque le champ est appliqué perpendiculairement à la direction du courant, seulement une partie de la composante de l'aimantation perpendiculaire au champ appliqué va contribuer à augmenter la résistance. C'est la partie de l'aimantation contenue dans les domaines de fermeture. En regardant les calculs micromagnétiques, nous avons constaté qu'environ la moitié

de l'aimantation perpendiculaire se situe dans les domaines de fermeture. Nous considérons à nouveau que les deux canaux de conduction sont en parallèle. Il vient que

$$R(H) = \frac{R_{\perp}R_{\parallel}}{R_{\perp}(1-\frac{1}{2}V_{\perp}(H))+R_{\parallel}\frac{1}{2}V_{\perp}(H)} \quad (\text{Eq IV-27})$$

Nous trouvons la courbe rouge de la [Figure IV-58-b](#) et la courbe rouge pointillés si la rémanence est prise égale à 0,34. Dans cette direction, il y a une forte différence entre les mesures et la simulation. Un meilleur accord peut être obtenu en tenant compte du fait que les bandes ondulent comme nous l'avions observé par MFM. La mesure des ondulations donne un angle approximatif de 20°. Ainsi, il y a une composante additionnelle de l'aimantation dans la direction parallèle au courant ce qui va entraîner une augmentation de R. Deux estimations ont été faites pour le champ nul (nous ne connaissons pas exactement la variation de l'angle des ondulations avec le champ) : l'étoile rouge est estimée avec un angle de 20° et l'étoile noire avec un angle de 30°. Nous ne trouvons pas exactement la valeur expérimentale, mais nous n'en sommes pas loin.

Nous avons donné dans cette partie une vision simplifiée mais compréhensible de la variation de la résistance anisotrope dans une couche de 270 nm d'épaisseur. Elle n'a pu se faire qu'en tenant compte de l'existence de domaines de fermeture. Si l'épaisseur de la couche est plus faible, nous nous attendons à ce que les amplitudes de variations des résistances avec le champ parallèle ou perpendiculaire au courant soient plus petites car les volumes de domaine de fermeture sont plus petits. Mais regardons ce qui se passe.

8.2. Echantillon de 180 nm d'épaisseur

Dans ce paragraphe, nous reportons les mesures qui ont été réalisées sur un échantillon de 180 nm d'épaisseur. Les mesures sont en rapport avec celles faites en magnétométrie. Tout d'abord, à température ambiante, nous retrouvons un comportement proche de celui observé sur l'échantillon de 270 nm d'épaisseur. Comme nous l'avions attendu, les amplitudes de variations des résistances avec le champ parallèle ou perpendiculaire au courant sont plus petites car les volumes de domaine de fermeture sont plus petits. Les deux courbes ne se croisent quasiment plus ([Figure IV-59](#)) 290 K.

Lorsque la température est inférieure à 150 K, nous savons que l'aimantation passe dans le plan. On retrouve alors le comportement observé pour un film mince. Lorsque le champ est perpendiculaire au courant et appliqué selon l'axe d'anisotropie, l'augmentation de $\frac{1}{3}(R_{\parallel}-R_{\perp})$ observée est compatible avec la forte rémanence mesurée sur le cycle. Lorsque le champ est parallèle au courant et appliqué perpendiculaire à l'axe d'anisotropie, la diminution de résistance de $\frac{2}{3}(R_{\parallel}-R_{\perp})$ observée est compatible avec la faible rémanence mesurée sur le cycle.

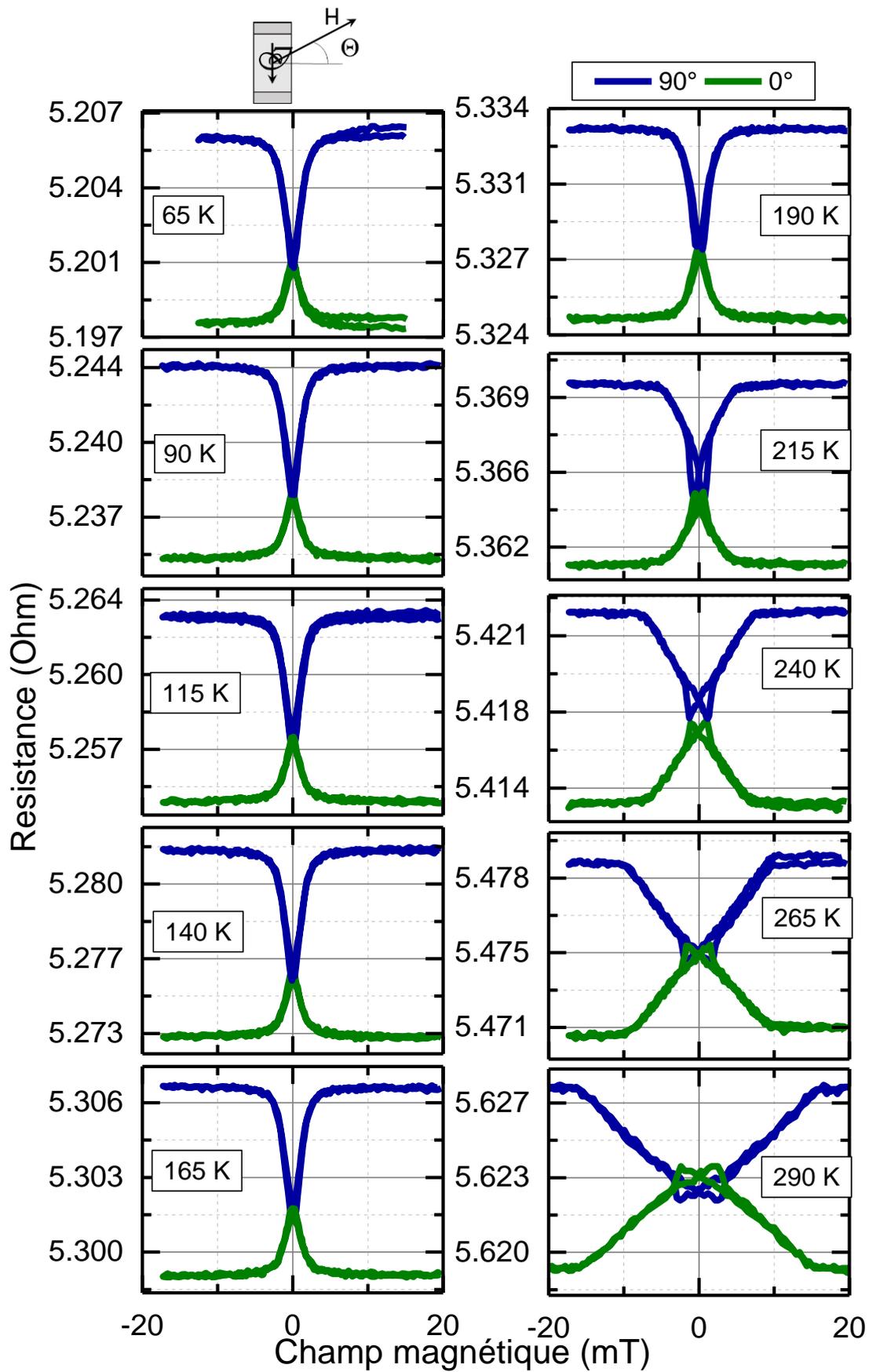


Figure IV-59. Mesures réalisées sur un échantillon de 180 nm d'épaisseur. Le courant est appliqué perpendiculaire à l'axe d'anisotropie. Les mesures d'anisotropie de magnétorésistance ont été réalisées en fonction du champ et de la température.

Conclusion

Ce chapitre est entièrement dédié à l'étude des propriétés de l'alliage $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ et à l'étude des structures en domaines qui peuvent y apparaître. Nous montrons que le CoFeB contient des textures magnétiques de type *Weak Stripes* lorsque l'épaisseur de la couche est supérieure à 126 nm. Ces dernières sont liées à l'existence d'une anisotropie perpendiculaire dont nous n'avons pas pu clairement établir l'origine. L'étude entreprise en microscopie électronique en transmission n'a pas pu mettre en évidence une quelconque anisotropie de la répartition spatiale des atomes dans la limite de la résolution/astigmatisme de l'appareillage utilisé. En considérant la variation en température de la constante d'anisotropie, la meilleure piste reste une anisotropie liée à l'existence de contraintes.

Les *Weak Stripes* sont facilement orientables avec une simple histoire en champ magnétique, juste en appliquant un champ dans le plan et en ramenant le champ à zéro. De belles bandes de plus de 50 μm de long peuvent être stabilisées, sans la présence de dislocations. Comme on peut le trouver dans la littérature, nous montrons également que le coefficient d'amortissement est faible, inférieur à 7×10^{-3} , ce qui permettra de propager les ondes de spin sur de longues distances. Ainsi, ce matériau est un matériau de choix pour la propagation guidée d'ondes de spin dans des parois de domaines qui sont facilement orientables. Des calculs micromagnétiques, menés dans le cadre de la thèse de Matias Grassi, montrent qu'un guidage est possible.

Les propriétés magnétiques macroscopiques mais également microscopiques ont été étudiées sous toutes les coutures. D'un point de vue macroscopique, la transition d'une aimantation planaire à une texture magnétique possédant les réponses caractéristiques des *Weak Stripes* est démontrée pour une épaisseur de 126 nm. L'influence d'un axe d'anisotropie planaire est également démontré. D'un point de vue microscopique, la structure sous forme des bandes est observée. Des ondulations et des zigzags sont observés avec des comportements qui diffèrent selon l'épaisseur de la couche magnétique signe de l'influence des domaines de fermeture sur les configurations.

A l'aide d'une étude combinée de microscopies (sensible au volume ou à la surface), nous avons mesuré directement l'angle de l'aimantation des bandes, déterminé la variation spatiale de cet angle ainsi que son évolution sous champ magnétique. Pour la première fois, il nous a été possible de déterminer le cycle macroscopique et de montrer l'existence indéniable de domaines de fermeture. Ces domaines de fermeture ont été observés pour la première fois ainsi que leur configuration en zigzag, prédite par les simulations micromagnétiques.

V. *Les domaines magnétiques de type Strong Stripes dans les multicouches [Co/Ni]_n*

Introduction

Ce chapitre est entièrement dédié à l'étude des propriétés des multicouches [Co/Ni]_n. Cet empilement de matériaux magnétiques est bien connu pour présenter, sous certaines conditions, une anisotropie magnétique perpendiculaire nécessaire à la stabilisation des domaines magnétiques en *Strong Stripes*. Comme nous l'avons évoqué dans le chapitre II, nous cherchons à stabiliser des domaines magnétiques de type *Strong Stripes*. D'après la littérature, ces *Strong Stripes* sont facilement orientables par l'application d'un champ dans le plan, ce qui permettra de facilement ouvrir ou fermer le canal de transmission des ondes de spin. Dans les multicouches que nous allons réaliser, aucun métal lourd ne sera en contact avec la multicouche ainsi nous espérons pouvoir obtenir des coefficients d'amortissement faibles qui permettront de propager les ondes de spin sur de longues distances. En partant du savoir-faire de l'équipe dans le dépôt de ce matériau (thèse de C. Vautrin), nous avons étudié les propriétés structurales de couche d'épaisseur totale variant entre 10 et 200 nm, leurs propriétés magnétiques macroscopiques mais également microscopiques. L'ensemble de ces propriétés feront l'objet des différents paragraphes qui vont suivre.

1. Echantillons

Les échantillons qui ont été étudiés dans le cadre de ma thèse sont des multicouches [Co/Ni]_n réalisées par pulvérisation cathodique (voir chapitre III) dont l'épaisseur totale des couches magnétiques a été variée entre 10 et 200 nm. Une large gamme d'épaisseurs a été testée afin de pouvoir, selon la théorie des domaines magnétiques *Strong Stripes*, balayer une large gamme de période de domaines magnétiques. Ainsi, la densité de parois pourra être ajustée à volonté. Deux types de substrat ont été utilisés : des membranes en Si₃N₄ pour des expériences synchrotron (STXM) ou bien le plus souvent des substrats de Si orienté (100) ayant une surface extrêmement plate à l'échelle atomique.

Un exemple type d'un échantillon [Co/Ni]_n est le suivant

Substrat/Ta(5nm)/Cu(2,5nm)/Ni(0,6nm)/[Co(0,2nm)/Ni(0,6nm)]_n/Cu(2,5nm)/Pt(5nm)

Ici n représente le nombre de répétitions. Afin de balayer des épaisseurs de [Co/Ni]_n entre 10 et 200 nm, n'a été varié entre 12 à 250 répétitions. Comme nous allons le voir par la suite, le choix des couches entre contact avec la multicouche de [Co/Ni]_n n'est pas anodin. Tout d'abord, la couche de Ta, amorphe, est nécessaire pour faciliter l'adhésion de nos couches sur le substrat et de supprimer l'influence de ce dernier lors de la croissance. De plus, comme on le verra plus tard, cette couche permet de forcer une croissance du Cu cubique selon la direction (111). Cette couche de Cu permet elle-même, grâce à sa texture, d'assurer la croissance (111) de la multicouche de [Co/Ni]_n avec le bon état de contrainte. Cet état est conservé par le capping avec une couche de Cu(111), elle-même protégée par une couche de Pt inerte aux attaques chimiques lors des procédés technologiques de salle blanche ou à l'oxydation.

Conditions de croissance :

- Etching substrat

Pression 1×10^{-2} mbar, gaz Ar, 100W, 60s, taille porte échantillon de 4 pouces

- Dépôt des couches

Pression 7×10^{-3} mbar, gaz Ar

<i>Matériau</i>	<i>Cible</i>	<i>Alimentation</i>	<i>Puissance</i>	<i>Nombre de balayages</i>	<i>Vitesse</i>
Ta	3 pouces	DC	60W	19	4tours/mn
Cu	2 pouces	DC	15W	18	4tours/mn
Co	2 pouces	DC	11W	4	2tours/mn
Ni	3 pouces	RF	90W	6	1tour/mn
Pt	2 pouces	DC	15W	25	4tours/mn

Tableau V-1. Conditions de croissance des multicouches.

2. Propriétés structurales

L'étude de la structure cristallographique des multicouches de [Co/Ni]_n a été réalisée au sein du centre de compétence « CC X-Gamma » à l'institut Jean Lamour. Pour cela, nous avons

utilisé l'équipement « D8 Advance » de Brüker pour réaliser une étude systématique de diffraction de rayons X (DRX). Des spectres de diffraction dans la géométrie $\theta/2\theta$ ont été mesurés avec la raie d'émission du cuivre $K_{\alpha 1}$ -Cu ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$). Des mesures complémentaires de microscopie de force atomique ont quant à elles servies à l'étude de la rugosité de la surface.

Comme nous l'avons évoqué dans le paragraphe précédent, pour stabiliser la phase magnétique *Strong Stripes*, il est nécessaire d'obtenir une forte anisotropie perpendiculaire au plan des couches. Pour obtenir cette anisotropie perpendiculaire, une bonne maîtrise des paramètres de dépôt est nécessaire (pression de travail, température du substrat, etc). Cette dernière doit induire la texture (111) de la phase cubique fcc avec un bon rapport entre l'épaisseur des deux couches magnétiques [141]–[143]. Ce travail d'optimisation avait été réalisé au laboratoire dans la thèse de C. Vautrin [144] pour les multicouches [Co/Ni]_n de 2 jusqu'à 6 répétitions. Lors de cette optimisation, il a été montré que le meilleur rapport d'épaisseur des couches était Co0.2nm/Ni0.6nm. La bonne texture avait été obtenue avec l'utilisation d'un buffer de Ta/Cu et d'un capping Cu. Il est bien connu que le dépôt d'un métal sur du Ta amorphe favorise la croissance des phases denses, à savoir fcc(111).

La Figure V-1-a contient le spectre de diffraction de rayons X d'un échantillon [Co/Ni]_n d'épaisseur égale à 50 nm. La présence d'un pic de diffraction intense centré au tour de la position $2\theta = 44.4^\circ$ montre que l'empilement des multicouches de [Co/Ni]_n se fait bien avec les plans denses (111) parallèles à la surface. Autour de cette position angulaire, nous retrouvons la superposition de pics de diffraction des éléments (Cu, Co, Ni). En effet, les positions 2θ théoriques attendues pour les éléments (Cu, Co, Ni)_{fcc} orienté (111) sont respectivement (Cu) $2\theta = 43.3^\circ$, (Co) $2\theta = 44.3^\circ$, (Ni) $2\theta = 44.5^\circ$. Enfin, le pic à $2\theta = 39.2^\circ$ est quant à lui associé à la couche de platine qui croit bien selon la direction [111] en contact de la couche de Cu inférieure.

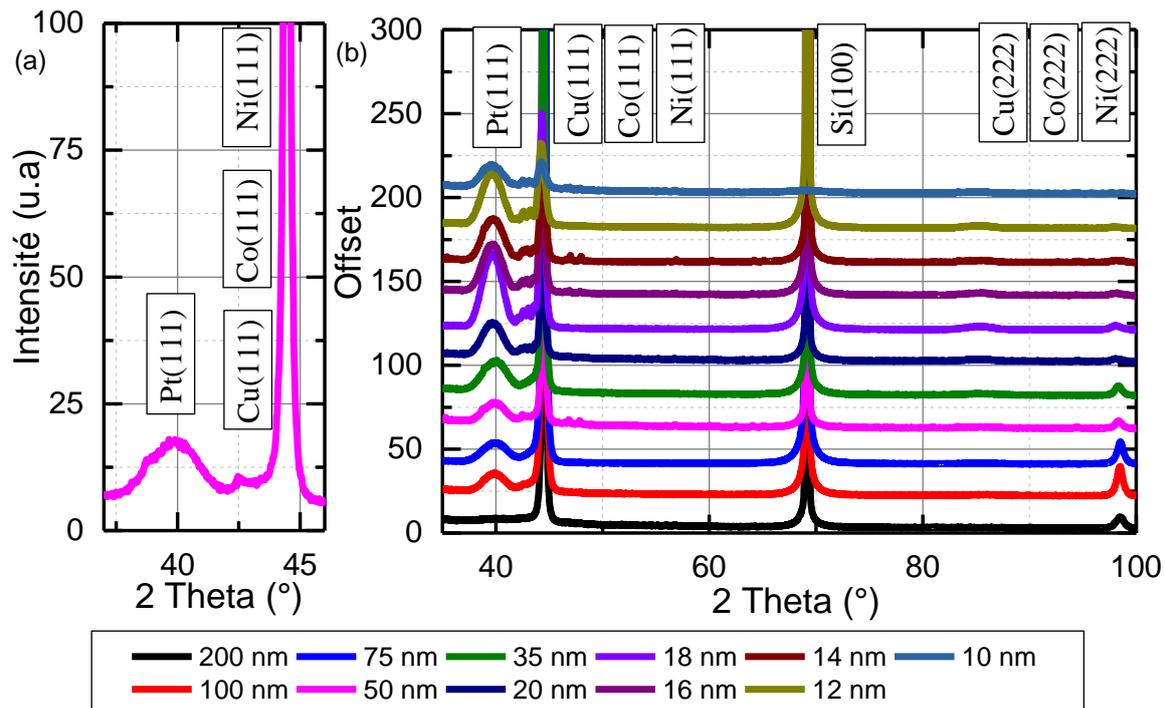


Figure V-1. (a) Zoom sur un cliché de diffraction de rayons X d'un échantillon $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$ d'épaisseur égale à 50 nm. (b) Clichés de diffraction pour des échantillons de $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$ d'épaisseur variant de 10 à 200 nm. L'indexation des clichés de diffraction a été obtenue numériquement en utilisant le logiciel EvaX.

A partir de la position des pics des différents matériaux, nous remontons au paramètre de maille (Tableau V-2). Nous constatons une différence de 0.6% entre les paramètres de mailles du Co et du Ni.

Matériau	Système	Paramètres de maille (Å)
Pt	Cubique	$a=3,9200$
Cu	Cubique	$a=3,5200$
Ni	Cubique	$a=3,5229$
Co	Cubique	$a=3,54410$

Tableau V-2. Structure cristallographique et paramètre de maille hors plan des différents matériaux

L'étude sur toute la série de $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$ avec l'épaisseur variant de 10 à 200 nm est rapportée dans la Figure V-1-b. Pour toutes les épaisseurs, l'empilement des multicouches de $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$ se fait avec les plans denses (111) parallèles à la surface. Cela ne veut pas dire qu'il n'y a pas d'évolution dans la structure. En effet, comme on peut le voir dans la Figure V-1-b, non seulement le paramètre de maille diminue lorsque l'épaisseur augmente, mais la largeur du pic diminue également. On attribue l'évolution de la largeur de pics soit à la modification de la taille des grains, soit à la mosaïcité de la texture. Pour faire la différence entre les deux sources d'élargissement, des « rocking curves » autour de l'axe [111] sont nécessaires. Ce type de mesure est bien au-delà de la caractérisation nécessaire dans le cadre de cette étude. En effet, nous voulions juste nous assurer de la texture (111) pour l'ensemble des multicouches réalisées. Cependant, si l'on attribue l'évolution de la largeur à mi-hauteur du spectre correspondant à la direction de croissance (111) du $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$, ($2\theta = 44.4^\circ$) à l'évolution de la taille des grains uniquement, on observe que cette dernière augmente de 10nm jusqu'à environ 30 nm. En ce

qui concerne le paramètre de maille, son évolution suggère une modification de la contrainte au sein de la multicouche avec une diminution progressive lorsque l'épaisseur augmente.

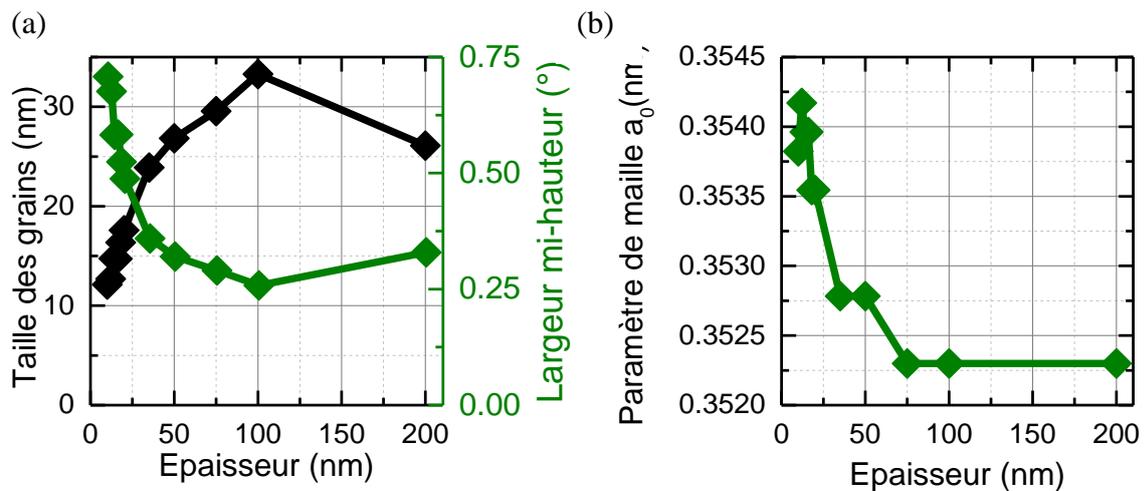


Figure V-2. (a) Evolution de la largeur à mi-hauteur du pic $2\theta = 44.4^\circ$ correspondant à une croissance selon la direction [111] du [Co/Ni]_n en fonction de l'épaisseur. (b) Variation du paramètre de maille moyen du [Co/Ni]_n avec l'épaisseur.

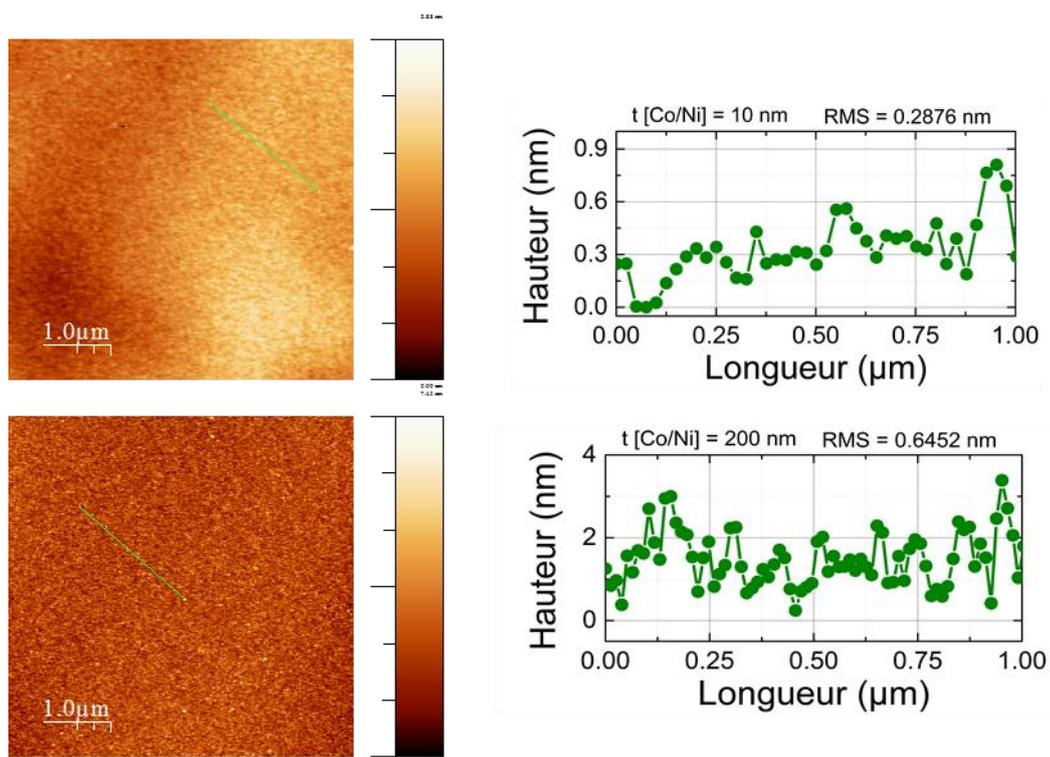


Figure V-3. Mesure par microscopie de force atomique de la surface d'un échantillon de 10nm (haut) et de 200nm (bas). A gauche : image 2D de la surface. A droite, profil de topographie sur la ligne verte définie dans l'image.

Pour finir cette partie sur les propriétés structurales de nos échantillons, nous avons également entrepris des mesures de la rugosité de la surface de ces derniers. Ces expériences ont été menées à l'aide d'un microscope de force atomique. Nous rapportons ici le résultat de la mesure

de l'échantillon le plus fin (10 nm) et de l'échantillon le plus épais (200 nm). Comme nous le voyons sur la [Figure V-3](#), nous observons que les échantillons sont homogènes avec une rugosité RMS qui augmente de 0.29 nm à 0.65 nm avec une rugosité pic à pic qui passe de 0.3 nm à 2 nm lorsque l'épaisseur totale de la couche passe de 10 nm à 200 nm.

3. Propriétés magnétiques macroscopiques

3.1. Détermination de l'aimantation à saturation (M_s)

La détermination de l'aimantation à saturation des multicouches de $[\text{Co/Ni}]_n$ a été réalisée par des mesures de VSM. Les mesures ont été réalisées en configuration parallèle et perpendiculaire du champ magnétique. La détermination de ce paramètre est essentielle car M_s intervient dans nombre de nos calculs pour la détermination des constantes d'anisotropies, de la taille des domaines magnétiques théoriques, etc.....

Le résultat des mesures est donné dans la [Figure V-4](#). Dans le cas où M_s est invariant avec l'épaisseur de la multicouche, nous nous attendons à une variation linéaire du moment magnétique rapporté à la surface de l'échantillon en fonction de l'épaisseur de la multicouche. La pente donnera la valeur de M_s . Dans le cas où la droite passe par zéro, cela démontre qu'aucune couche morte n'existe aux interfaces avec le Cu. L'ajustement des droites de la [Figure V-4](#) par une régression linéaire donne une valeur de l'aimantation à saturation égale à $M_s = 715 \pm 8.36$ kA/m en configuration perpendiculaire du champ et $M_s = 690 \pm 13.4$ [kA/m] en configuration planaire avec un moment à l'origine égal à 0. Les deux valeurs mesurées sont en adéquation avec celles qui sont rapportées dans la littérature [145], [146]. En ce qui nous concerne, nous choisissons de prendre la moyenne des deux valeurs mesurées pour le restant de ce chapitre. Ainsi $\langle M_s \rangle = 702.5 \pm 13.4$ kA/m.

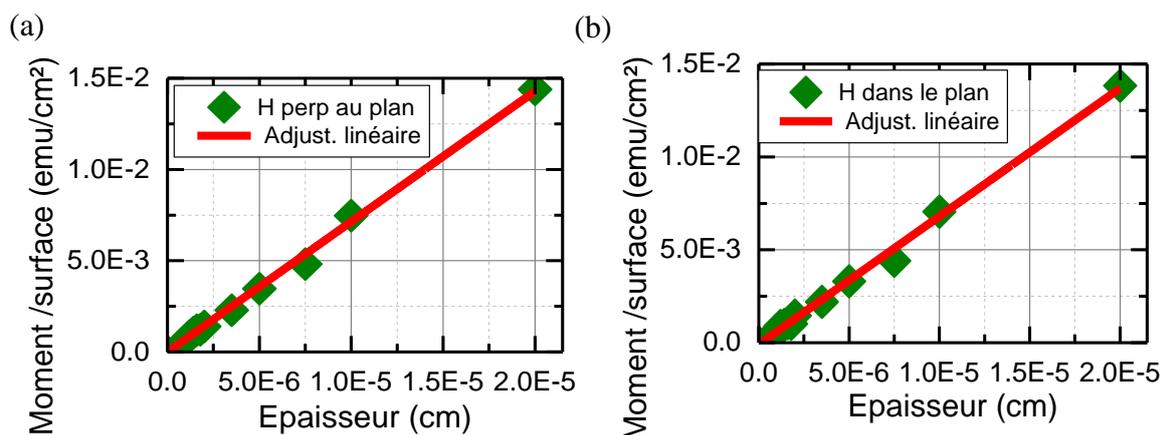


Figure V-4. Variation du moment magnétique par unité de surface en fonction de l'épaisseur des couches de $[\text{Co/Ni}]_n$. (a) en configuration perpendiculaire du champ. (b) en configuration planaire du champ.

3.2. En configuration perpendiculaire du champ magnétique

Les cycles d'aimantation obtenus par mesure VSM en configuration perpendiculaire du champ magnétique sont donnés dans la [Figure V-5](#). On voit l'évolution progressive d'un cycle typique d'une configuration perpendiculaire avec une rémanence égale à 1 (10 nm de [Co/Ni]_n) à des cycles typiques d'une configuration de type *Strong Stripes* (à partir de 14 nm de [Co/Ni]_n). Pour plus de détails sur ce type de cycle, on peut se rapporter au chapitre II de cette thèse. De manière élégante, on montre ici que le champ de nucléation passe progressivement de négatif à positif.

Ainsi, juste avec cette étude magnétique VSM, nous pensons avoir pu stabiliser des états magnétiques *Strong Stripes* propre à des systèmes à forte anisotropie perpendiculaire. Nos observations vont dans le même sens que celle rapportées par Toyoki *et al* dans [93], et complètent celles de Al Subhi *et al* dans [147] pour des multicouches de [Co/Ni]_n. Nous confirmerons l'existence des domaines par des observations par de microscopie de force magnétique dans les paragraphes qui vont suivre.

Comme nous l'avons évoqué dans le chapitre II, plusieurs champs sont caractéristiques de la structure *Strong Stripes* : les champs de saturation, H_S , et de nucléation, H_N . Le premier correspond à l'annihilation des domaines perpendiculaires et le second à une déformation elliptique des bulles pour les transformations en bandes. Les expressions données par Thièle *et al*, redonnées dans le chapitre II, sont

$$H_S \approx 4\pi M_s \left(1 - 1.596 \sqrt{\frac{l}{t}} \right), H_N \approx 4\pi M_s \left(1 - 2.66 \sqrt{\frac{l}{t}} \right), l = \frac{\sigma_{paroi}}{4\pi M_s^2}$$

A partir des cycles d'aimantation de la [Figure V-5](#), nous avons rapporté ces deux champs dans la [Figure V-6](#) en fonction de l'épaisseur du [Co/Ni]_n. On note bien une augmentation de ces deux champs caractéristiques au fur et à mesure que l'épaisseur de nos multicouches augmente. Ce comportement est identique à celui observé dans les couches à aimantation perpendiculaire, comme par exemple le Co épitaxié avec une épaisseur supérieure à 50 nm [20]. Pour des épaisseurs supérieures à 25nm, le modèle de Thièle permet de reproduire les comportements des champs de saturation et de nucléation. Un ajustement de H_S permet une détermination de $l=(5\pm 0.5)\times 10^{-7}$ cm et celui de H_N donne $l=(3.85\pm 0.79)\times 10^{-7}$ cm. Nous pouvons ainsi déterminer une valeur moyenne de l'énergie de parois par unité de surface égale à $\sigma_{paroi} = 2.7\pm 0.4$ erg/cm². Nous reviendrons plus tard aux commentaires sur cette valeur lorsque nous parlerons de l'évolution de la taille des domaines magnétiques avec l'épaisseur du film. Nous appellerons cette valeur de l'énergie de paroi $\sigma_{paroi}^{Sat} = 2.7\pm 0.4$ erg/cm².

Aux faibles épaisseurs, en dessous de 25 nm, l'ajustement est moins bon. L'extension géométrique de la paroi n'est plus négligeable devant le rayon des bulles magnétiques, il est donc justifiable l'éloignement des mesures qu'on a réalisé (plus exactement H_N) du modèle théorique utilisé.

Enfin, nous nous sommes intéressés à la dernière caractéristique du cycle à savoir la dépendance en épaisseur de l'aimantation rémanente. Dans le cas idéal, comme nous l'avons évoqué au chapitre II, nous nous attendons à obtenir une valeur égale à zéro car le volume des domaines up devrait être égal au volume des domaines down. Le résultat est reporté dans la [Figure V-6-bas](#). On voit que la rémanence possède un comportement exponentiel décroissant avec l'épaisseur de la couche et ce comportement est à mettre en regard avec l'évolution du champ de nucléation. En effet, en dessous de 12 nm, le champ de nucléation est négatif et la rémanence normalisée est donc unitaire. A 12 nm, le champ de nucléation devient positif et la rémanence commence à chuter. Cette chute est brutale jusqu'à 15 nm. Cette chute de rémanence sur une

gamme d'épaisseur très réduite (3 nm), correspond au passage de H_N de négatif à positif, suffisamment positif pour que l'on arrive au passage à $H=0$ dans la partie linéaire du cycle d'aimantation. Au-dessus de 15 nm, la rémanence est quasi constante, inférieure à 0,05. L'existence de cette rémanence est directement liée à des processus de pinning des domaines magnétiques lorsque ces derniers sont déplacés par l'application d'un champ perpendiculaire. Les valeurs reportées ici sont 2 à 3 fois plus grandes que celles qui ont été observées dans les systèmes épitaxiés de Co [20] montrant que le paysage de potentiel vu par les domaines magnétiques est bien plus chaotique (lié à l'existence d'une taille de grain fini ou d'une plus grande mosaïcité de la texture de la couche).

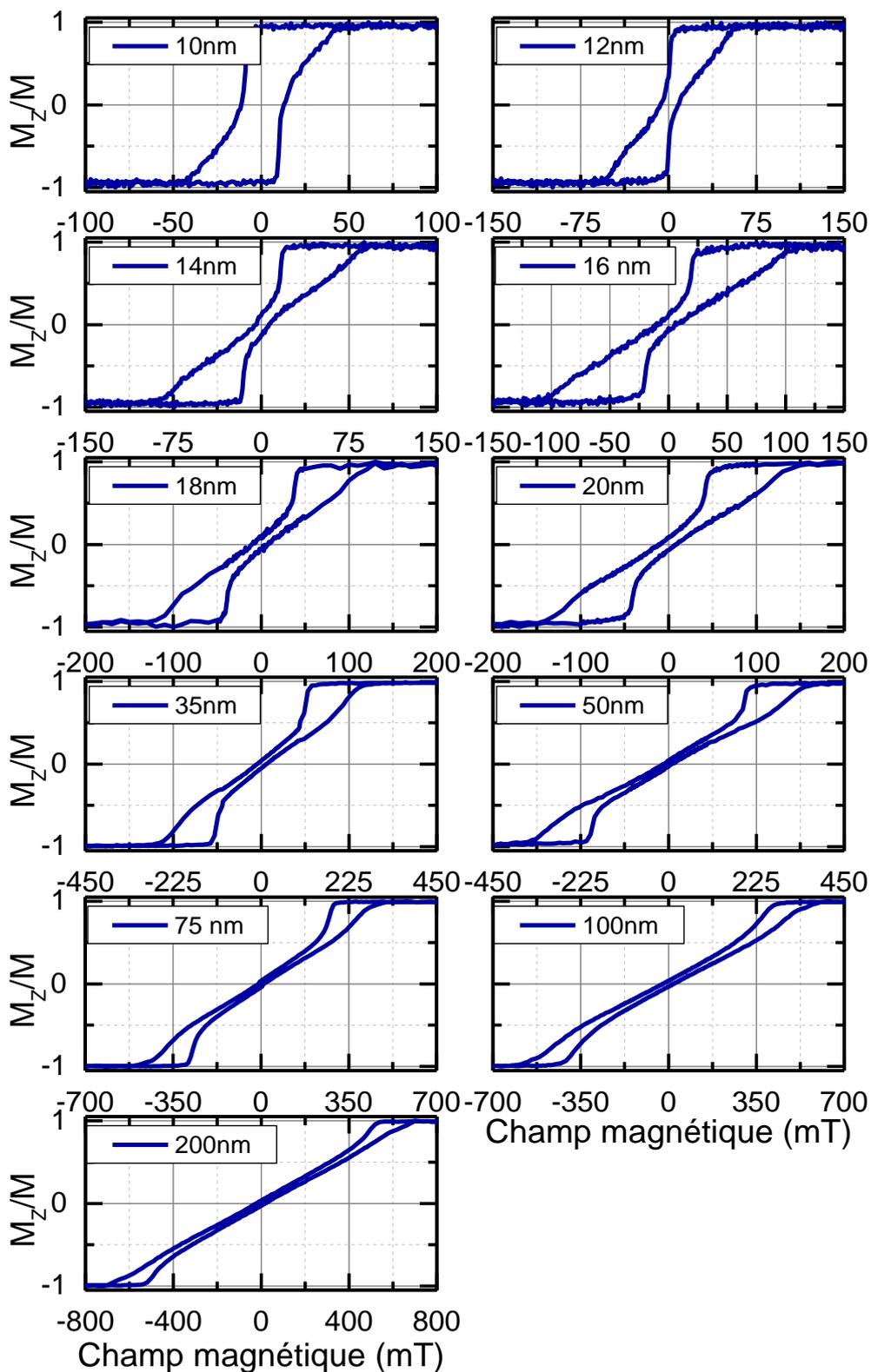


Figure V-5. Cycles d'aimantation en configuration perpendiculaire du champ magnétique réalisés par mesure VSM. Les épaisseurs sont données dans chaque courbe.

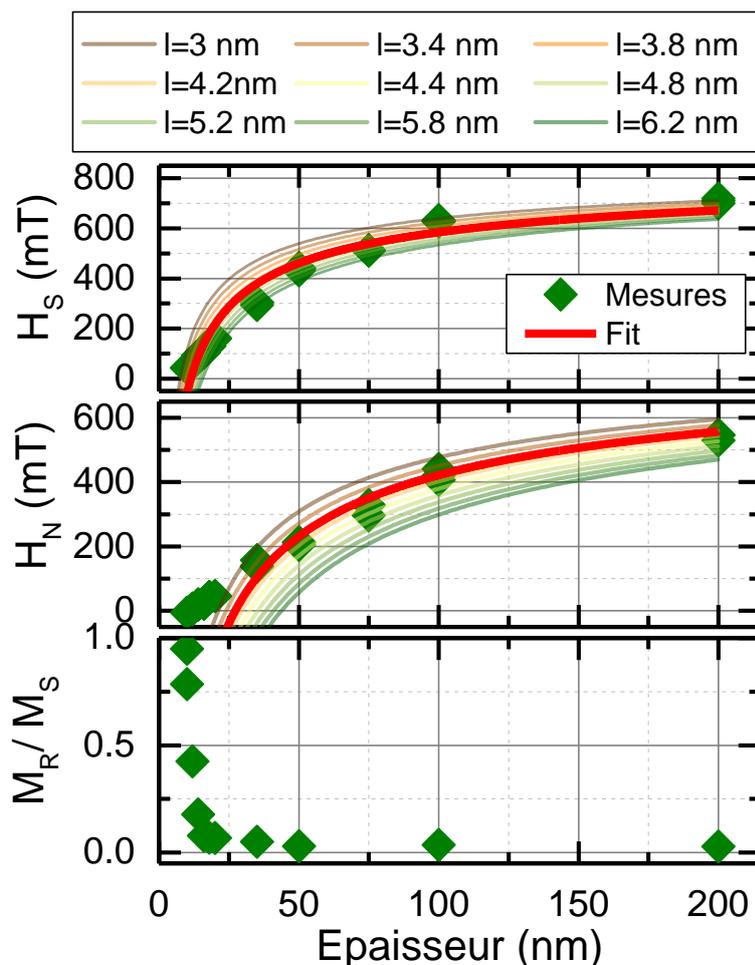


Figure V-6. Variation du champ de saturation, H_S (haut), du champ de nucléation, H_N (centre), et (bas) aimantation rémanente normalisée.

3.3. En configuration planaire du champ magnétique

Les cycles d'aimantation obtenus par mesure VSM en configuration planaire du champ magnétique sont donnés dans la Figure V-7. Cette vision globale de l'ensemble des cycles montre que tous les cycles se ressemblent et qu'il ne semble pas, à première vue, y avoir de différence de comportement avec l'épaisseur de la couche magnétique. Pour aller plus loin, il nous faut tracer les éléments caractéristiques des cycles. Dans la Figure V-8, nous traçons l'évolution du champ de saturation, H_S , du champ coercitif, H_C et de l'aimantation rémanente normalisée en fonction de l'épaisseur du [Co/Ni]_n.

Il apparaît bien qu'en dessous et au-dessus de 40 nm, des comportements différents peuvent être rapportés pour le champ coercitif H_C et l'aimantation rémanente. L'épaisseur de 50 nm, à la transition entre ces deux comportements, se révélera être particulier lors de l'étude de la structure en domaines. Au-delà de 50 nm, on trouve le comportement rapporté dans la thèse de M. Hehn [20]. Dans ces travaux, la rémanence planaire était directement liée à l'aimantation de centre de parois avec toutes les parois aimantées dans le même sens et la même direction. La diminution de l'aimantation rémanente, lorsque l'épaisseur de couche augmentait, était alors liée à la diminution de la densité de parois. Une décroissance en $1/\sqrt{t}$ était prédite. Cette dernière semble à nouveau être poursuivie dans le cas de notre étude (Dans la Figure V-8-bas,

courbe rouge). En dessous de 50 nm, on trouve que la rémanence planaire augmente lorsque l'épaisseur augmente. Ce résultat est surprenant car il démontre que même si l'aimantation se réoriente perpendiculairement au plan des couches, une composante non négligeable de l'aimantation reste non seulement dans le plan mais aussi orientée dans la direction et le sens du champ appliqué planaire. Un élément de réponse sera donné lorsque nous observerons les domaines sous le MFM avec l'application du champ dans le plan. En fait, nous montrons qu'à la rémanence, pour un échantillon de 20 nm d'épaisseur totale, un mélange bulles / bandes existe. Dans les bulles, la composante planaire de l'aimantation est distribuée à 360°. Dans les bandes, elle est orientée dans la direction d'application du champ.

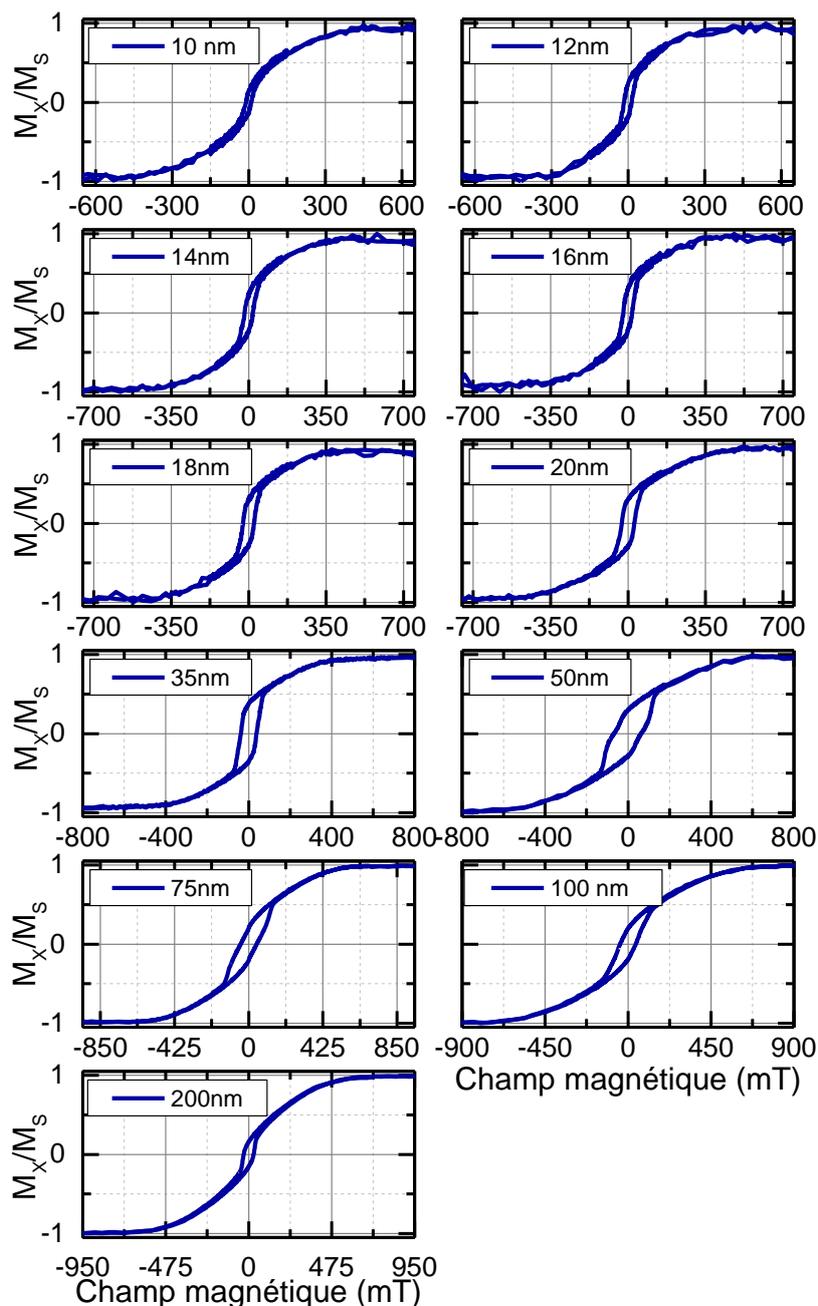


Figure V-7. Cycles d'aimantation en configuration parallèle du champ magnétique réalisés par mesure VSM. Les épaisseurs sont données dans chaque courbe.

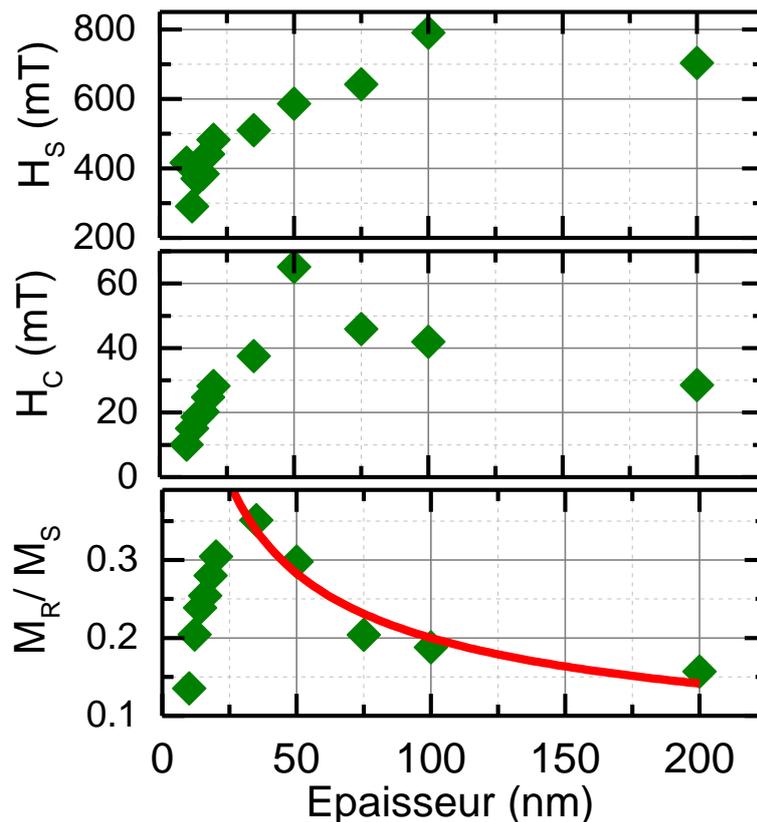


Figure V-8. Variation du champ de saturation, H_{Sat} (haut), du champ de coercitif, H_C (centre), et aimantation rémanente normalisée.

Ce mélange n'existe pas un échantillon de 12 nm d'épaisseur totale pour lequel la structure est plutôt dendritique. Dans ce cas, la composante planaire de l'aimantation est distribuée à 360° . Nous reviendrons sur cela dans la partie consacrée à l'observation des textures magnétiques microscopiques. Le champ coercitif semble tout simplement, et normale, suivre l'évolution de ces structures en domaines.

Loin de ces considérations proches du champ nul ou une structure en domaines est bien définie, l'évolution du champ H_S ressemble à celle obtenue pour le Co épitaxié et peut être reproduite avec le modèle de Muller en utilisant les valeurs de M_S et K_{Perp} mesurées sur les couches [148]. On retrouve le fait que, proche de la saturation, les détails de la structure en domaines observée en champ nul ont peu ou pas d'importance.

3.4. Propriétés magnétiques extraites des mesures dynamiques

Cette section est dédiée à l'extraction des propriétés magnétiques de nos couches de [Co/Ni]_n à l'aide de mesures dynamiques. Comme nous l'avons déjà exploité dans le chapitre dédié au CoFeB, les mesures FMR permettent non seulement d'extraire les valeurs des constantes d'anisotropie (ce qu'il est aussi possible de faire à l'aide de mesures de magnétométrie classique), mais aussi d'extraire la valeur de la constante d'échange A_{Ech} et le coefficient d'amortissement. Ces mesures ont été réalisées dans le cadre de l'ANR Swangate, une collaboration avec l'IPCMS à Strasbourg et le C2N à Paris. Nous nous contenterons de donner

les résultats essentiels pour l'interprétation de nos résultats, une description détaillée de ces travaux pourra être trouvée notamment dans la thèse de M. Grassi.

Un exercice de résonne ferromagnétique a été donc réalisé sur un échantillon [Co/Ni]_n d'épaisseur totale égale à 50 nm. Pour extraire les valeurs de la constante d'anisotropie perpendiculaire et du coefficient d'amortissement, un champ magnétique dirigé de manière perpendiculaire au plan de la couche a été appliqué. L'expérience s'est déroulée en mode, balayage du champ magnétique pour des valeurs fixes de la fréquence d'excitation. À partir des spectres FMR, on extrait les valeurs du champ de résonance qu'on trace pour les différentes valeurs de la fréquence. Le résultat de cette première mesure est affiché dans la Figure V-9-a.

L'ajustement des points expérimentaux est réalisé en utilisant (Eq IV-7), qui décrit la dépendance de la fréquence de résonance à un champ magnétique perpendiculaire. On rappelle ici son expression :

$$(f_R^J) = \frac{\gamma_0}{2\pi} (\mu_0 H - \mu_0 M_{eff})$$

La pente représente le facteur gyroskopique qu'on trouve égale à $\frac{\gamma}{2\pi} = (30.5 \pm 0,1) \frac{GHz}{T}$. L'abscisse à l'origine est quant à lui représentative du champ effectif et est égal à $\mu_0 M_{eff} = (0.020 \pm 0,004)T$, qu'on réécrit de cette façon :

$$\mu_0 M_{eff} = \mu_0 M_s - H_{K_{Perp}} = \mu_0 M_s [1 - Q] = -0.02 \pm 0.004 T$$

On retrouve alors : $Q = 1.03$ et $K_{Perp} = \frac{\mu_0 H_{K_{Perp}} M_s}{2} = +203 \frac{kJ}{m^3}$ avec $M_s = 702.5 kA/m$

On identifie également la valeur du coefficient d'amortissement en traçant la largeur de raie du spectre de résonance en fonction des valeurs de fréquences appliquées (Figure V-9). L'ajustement est réalisé à l'aide de l'équation (Eq IV-8), qu'on rappelle réécrit ici :

$$\Delta H_{res} = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{\alpha}{\gamma} 2\pi f$$

Un coefficient d'amortissement α est ainsi extrait, qu'on trouve égal à 8.8×10^{-3} .

Cette valeur place ce matériau dans les matériaux à aimantation perpendiculaire qui ont les amortissements les plus petits. Il est donc très prometteur pour la propagation des ondes de spin.

Pour finir, des mesures de la constante d'échange ont également été entreprises, et donnent une valeur proche de $A_{Ech} = 14. \cdot 10^{-12} \frac{J}{m}$.

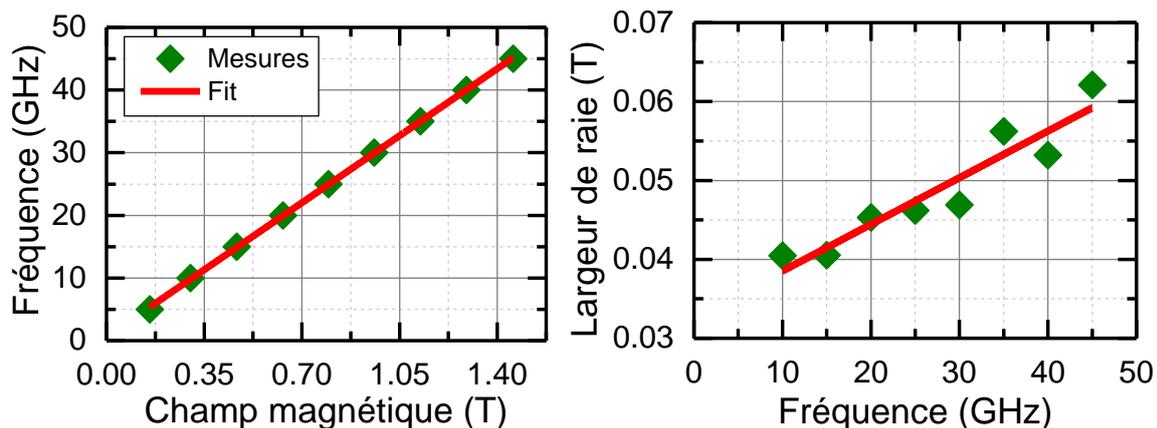


Figure V-9. (à gauche) Variation de la fonction $f(\mu_0 H)$, fréquence d'excitation versus champ de résonance pour un échantillon $[\text{Co/Ni}]_n$ de 50 nm d'épaisseur. (à droite) Variation de la fonction $\mu_0 \Delta H(f)$, largeur de raie en fonction de la fréquence d'excitation pour un échantillon $[\text{Co/Ni}]_n$ de 50 nm d'épaisseur.

4. Observation des différents états magnétiques sous MFM

4.1. Etude en fonction de l'épaisseur

4.1.1. Désaimantation dans le plan

L'objectif de mon travail de thèse est la construction d'un système magnétique compatible avec la propagation guidée d'ondes de spin dans les parois de domaines magnétiques. Le cahier des charges est simple : trouver l'épaisseur optimale du $[\text{Co/Ni}]_n$ qui présente en champ nul les parois magnétiques les plus parallèles possibles et longues possibles, avec le moins de défauts magnétiques (points de branchements, bulles résiduels, domaines ciselé, etc).

Pour ce faire, il est connu des études publiées dans la littérature que l'histoire magnétique la plus adaptée, qui permet d'accéder à cet état, est la désaimantation avec le champ appliqué dans le plan des couches. Le protocole est simple : en partant du champ de saturation planaire, l'intensité du champ est ramenée à zéro de manière sinusoïdale en fonction du temps (alternativement positive puis négative). La couche magnétique est censée pouvoir sonder ses états de plus basse énergie et ainsi se stabiliser en champ nul avec son état de plus basse énergie à la fin du processus. Si le comportement de nos échantillons suit ceux qui ont été rapportés dans la littérature, des domaines magnétiques *Strong Stripes* avec les bandes bien alignées dans la direction d'application du champ magnétique sont censées apparaître.

Les images MFM obtenues après une désaimantation planaire et accompagnées par les transformées de Fourier rapide (FFT) en 2D sont rapportées Figure V-10 pour des épaisseurs de couche allant de 10 à 200 nm. On constate bien qu'une phase modulée existe comme nous l'avons prédit des expériences de VSM.

Dans un premier temps, nous avons mesuré la période des domaines en fonction de l'épaisseur des couches magnétiques (Figure V-11). Tout d'abord on s'aperçoit que la période des domaines ne varie que très légèrement pour les 3 protocoles de désaimantation qui ont été réalisés. Les échantillons de plus faibles épaisseurs montrent les domaines magnétiques les plus larges avec un minimum pour une épaisseur de 35 nm. Un comportement similaire a été observé par Hellwig *et al* dans des multicouches de Co/Pt [149] et Gehano *et al* [99] dans du FePd.

C'est d'ailleurs le modèle développé par Gehano *et al* [99], [100] qui a été utilisé ici pour ajuster la courbe expérimentale. Dans l'approximation des faibles rapports $\frac{L}{t}$. Pour les épaisseurs étudiées, et la valeur du facteur de qualité Q, l'utilisation de ce modèle est justifiée dans notre cas pour toute la gamme d'épaisseurs. Ainsi, l'ajustement de la période des bandes mesurée expérimentalement se fait à l'aide de la formule

$$P = 2 t \exp\left(\frac{\pi l_{Dip}}{2 * t} + Ln(\pi) - 1 + \mu\left(\frac{1}{2} - Ln(2)\right)\right)$$

avec $l_{Dip} = \frac{\sigma_{paroi}}{2\pi M_S^2}$.

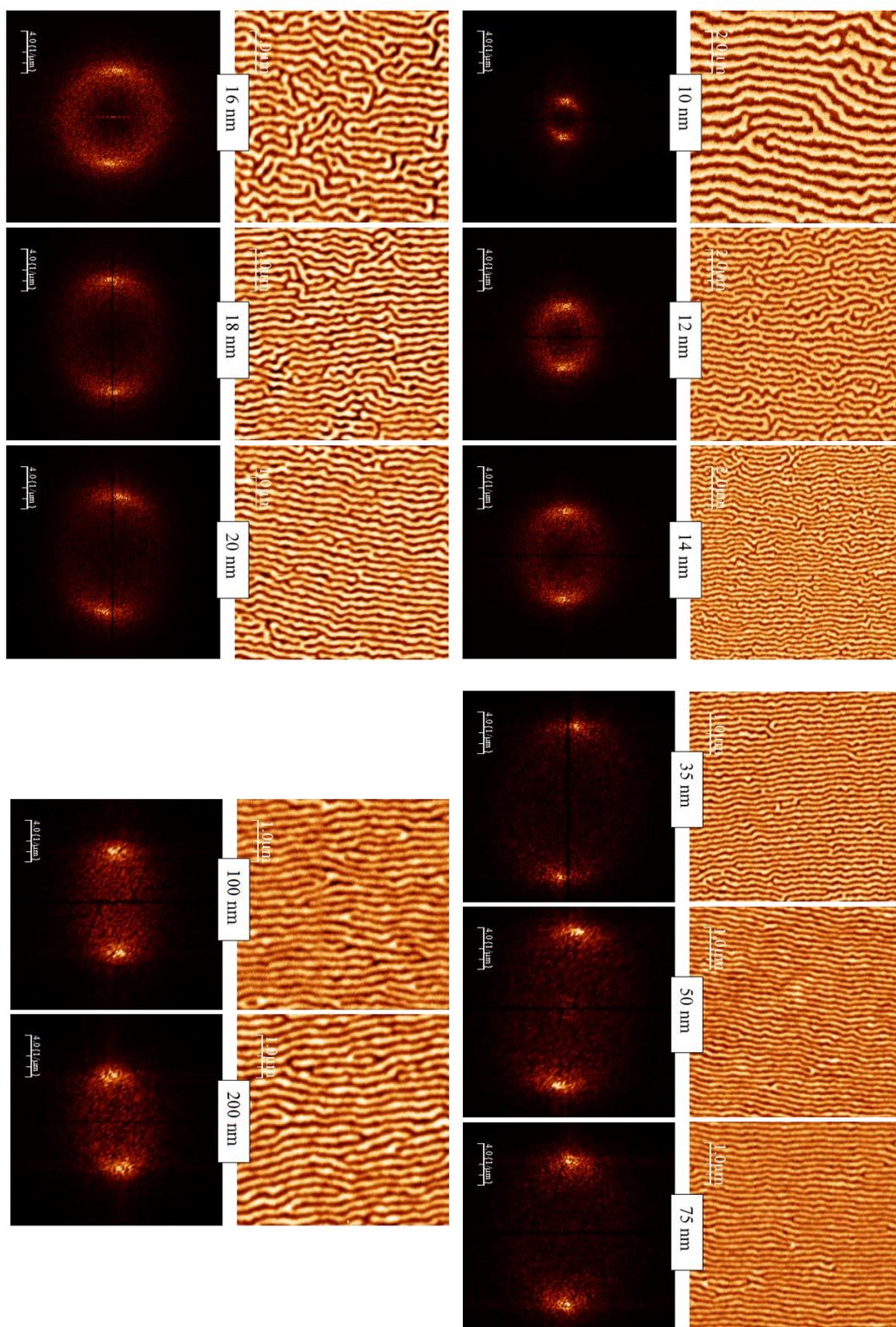


Figure V-10. Mesure de la structure en domaines par microscopie de force magnétique. Etude en fonction de l'épaisseur de la couche magnétique. Pour chaque image MFM, on trouve la transformée de Fourier calculée à partir de l'image.

Le résultat de l'ajustement est affiché dans la Figure V-11. Nous voyons clairement que le comportement est bien reproduit à l'aide de l'ajustement.

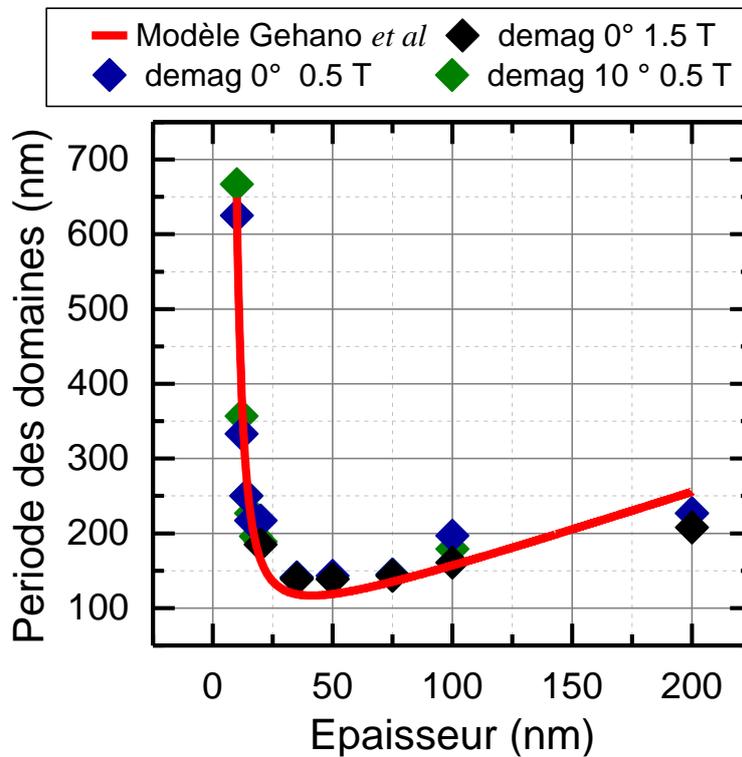


Figure V-11. Variation expérimentale de la période des domaines avec l'épaisseur de la couche magnétique. Ajustement à partir de l'expression de Gehano et al [99] pour les faibles valeurs de $\frac{L}{t}$.

Extraite de l'ajustement, nous trouvons $l_{Dip} = 28 \text{ nm}$ ce qui correspond à une énergie de paroi de $\sigma_{paroi} = 8.16 \text{ erg/cm}^2$. Nous appellerons cette valeur d'énergie de paroi $\sigma_{paroi}^{rémanence} = 8.16 \text{ erg/cm}^2$.

Une dernière valeur d'énergie de paroi que l'on peut obtenir est celle de sa valeur théorique considérant que l'on a une paroi de Bloch. L'expression a été donnée dans le chapitre II

$$\sigma_{paroi}^{théorie} = 4 \sqrt{A_{Ech} K_{Perp}} = 6.74 \text{ erg/cm}^2$$

En utilisant $A_{Ech} = 14 \times 10^{-12} \frac{\text{J}}{\text{m}}$ et $K_{Perp} = 203 \text{ kJ/m}^3$ extraits des mesures FMR.

Les trois valeurs d'énergie de paroi $\sigma_{paroi}^{Sat} = 2.7 \pm 0.4 \text{ erg/cm}^2$, $\sigma_{paroi}^{théorie} = 6.74 \text{ erg/cm}^2$ et $\sigma_{paroi}^{rémanence} = 8.16 \text{ erg/cm}^2$ sont proches de celles rapportées par Toyoki et al dans des multicouches de [Co/Ni]_n ($\sigma_{paroi} = [4 - 8] \text{ erg/cm}^2$) [93]. Comparées à d'autres matériaux magnétiques, on trouve que ces valeurs sont 2 à 3 fois plus petites que sur celles mesurées dans des couches de Co [9] ou de Fe/Pt [150]. Dans ces derniers, des valeurs de 25 erg/cm² et entre [16-20] erg/cm² ont été retrouvées respectivement. Au regard des valeurs de A_{Ech} et K_{Perp} reportés dans ces travaux, la différence est justifiée.

Plus intéressante est la comparaison des valeurs obtenues proche de la saturation et en champ nul. En effet, dans nos travaux, $\sigma_{paroi}^{Sat} = 2.7 \pm 0.4 \text{ erg/cm}^2$ et $\sigma_{paroi}^{r manence} = 8.16 \text{ erg/cm}^2$. Ainsi, un facteur 3 entre les 2 valeurs est observ , l' nergie de paroi  tant plus grande   la r manence. Dans ses travaux, M. Hehn et al avait trouv  que dans du Co  pitaxi , $\sigma_{paroi}^{Sat} = 8.7 \text{ erg/cm}^2$ et $\sigma_{paroi}^{r manence} = 25 \text{ erg/cm}^2$, soit un facteur 2.9 entre les 2 valeurs, l' nergie de paroi  tant toujours plus grande   la r manence. Nous trouvons ici un point commun tr s fort entre les deux mat riaux.

Nous ferons ici la m me remarque qu'avait faite M. Hehn et collaborateurs. Une telle variation ne peut pas  tre simplement expliqu e par une compression magn tique de la paroi. Cependant, un changement de sa structure interne, c'est   dire un passage d'une paroi de type N el   une paroi de type Bloch, peut faire appara tre une forte variation d' nergie. Il est probable qu'au niveau des surfaces de la couche, la paroi de Bloch s parant deux domaines d'aimantation oppos e se transforme en une paroi de N el afin d' viter la formation de charges de surface. Lorsqu'un champ est appliqu  perpendiculairement   la couche, son effet s'ajoute   l'anisotropie de l' chantillon et entra ne une r orientation de l'aimantation du domaine de fermeture perpendiculairement   la surface faisant ainsi dispara tre la paroi de N el. Les  nergies de paroi mesur es   bas et haut champ ne sont pas n cessairement invraisemblables. Pr s de la saturation, il ne subsistera dans la couche que des parois de type Bloch et c'est pourquoi l' nergie de paroi mesur e est en bon accord avec celle du mat riau massif.

4.1.2. Caract risation de la directivit  des bandes

Comme nous l'avons  voqu  au d but de ce chapitre, notre but est de trouver la couche   *Strong Stripes* qui poss de les bandes les plus adapt es   la propagation guid e des ondes de spin dans les parois. Ainsi, nous cherchons s'il existe une  paisseur optimale pour laquelle les bandes sont bien align es, sans point de branchement ou de bulles r siduelles. Ainsi, la propagation guid e sera assur e sur une grande distance, si l'amortissement du mat riau le permet. Pour cela, nous avons fait un traitement num rique des images MFM. En partant de la mesure MFM, nous analysons ind pendamment les domaines   aimantation down (Figure V-12) et les domaines   aimantation up (Figure V-12). Dans l'analyse, nous cherchons   la fois la densit  de bulles et la densit  de branchements en fonction de l' paisseur.

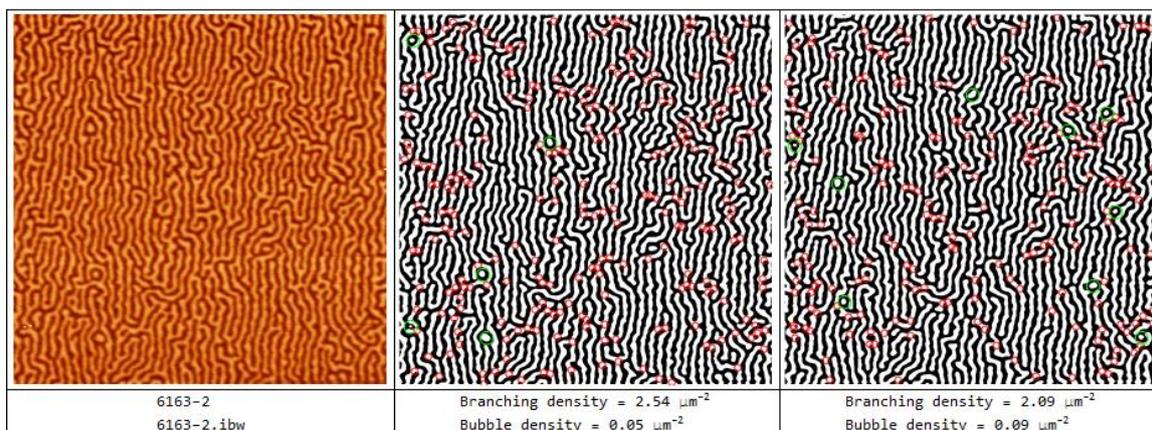


Figure V-12. Traitement num rique sur une structure en domaines de la densit  de bulles et de la densit  de branchement pour les domaines up et les domaines down.

Nous constatons tout d'abord que la densité de bulles totale mesurée (on compte les domaines up et down à la fois) est d'autant plus grande que l'échantillon est de faible épaisseur. Il s'avère qu'il y a une tendance à favoriser davantage la coexistence de bulles magnétiques résiduelles avec des domaines en bandes. Nous excluons que l'origine de ce comportement ait une relation avec la présence de points d'ancrage ou de défaut structuraux qui empêcheraient l'élimination de ces bulles par mouvement de parois lors du processus de désaimantation. En effet, l'application d'un champ magnétique permet de faire disparaître ces bulles. Nous pensons alors que cet état hybride (bulles plus bandes) est juste une conséquence de la compétition en énergie qui s'installe entre le terme de parois dominant à cette échelle d'épaisseur d'un côté et du dipolaire de l'autre.

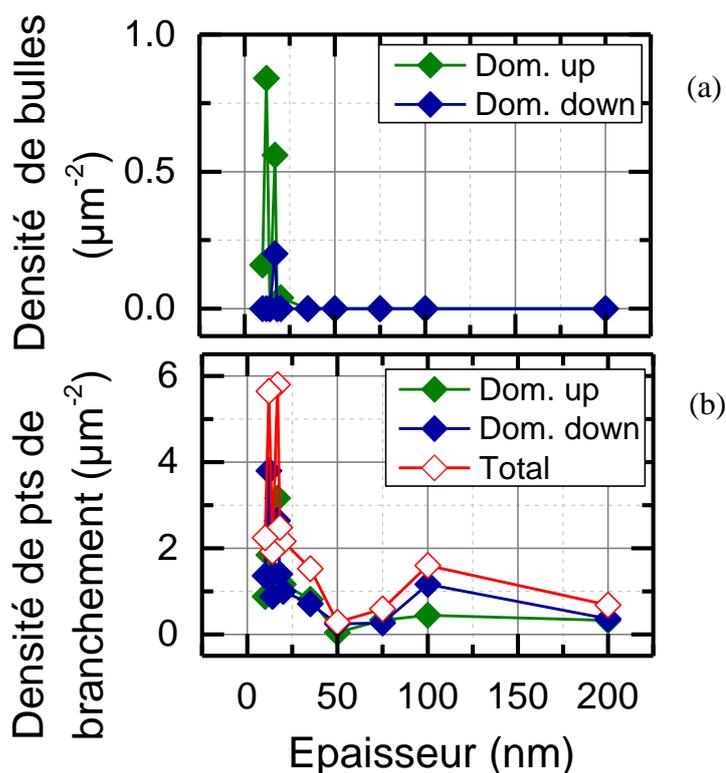


Figure V-13. (a), densité de bulles. (b), densité de branchements en fonction de l'épaisseur de la couche de $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$.

Deuxièmement, nous nous intéressons à quantifier le nombre de point de branchements pour chaque épaisseur. Le résultat reporté dans la Figure V-13 est extrêmement surprenant puisque clairement un minimum de branchement est obtenu pour la couche de 50 nm d'épaisseur total. A l'heure actuelle, nous n'avons pas trouvé d'explication à ce comportement. Par contre, c'est évidemment cette épaisseur que nous avons utilisé par la suite pour la réalisation des dispositifs pour la propagation guidée des ondes de spin. On se rappelle tout de même que pour cet échantillon que M_R et H_C dans le plan sont les plus grands.

4.1.3. Effet de la température de recuit

Dans le but d'améliorer encore le taux de branchements dans la couche de 50 nm d'épaisseur, nous avons tenté un recuit sous champ magnétique perpendiculaire. Le recuit sous champ est bien connu pour renforcer l'anisotropie perpendiculaire. Un mélange des interfaces quant à lui pourrait diminuer l'anisotropie perpendiculaire. Regardons le résultat. L'analyse numérique des images rapportée dans la Figure V-14 montre que la densité de points de branchements augmente et que la période des domaines diminue. Etant donné que nous cherchions une diminution des branchements, la piste du recuit en température a été abandonnée.

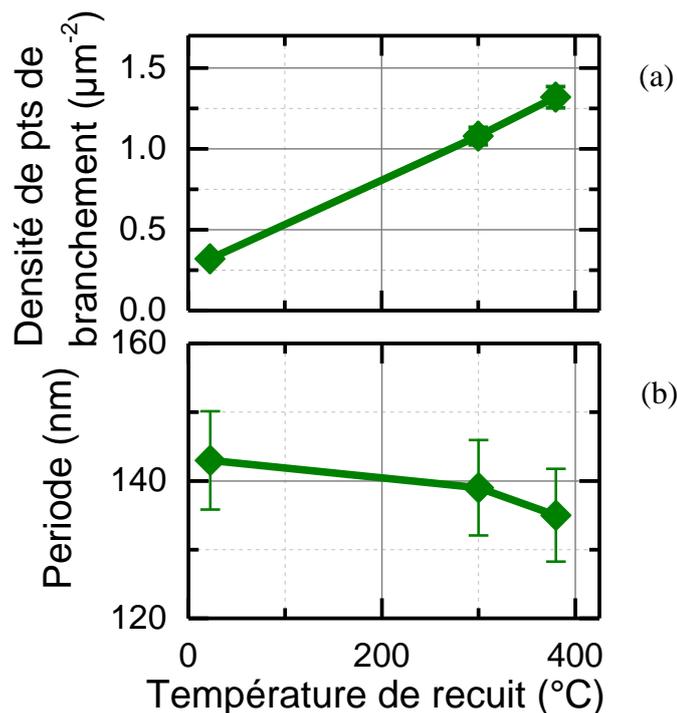


Figure V-14. (a), densité de branchements et (b), période des domaines en fonction de la température de recuit pour un échantillon de 50 nm d'épaisseur.

4.2. Cas de l'échantillon de 50 nm d'épaisseur

Nous consacrons ici un paragraphe entier à l'étude de l'échantillon de 50 nm d'épaisseur. Comme nous l'avons évoqué précédemment, c'est l'échantillon qui présente le moins de bulles et de branchements. Comme c'est l'échantillon qui sera utilisé dans nos dispositifs, nous avons souhaité connaître sa réponse dans toutes les configurations de champ possibles.

Champ appliqué perpendiculairement au plan des couches

Un premier type d'expérience consiste à appliquer le champ perpendiculaire au plan de la couche. Nous avons décidé de démarrer l'expérience à partir d'une structure en bandes désaimantée dans le plan (Figure V-15). Le mécanisme que nous observons est bien celui qui est décrit dans la littérature : au fur et à mesure de l'augmentation de l'intensité du champ perpendiculaire, les bandes se pincet pour créer des bulles. Ce qui est surprenant, c'est que

des bandes de longueur finie se forment perpendiculairement aux bandes initiales (image @125mT). Ces dernières résultent certainement de l'interconnexion de bulles formées par pincement dans les bandes parallèles premières voisines. Lorsque l'intensité du champ continue à augmenter, les bandes deviennent de plus en plus courtes jusqu'à l'obtention d'un réseau dense de bulles à 210 mT. La densité de bulles décroît jusqu'à la saturation à 270 mT.

A partir de cet état, lorsque le champ diminue à nouveau, nous observons la nucléation de bulles, certaines intervenant exactement à la même position qu'observées lors de la montée en champ. Il est donc possible que ces bulles n'aient pas complètement disparues en champ ascendant mais soient devenues de taille plus petite que celle observable par MFM. La densité de bulles augmente progressivement lorsque l'intensité du champ diminue comme escompté théoriquement. A partir de 180 mT, le réseau de bulles est dense et se transforme progressivement en un mélange de bulles plus ou moins allongées.

En ce qui concerne la variation de la période des domaines sous champ magnétique hors du plan, elle est reportée [Figure V-16](#). Elle suit la description théorique classique en deux temps : dans un premier temps, la période des domaines est constante en champ jusqu'à ce que des domaines disparaissent. A partir de ce moment-là, la période augmente. Nous avons l'impression dans notre courbe de l'existence d'un double plateau (de 0 à 100 mT, puis de 150 mT à 200 mT). La transition entre les deux plateaux correspond au passage bandes parallèles avec quelques pincements à bandes parallèles avec bandes de longueur finie perpendiculaires aux bandes initiales. Elle correspond également à la modification de la configuration des pôles du dispositif d'application du champ magnétique. En effet, le dispositif d'application du champ perpendiculaire permet d'accéder à des plages en champ magnétique selon sa configuration : 0 à 150 mT (partie noire de la courbe), 125 mT à 225 mT (partie rouge de la courbe) et pour finir 220 mT à 250 mT (partie verte de la courbe). Pour passer d'une configuration de pôles à une autre, le champ doit être ramené à zéro. C'est certainement le changement de pôle et le passage à zéro pour ce changement qui explique la formation de bandes de longueur finie perpendiculaires aux bandes initiales par l'interconnexion de bulles formées par pincement dans les bandes parallèles premières voisines.

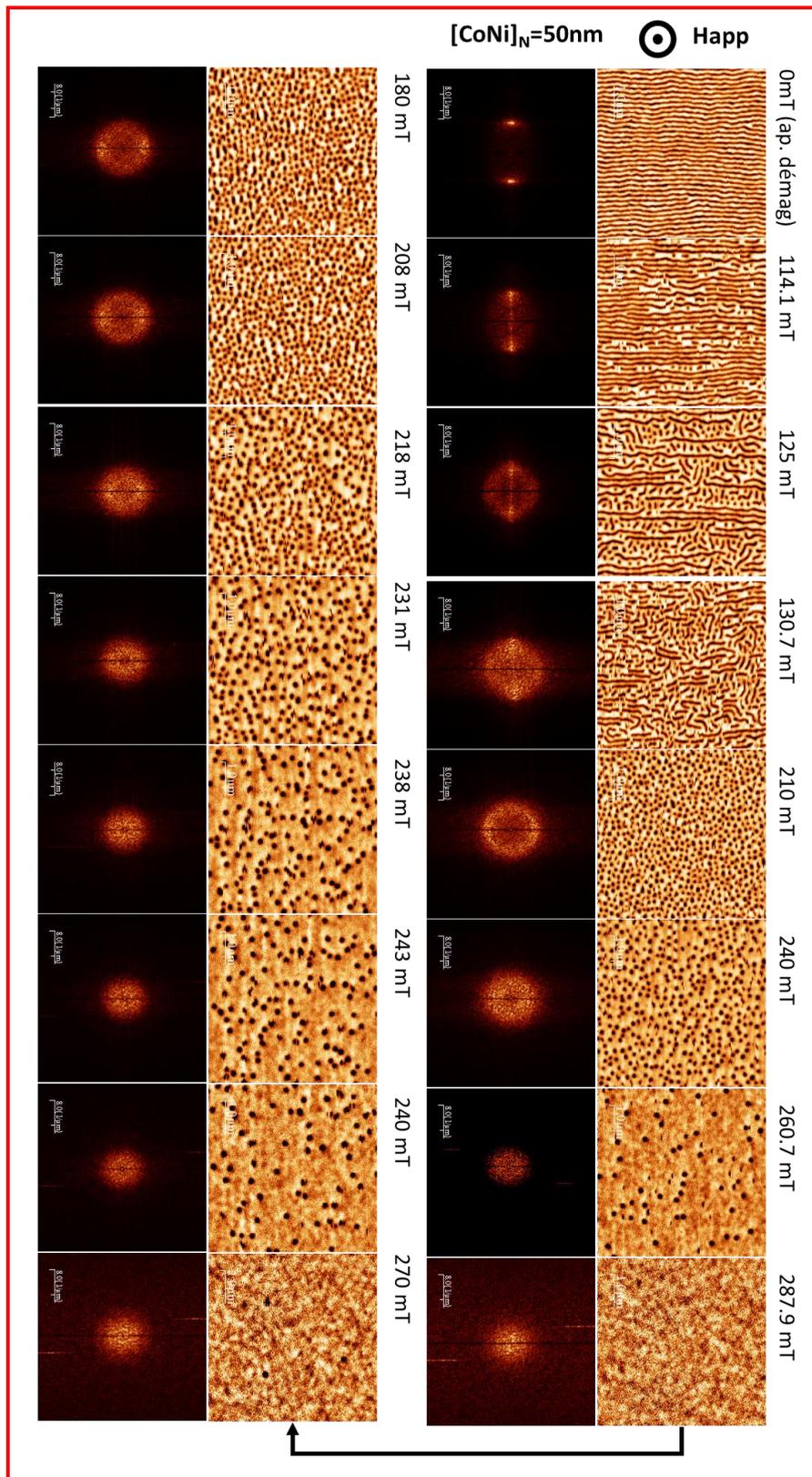


Figure V-15. Structure en domaines sous champ magnétique hors du plan. Couche de 50 nm d'épaisseur. Etat magnétique de départ désaimanté dans le plan.

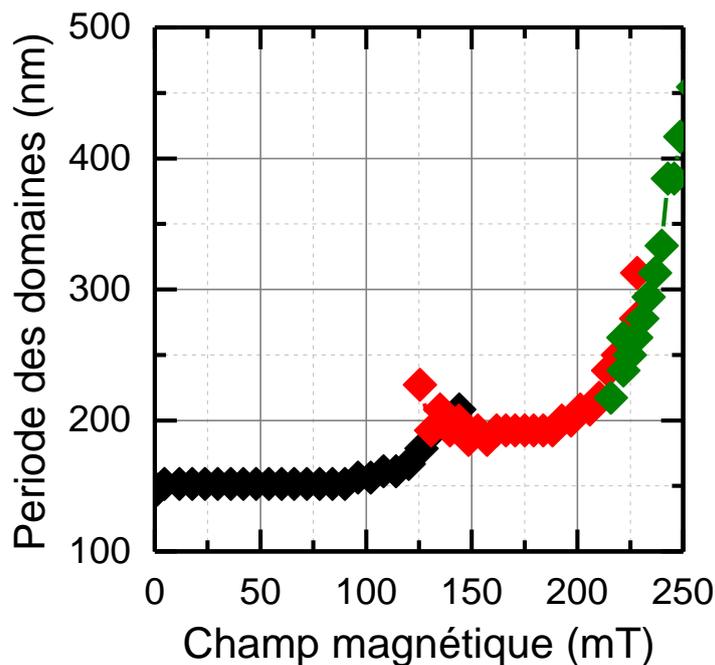


Figure V-16. Variation de la période des domaines sous champ magnétique hors du plan. Couche de 50 nm d'épaisseur. Etat magnétique de départ désaimanté dans le plan.

Champ appliqué dans le plan des couches

Un second type d'expérience consiste à appliquer le champ parallèlement au plan de la couche. Nous avons décidé de démarrer l'expérience à partir d'une structure en bandes vierge (Figure V-17-haut). Le mécanisme est moins bien documenté dans la littérature. Nous voyons que la structure labyrinthique varie très peu jusqu'à 344 mT. Des bulles commencent alors à se former et leur nombre ne cesse d'augmenter. A 600 mT, qui est le maximum de champ que l'on peut appliquer dans le plan, seul un réseau de bulles est conservé. Avec le champ maximal qui peut être appliqué dans le plan, l'échantillon n'est pas tout à fait saturé.

A partir de cet état, le champ appliqué est progressivement ramené à zéro. Dans une première étape, la densité de bulles augmente et ces bulles s'interconnectent progressivement pour former les bandes plus ou moins allongées dans la direction du champ appliqué. D'après nos connaissances, ce processus, avec le champ appliqué dans le plan des couches, n'a pas été rapporté dans la littérature jusqu'à présent. Il mérite d'être étudié plus en profondeur, à la fois du point de vue expérimental et du point de vue de la simulation micromagnétique.

D'un point de vue expérimental, comme nous l'avons fait pour l'évolution de la structure en domaines en fonction de l'épaisseur pour l'état désaimanté, nous avons réalisé un traitement numérique des images MFM nous permettant à la fois de montrer les changements morphologiques de la structure en domaines sous champ magnétique (Figure V-17-bas) mais également d'obtenir l'évolution de la densité de bulles et densité de branchements (Figure V-18).

En ce qui concerne le changement morphologique, nous voyons très clairement dans la Figure V-17-bas, que la transformation bulles / bandes procède en deux étapes : la première consiste en l'allongement de bulles pré-existantes (-610 mT vers -540 mT). Cet allongement se fait le long de la direction d'application du champ. On pourrait interpréter cette directivité par l'alignement de l'aimantation de centre de paroi dans la direction du champ. Cet allongement est stoppé lorsque la bulle allongée rencontre une autre bulle sur son chemin, l'arrêt se fait à

une distance égale à la demi période des domaines (image à -400 mT). Lorsque le champ décroît, cette demi période disparaît progressivement par l'interconnexion des bulles / bulles allongées (image à -370 mT à 0 mT).

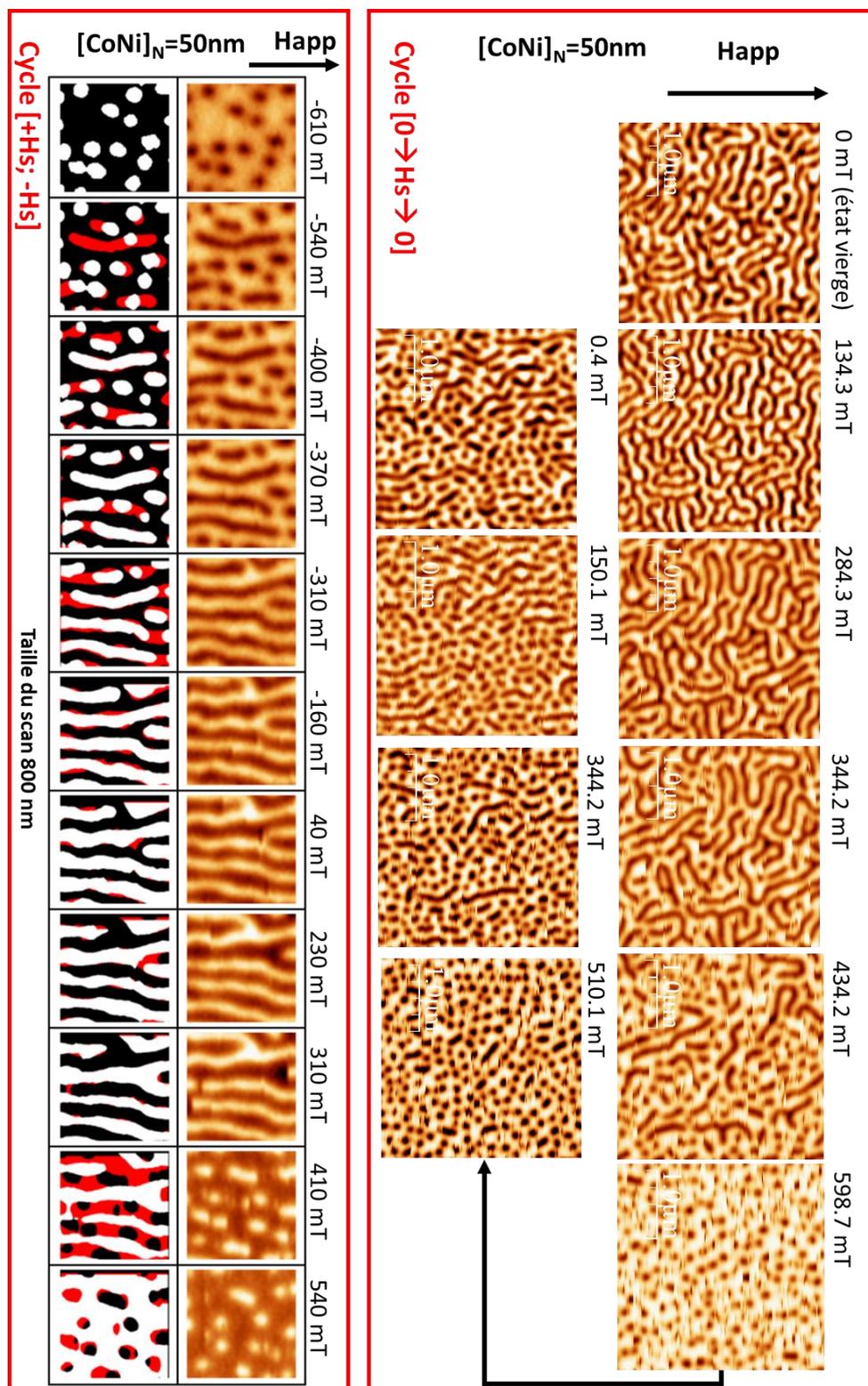


Figure V-17. Structure en domaines sous champ magnétique dans le plan. Etude de la transformation bandes – bulles. Couche de 50 nm d'épaisseur. Dans la ligne du bas, l'analyse morphologique montre en rouge l'évolution de la morphologie entre 2 images consécutives.

A part constater la fusion des bulles, nous ne pouvons pas aller plus loin sur le processus de fusion lui-même. Il nécessiterait de connaître très exactement les configurations d'aimantation de centre de paroi. C'est l'une des perspectives de la thèse et cette possibilité est offerte pour des mesures STXM haute résolution.

Lorsque le champ devient positif, les bandes sont tout d'abord pincées puis des bulles se forment progressivement, cela ce qui a été observé lorsque le champ est appliqué perpendiculairement au plan des couches.

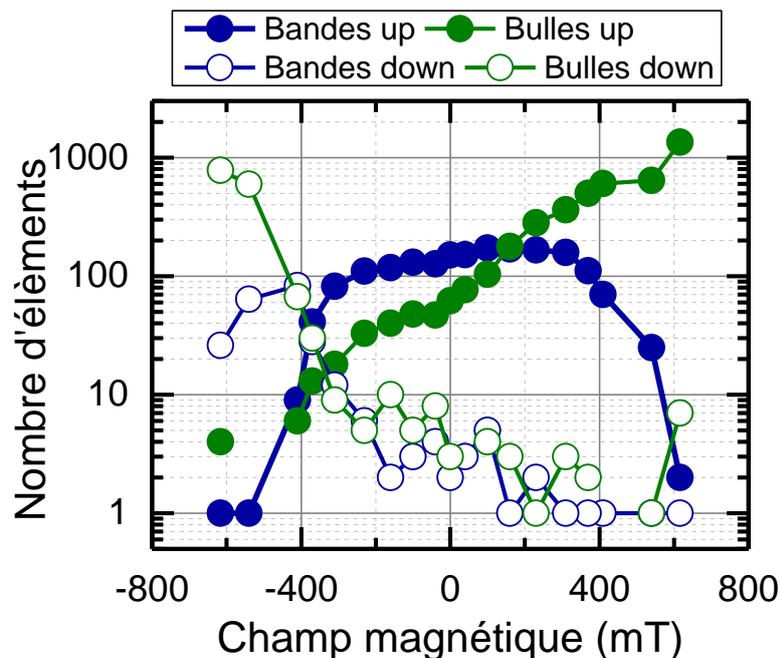


Figure V-18. Données quantitatives sur la transformation bandes – bulles.

On retrouve l'ensemble de ces éléments de transformation dans la Figure V-18 où nous perdons l'information spatiale pour avoir une information quantitative. En partant du champ le plus grand que l'on puisse appliquer dans le plan, seules des bulles up existent. Leur nombre diminue continuellement pour se transformer en bandes up avec un mélange de ces entités en champ nul. Lorsque le champ est inversé, le nombre de bulles et bandes down augmentent de concert et graduellement jusqu'à -410 mT. A ce champ, les bandes down qui se sont formées se resubdivisent en bulles pour ne laisser apparaître que des bulles down.

On apprend ici très clairement qu'il y a une composante de champ perpendiculaire dans notre expérimentation. En effet, en saturation positive, seules des bulles up existent alors qu'en saturation négative, seules des bulles down existent (nous avons tenu compte dans ces mesures d'une éventuelle inversion de l'aimantation de la pointe. Ce n'est pas cette dernière qui peut expliquer cette inversion de contraste). On peut alors se poser la question de l'influence de la composante perpendiculaire de champ sur la transformation bandes / bulles. En effet, lors de l'expérience réalisée avec le champ perpendiculaire, cette transformation était observée pour des champs supérieurs à 100 mT (Figure V-15). Avec un champ maximum de 600 mT, cela nécessiterait une désorientation du champ de plus de 10°.

Cette étude nécessite encore un approfondissement avant que des conclusions solides puissent être apportées. Notamment l'observation du phénomène à l'aide du STXM permettra d'apporter

des conclusions. Ce phénomène est certainement le plus original rapporté sur ces structures par rapport à l'existant dans la littérature.

Conclusion

Ce chapitre est entièrement dédié à l'étude des propriétés de multicouches [Co/Ni]_n et à l'étude des structures en domaines qui peuvent y apparaître. Nous montrons que le [Co/Ni]_n contient des textures magnétiques de type *Strong Stripes* pour toute la gamme d'épaisseur explorée entre 10 et 200 nm. Ces dernières sont liées à l'existence d'une anisotropie perpendiculaire provenant de la bonne texture (111) que nous avons su induire à l'aide de l'utilisation d'une couche tampon Ta/Cu de bonne qualité. L'étude standard entreprise en diffraction de rayons X confirme cette bonne texture.

Les propriétés magnétiques macroscopiques ont été étudiées et sont compatibles avec l'apparition de la phase *Strong Stripes*. L'ensemble des caractéristiques extraites des cycles d'aimantation et leur variation en épaisseur a pu être interprété à l'aide des théories classiques des *Strong Stripes*. Aucune surprise n'a été détectée de ce côté-là. Les résultats des mesures FMR du mode d'échange montre que le coefficient d'amortissement se situe dans une fourchette comprise entre 8×10^{-3} et 2×10^{-2} . Cela place le [Co/Ni]_n dans les matériaux à aimantation perpendiculaire qui ont les amortissements les plus petits. Ainsi, ce matériau est un matériau de choix pour la propagation guidée d'ondes de spin dans des parois de domaines qui sont facilement orientables. Comme attendu dans les prédictions de Garcia et al, des calculs micromagnétiques, qui font l'objet de la thèse de Matias Grassi, montrent qu'un guidage est possible.

L'étude des propriétés microscopiques confirme l'intuition que nous avons pu avoir à l'aide de l'étude des propriétés macroscopiques : des structures en domaines modulés sont observées à l'aide de la microscopie de force magnétique. D'après la littérature, les *Strong Stripes* sont facilement orientables avec une simple histoire en champ magnétique. Cependant, par rapport aux structures *Weak Stripes*, différentes géométries peuvent être obtenues comme les bandes parallèles, les labyrinthes ou les bulles. Ainsi, l'histoire en champ magnétique doit être optimisée. L'histoire la plus adaptée est la désaimantation avec le champ appliqué dans le plan des couches. C'est cette histoire qui a été appliquée à toutes les couches pour faire une étude de la taille des domaines en fonction de l'épaisseur de la couche mais également pour qualifier la qualité de la structure en bandes stabilisée. En effet, si le coefficient d'amortissement permet théoriquement de propager des ondes de spin sur de grandes distances, il faut que les bandes soient suffisamment allongées, sans défauts ou branchement.

Une analyse fine des structures en domaines nous a amené à quantifier le nombre de point de branchements ainsi que le nombre de bulles résiduelles pour chaque épaisseur. Le résultat reporté est extrêmement surprenant puisque clairement un minimum de branchement est obtenu pour la couche de 50 nm. A l'heure actuelle, nous n'avons pas trouvé d'explication à ce comportement. Par contre, c'est évidemment cette épaisseur que nous avons utilisée par la suite pour la réalisation des dispositifs pour la propagation guidée des ondes de spin.

Dans les perspectives de cette étude, l'identification de l'origine de ce minimum de branchement serait une priorité. Une autre étude intéressante consisterait à identifier quel est le processus de fusion des bulles / bulles allongées lorsque le champ est appliqué dans le plan des couches. A l'aide du MFM, la configuration d'aimantation de centre de paroi ne peut pas être mesurée. Cela est possible à l'aide du STXM si des images hautes résolution sont acquises.

VI. *Antennes et mesures électriques*

Ce dernier chapitre expérimental rassemble le travail d'optimisation sur les antennes et les premiers tests de mesure de la dynamique d'excitation d'ondes de spin dans les parois de domaines magnétiques. En effet, même s'il a été important d'étudier en profondeur les configurations micromagnétiques *Weak Stripes* et *Strong Stripes* dans nos deux matériaux, l'objectif de la thèse était de mener des expériences de microscopie à rayons X en transmission à balayage résolu en temps (TR-STXM). Pour cela, la réalisation d'antennes excitatrices sur une membrane a été nécessaire, cette réalisation passant obligatoirement par l'optimisation du procédé de nanofabrication ainsi que la réalisation de tests électriques pour vérifier le bon fonctionnement des antennes ainsi que leur couplage avec la couche magnétique.

1. Spécifications

Nous avons fait le choix de fabriquer des antennes larges bandes en fréquence et en vecteur d'onde. Des antennes sélectives en vecteur d'ondes sont plus difficiles à réaliser, et pour des mesures préliminaires ce choix n'est pas approprié. Cependant, même pour ces antennes simples, des exigences sont rencontrées à la fois au niveau de la fabrication et au niveau des caractéristiques électriques.

D'un point de vue de la nanofabrication, les challenges étaient

- (i) de réaliser un dispositif sur un substrat flexible (membrane) sans l'endommager.
- (ii) de développer un procédé de lithographie électronique adapté à la géométrie du dispositif.
- (iii) de s'assurer que le procédé n'affecte pas les paramètres magnétiques des échantillons utilisés (notamment les recuits de résine ou la gravure ionique).

D'un point de vue électrique, les exigences étaient

- (i) d'isoler électriquement l'antenne de la surface de l'échantillon magnétique conducteur. L'isolation est obtenue par l'insertion d'une couche de SiO_2 entre la couche et l'antenne, avec une épaisseur comprise entre 10 et 150 nm.
- (ii) de fabriquer des antennes avec une faible résistance électrique. L'obtention d'un champ magnétique excitateur intense nécessite un fort courant qui peut détruire l'antenne si la résistance électrique est trop forte. De plus, une faible résistance limitera le courant de fuite passant par la couche magnétique à haute fréquence. Comme résumé dans la [Figure VI-1](#), la dimension latérale d'un *pad* de contact a été fixée à $500\ \mu\text{m}$, pour permettre un contact optimum des sondes de contacts qui seront utilisées mais aussi de faire du *wire bonding*. Pour ce qui est de la longueur des pads, elle est égale à des valeurs allant de $500\ \mu\text{m}$ à 2mm pour les dispositifs finaux (sur membranes). Lors des premiers tests de validation (sur film plein), des dimensions égales à $75\ \mu\text{m}$ de longueur et de largeur des pads ont aussi été utilisées. Enfin, la largeur de la *strip-line* a été variée de $100\ \text{nm}$ à $1\ \mu\text{m}$, pour une longueur allant de 1 à $20\ \mu\text{m}$.

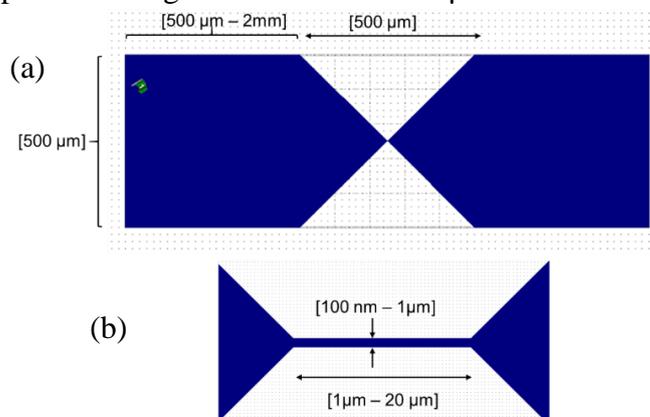


Figure VI-1. (a), vue du dessus de l'antenne avec ses gros pads de contact ; (b), zoom sur la partie antenne avec les dimensions caractéristiques.

2. Nanofabrication

2.1. Optimisation de l'étape de lithographie électronique

L'étape clef dans le processus de nanofabrication est l'étape de lithographie qui sera suivie d'une étape de lift off. En effet, le design des antennes comporte des zones qui nécessitent une forte résolution et qui sont de petite surface et des zones de grande surface qui ne nécessitent pas une forte résolution, tout cela devant être réalisé dans un temps d'écriture raisonnable. Pour cela, deux protocoles expérimentaux ont été testés.

Le protocole le plus raisonnable en deux étapes : la première étape consiste en la réalisation des *pads* de contact, étape ne nécessitant pas une grande résolution (Figure VI-1 haut). Les paramètres utilisés sont fixés à 20 kV/5 kV/1 kV pour la tension d'accélération des électrons, 30 μm /20 μm /10 μm pour l'ouverture du diaphragme, et enfin une distance de travail fixe à 9 mm ; La seconde étape consiste en la réalisation de l'antenne, étape nécessitant une grande résolution (Figure VI-1 bas) pour permettre la fabrication des *strip-line* de tailles nanométriques. Les paramètres utilisés étaient donc 20 kV pour la tension d'accélération des électrons, 10 μm pour l'ouverture du diaphragme, et enfin une distance de travail fixe à 9 mm.

Cette stratégie, la moins couteuse en temps d'écriture, n'a pas été retenue à cause de problèmes de « *stitching* ». Ce problème, bien connu lors des expériences de lithographie électronique, est une conséquence de la manière séquentielle d'exposition des zones, où le motif à écrire est divisé en plusieurs zones de travail, eux-mêmes se subdivisent en petits carreaux (pixels). Un problème de « *stitching* » viendrait donc d'un désalignement entre deux zones de travail provoquant une discontinuité dans le motif à réaliser. Une image de microscopie optique illustre le problème engendré (Figure VI-2).

Pour mieux faire correspondre des zones de travail de deux étapes de lithographie distinctes, des croix d'alignements sont conventionnellement utilisées. Cependant, la réalisation de ces dernières nécessiterait une étape de nanofabrication supplémentaire. Dans notre cas, vue la fragilité des membranes utilisées, nous n'avons pas voulu prendre ce risque.

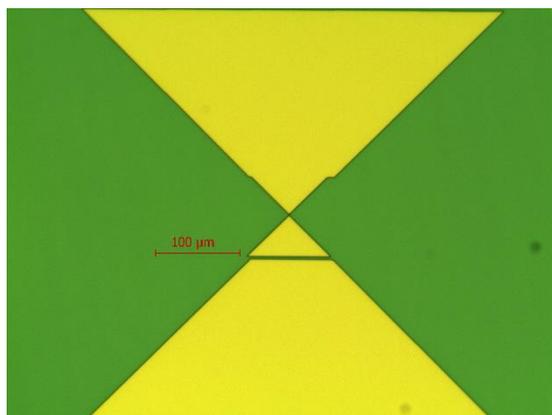


Figure VI-2. Illustration à l'aide d'une image de microscopie optique réalisée après développement de la résine, d'un problème de « *stitching* » obtenu lors de l'utilisation de deux recettes distinctes de lithographie électronique pour la réalisation de l'antenne avec ses contacts électriques.

Le protocole de la sagesse en une étape que nous avons choisi d'optimiser repose sur la réalisation de tout le dispositif en une seule étape de lithographie. Un compromis doit être trouvé pour éviter un temps d'écriture prohibitif. Ainsi, le protocole ne permet pas d'atteindre la résolution ultime de la machine mais nous a été suffisante pour les tailles d'antenne choisies. Les paramètres utilisés étaient donc 20 kV pour la tension d'accélération des électrons, 30 μm pour l'ouverture du diaphragme, et enfin une distance de travail fixe à 9 mm. Les autres paramètres sont listés dans le tableau récapitulatif de la procédure.

2.2. Procédé

Le procédé de nanofabrication des antennes au-dessus de la couche magnétique est résumé dans la Figure VI-3 . Il a été optimisé dans un premier temps sur des films minces déposés sur des substrats de Si intrinsèque (fortement résistif) avant de le réaliser sur les couches déposées sur membranes.

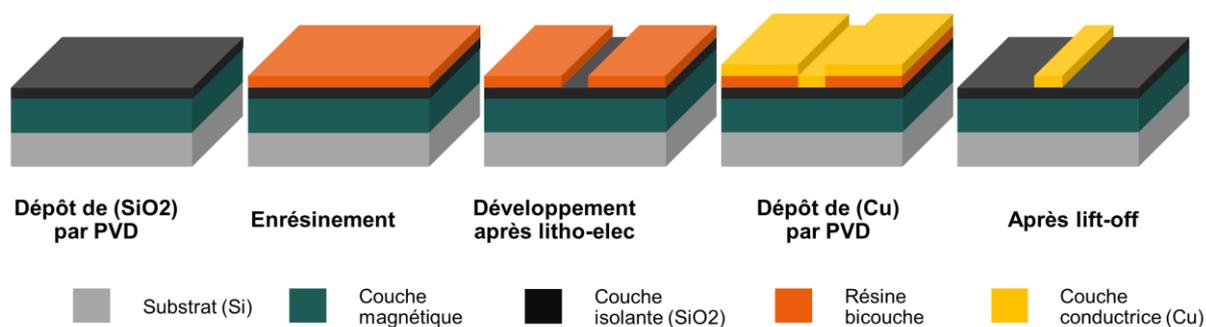


Figure VI-3. Schéma de la procédure de nanofabrication des antennes électriques pour l'excitation des ondes de spin.

La première étape consiste à déposer par pulvérisation cathodique une couche de SiO₂. Pour nos tests, nous avons varié son épaisseur de 10 à 150 nm. Ce dépôt est réalisé à partir d'une cible de Si, par pulvérisation réactive dans un plasma Ar + O₂. Ce procédé avait été optimisé par le passé lors de travaux sur les jonctions tunnel magnétiques. Il est accessible à tous les utilisateurs du CC Minalor.

La seconde étape consiste à réaliser le négatif du motif de l'antenne par lithographie électronique dans une résine bicouche. Les protocoles d'enrésinement et de développement sont identiques à ceux décrits dans le chapitre III avec le protocole de la sagesse décrit plus haut.

La troisième étape consiste à déposer la couche conductrice, dépôt réalisé par pulvérisation cathodique. Afin de limiter le poids du matériau sur la membrane, nous avons choisi d'utiliser du Cu au lieu d'au (qui est conventionnellement utilisé) avec une épaisseur égale à 200 nm. Cette couche est déposée sur une couche de Ta de 3 nm d'épaisseur qui permet une bonne adhésion au substrat tout en limitant la diffusion du Si dans les couches. La même couche de Ta est également utilisée pour protéger le Cu sur le dessus, notamment contre l'oxydation.

La dernière étape est le lift off de la couche de Ta/Cu/Ta. Etant donné que le remover 1165 réagit avec le Cu, nous avons utilisé de l'acétone sans ultrasons pour la réalisation du lift-off.

La liste de l'ensemble des paramètres utilisés est donnée dans le [Tableau VI-1](#).

Après optimisation des paramètres du procédé, le dispositif d'excitation des ondes de spin est réalisé sur membrane pour l'imagerie STXM résolue en temps et ce dernier est montré dans la [Figure VI-4](#) sur le $[\text{Co/Ni}]_n$ et la [Figure VI-5](#) sur le CoFeB.



Figure VI-4. Image SEM d'un dispositif d'excitation des ondes de spin réalisé sur membrane pour un échantillon $[\text{Co/Ni}]_n$ de 50nm. Les dimensions de l'antenne sont de $1\mu\text{m} \times 100\text{nm}$, avec une épaisseur de SiO_2 égale à 40 nm.

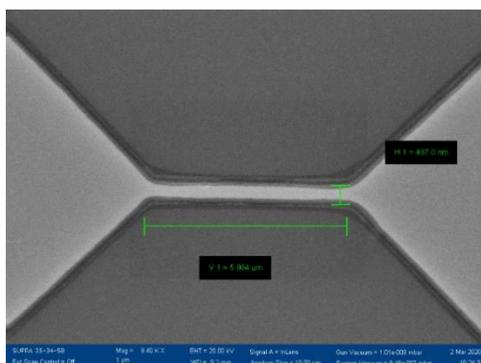


Figure VI-5. Image SEM d'un dispositif d'excitation des ondes de spin réalisé sur membrane pour un échantillon CoFeB de 135nm d'épaisseur.

<i>Etapes</i>	<i>Paramètres</i>
Dépôt SiO_2 par PVD	Cible Si. Puissance RF 100 W (cible 4'). Pression 0.006 mbar (Ar 20 sccm, O_2 20 sccm). Vitesse de dépôt 0.085 nm/s. Température substrat room température
Préparation de la membrane	Enduction PMMA-MA (S1813) sur un échantillon de Si à 500 tours/min pendant 10s, accélération de 500 rpm/s ² Recuit à 115°C sur plaque chauffante pendant 20 secondes
Enrésinement	Enduction PMMA-MA (ARP 617.06), 5000 tours/min pendant 90s, accélération de 7000 rpm/s ² Recuit à 180°C sur plaque chauffante pendant 5 minutes Enduction PMMA 2% (ARP 672.02), 5000 tours/min pendant 90s, accélération de 7000 rpm/s ² Recuit à 180°C sur plaque chauffante pendant 5 minutes

Lithographie électronique	Tension d'accélération : 20 kV ; Aperture : 30 μm ; Distance de travail : 9 mm Courant faisceau : 295,4 pA ; Dose : 100 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$; Step size : 0,0306 μm
Développement	Développeur MIBK: IPA 2:3 pendant 60s, et rinçage avec isopropanol (IPA) pendant 30s et séchage à l'Azote.
Dépôt Ta/Cu/Ta	Ta 3nm /Cu200nm /Ta 3nm
Lift-off	Acétone sans ultrasons. En remuant avec une pipette.

Tableau VI-1. Paramètres du procédé de nanofabrication des antennes.

3. Caractérisation électriques

3.1. Choix de l'antenne

Le premier test électrique a été mené sur un échantillon $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$ d'épaisseur totale égale à 50 nm. Pour ce test électrique, l'épaisseur de la couche isolante de SiO_2 a été fixée à 40 nm. La couche de $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$ a été déposée sur un substrat de silicium intrinsèque pour empêcher tout court-circuit par ce dernier. Trois longueurs d'antennes ont été choisies égales à 1, 5 et 20 μm pour une largeur fixée à 100 nm. La taille des pads de contacts a été fixée à 75 μm de largeur et à 75 μm de longueur. Une image de microscopie optique d'un des dispositifs testés est montrée dans la Figure VI-6. L'objectif est de déterminer les paramètres électriques de ces dispositifs. Plus spécialement, nous cherchons l'antenne qui présente la résistance électrique la plus adéquate à l'excitation des ondes de spin par respect du cahier de charges déjà détaillé dans la section VI.1.

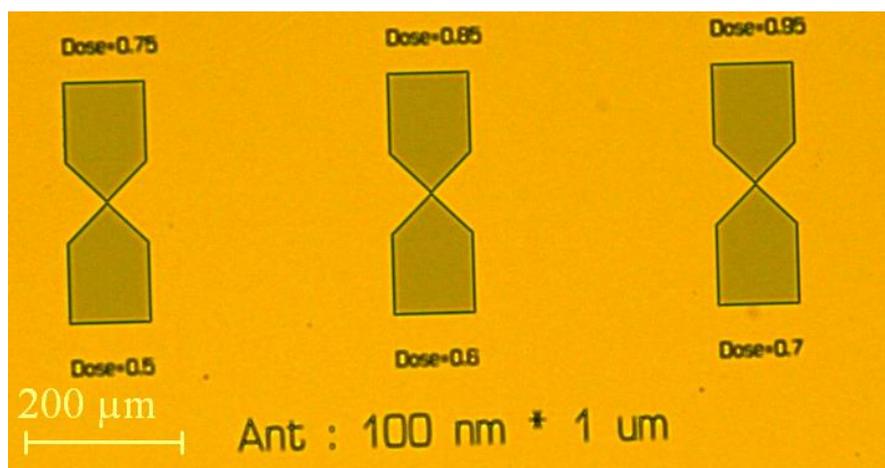


Figure VI-6. Imagerie par microscopie optique d'un exemple d'antenne mesurée lors des tests électriques.

Nous avons alors utilisé un analyseur de réseau vectoriel (VNA) de marque Agilent Technologies, E5061B. Ce dernier permet de générer une onde hyper fréquence de pulsation ω dans la gamme 10 MHz - 20 GHz au sein de l'échantillon à caractériser. Dans notre travail,

étant donnée la géométrie des dispositifs testés (dipôle électrique), nous mesurerons uniquement le coefficient de réflexion de l'onde de tension injectée, c'est-à-dire le paramètre S_{11} de la matrice des coefficients de réflexion et de transmission du VNA, autrement appelé matrice S . De cela, nous remontons à l'impédance du système, qui se calcule simplement par la relation :

$$Z_{11} = Z_0 + \frac{1+S_{11}}{1-S_{11}} \text{ avec } Z_{11} \in \mathbb{C}. \quad (\text{Eq VI.1})$$

Avec Z_0 l'impédance caractéristique du VNA, égale à 50 Ohm dans notre cas. Lors de la mesure, une onde hyper-fréquence de puissance 0 dBm (1 mW) est injectée au niveau de l'antenne à l'aide d'une sonde GS. Les contacts électriques sont pris sur les deux pads de contacts. Nous avons répété ces expériences pour une gamme de fréquences qui varie entre 10 MHz et 10 GHz. Un spectre $Z(f)$ est ainsi reconstruit à partir des résultats expérimentaux et l'utilisation de l'équation VI.1.

Pour extraire les paramètres électriques souhaités à partir du signal mesuré, nous entreprenons une modélisation électrique de l'antenne pour reproduire le spectre mesuré. Ce travail passe par la description des composants électriques que nous pensons avoir dans notre échantillon. Ainsi, nous jugeons avoir :

- Quand le transport de l'onde hyperfréquence se fait à travers l'antenne électrique. Cette dernière est naturellement synonyme d'une résistance électrique. De même la circulation du courant hyperfréquence induit un champ magnétique, qui est utilisé pour exciter la dynamique de l'aimantation de la couche ferromagnétique en dessous. De ce fait, il faut tenir compte de l'existence d'une auto induction (*self*).
- Une capacitance qui se crée entre les *pads* de contacts (Cu) et la couche métallique ferromagnétique $[\text{CoNi}]_n$ séparée par la couche isolante (SiO_2). La présence de cette capacité permet ainsi la circulation d'un courant hyper-fréquence dans la couche métallique ferromagnétique. Cette circulation d'un courant hyperfréquence implique donc aussi l'existence d'une inductance et d'une résistance de la couche ferromagnétique.

De cela, nous construisons le schéma électrique équivalent de notre système, comme ceci :

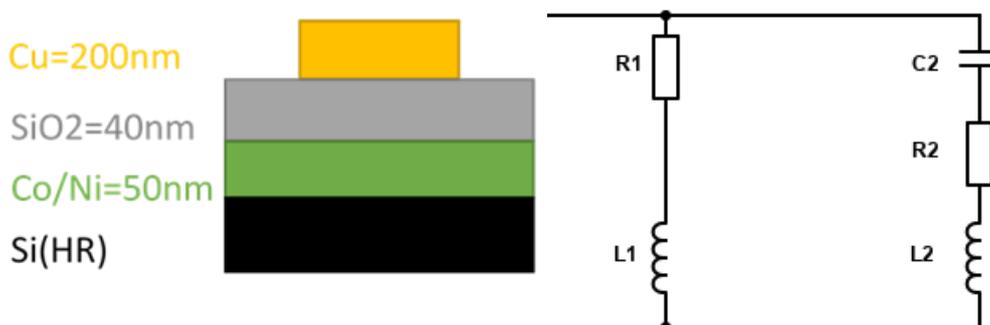


Figure VI-7. (a) Coupe verticale sur l'échantillon utilisé, (b) Schéma électrique équivalent.

Il est donc question d'une mise en parallèle des deux impédances $Z_1(R_1, L_1)$ et $Z_2(C_2, R_2, L_2)$. Les expressions de ces dernières sont respectivement

$$Z_1 = (R_1 + j L_1 \omega) \quad Z_2 = R_2 + j \left(\frac{-1}{C_2 \omega} + L_2 \omega \right)$$

Nous remontons à l'impédance équivalente du système, qui est égale à :

$$Z_{eq} = \frac{Z_1 Z_2}{Z_1 + Z_2} \quad (\text{Eq VI.2})$$

Qu'on sépare en sa partie réelle et imaginaire comme suit :

$$\text{Re}[Z_{eq}] = \frac{R_1 - 2C_2 L_2 R_1 \omega^2 + C_2^2 R_1^2 R_2 \omega^2 + C_2^2 L_1^2 R_2 \omega^4 + C_2^2 R_1 \omega^2 (R_2^2 + L_2^2 \omega^2)}{1 - 2C_2 (L_1 + L_2) \omega^2 + C_2^2 \omega^2 (R_1^2 + 2R_1 R_2 + R_2^2 + (L_1 + L_2)^2 \omega^2)} \quad (\text{Eq VI.3})$$

$$\text{Im}[Z_{eq}] = \frac{\omega (L_1 - 2C_2 L_1 L_2 \omega^2 + C_2 R_1^2 (-1 + C_2 L_2 \omega^2) + C_2 L_1^2 \omega^2 (-1 + C_2 L_2 \omega^2) + C_2^2 L_1 \omega^2 (R_2^2 + L_2^2 \omega^2))}{1 - 2C_2 (L_1 + L_2) \omega^2 + C_2^2 \omega^2 (R_1^2 + 2R_1 R_2 + R_2^2 + (L_1 + L_2)^2 \omega^2)} \quad (\text{Eq VI.4})$$

Nous utiliserons ces deux dernières équations pour ajuster les paramètres R_1, L_1 et C_2, R_2, L_2 préalablement estimées à partir de la géométrie et des matériaux utilisés dans le dispositif testé pour qu'ils permettent de reproduire au mieux le signal mesuré. Le résultat obtenu (Figure VI-8, Figure VI-9) décrit parfaitement le comportement électrique du dispositif. Cet exercice nous permet donc de remonter aux paramètres électriques de nos dispositifs, qu'on résume dans le Tableau VI-2, pour les 2 cas extrêmes, c'est-à-dire une longueur d'antennes égale à 1 et 20 μm .

Comme attendu, l'antenne d'un micron de longueur affiche la résistance la plus faible. Nous décidons donc de faire de cette géométrie notre premier choix lors de la mise en place du dispositif sur membranes. De plus, l'épaisseur de la couche isolante déposée donne naissance à une valeur de la capacité très adéquate avec notre besoin de travailler sur des fréquences assez faibles, typiquement entre quelques MHz et 4 à 5 GHz lors des expériences de STXM résolues en temps.

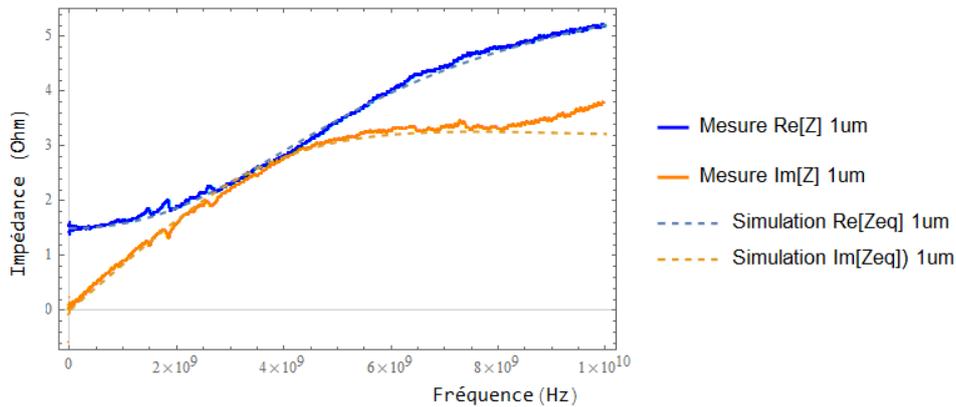


Figure VI-8. Spectre de l'impédance mesurée versus la fréquence de l'onde de tension utilisée pour une antenne de dimension 100 nm*1µm. L'ajustement du signal mesuré est réalisé en utilisant les équations VI.3 et VI.4

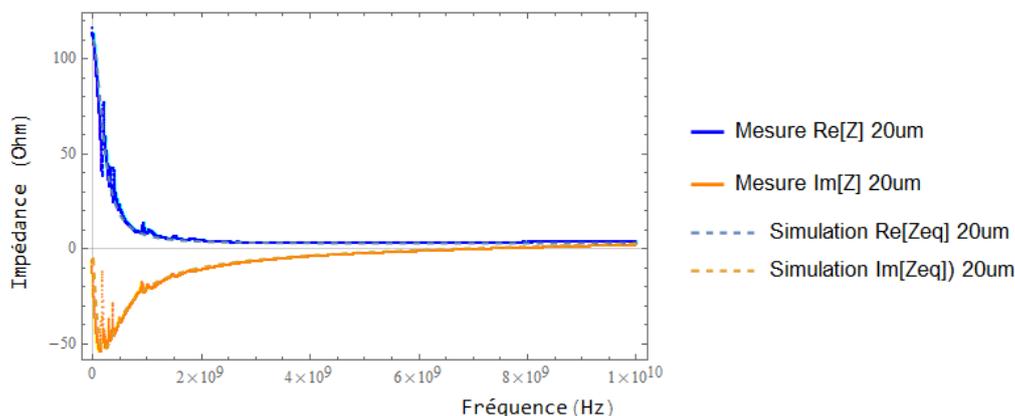


Figure VI-9. Spectre de l'impédance mesurée versus la fréquence de l'onde de tension utilisée pour une antenne de dimension (100 nm*20µm). L'ajustement du signal mesuré est réalisé en utilisant les équations VI.3 et VI.4

Entités	Valeurs	
	Longueur 1µm	Longueur 20µm
R_1	1.5 Ohm	110 Ohm
L_1	0.15 nH	1.4 nH
C_2	7 pF	7 pF
R_2	8 Ohm	8 Ohm
L_2	18 pH	80 pH

Tableau VI-2. Récapitulatif des valeurs des éléments nécessaires à l'ajustement du signal de l'impédance mesurée à l'aide des les équations VI.3 et VI.4.

3.2. Test de la puissance de claquage de l'antenne

Dans un second temps, l'antenne de plus faible résistance électrique a subi un test de tension de claquage. Dans cet exercice, nous avons utilisé un second VNA qui nous permet d'atteindre une fréquence de 40 GHz. Le principe reste le même que celui détaillé dans la partie 3. Dans cette mesure, la fréquence de travail est fixée et la caractéristique I(V) est mesurée à l'aide d'un programme LabVIEW. Cet exercice est répété pour des fréquences égales à 10, 20, 40 GHz et des puissances électriques allant de 0 à 20 dBm. Nous montrons le résultat de la mesure pour la puissance maximale pouvant être appliquée dans notre banc de mesure (20 dBm) avec les différentes fréquences utilisées. Les valeurs de résistance mesurées sont bien égales à celles déjà rapportées dans la première partie. De plus, l'antenne ne présente pas de claquage. Cette information est témoin de la robustesse de l'antenne.

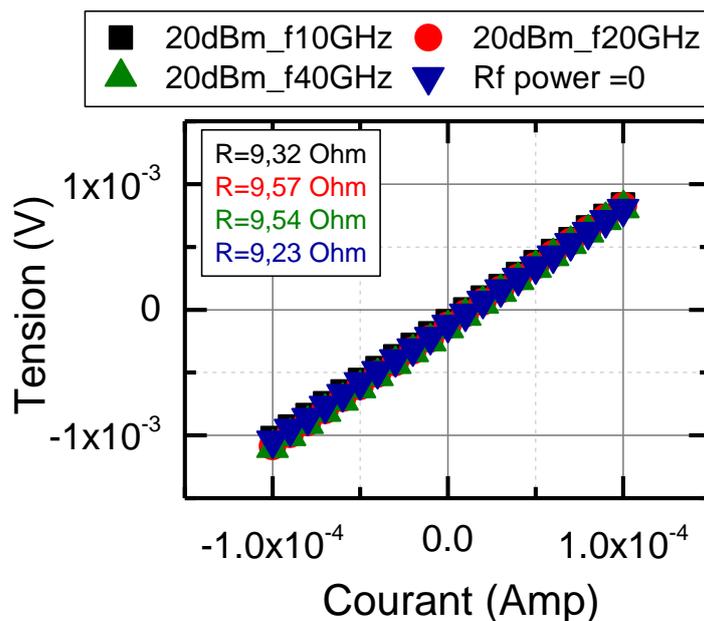


Figure VI-10. Caractéristique $I(V)$ pour les antennes à différentes fréquences d'excitation.

3.3. Test de résonance ferromagnétique

Pour s'assurer du couplage entre le champ magnétique hyper-fréquence créé par l'antenne et l'aimantation de la couche mince, nous avons réalisé des expériences de résonance ferromagnétique dans le mode uniforme de l'aimantation où le champ magnétique statique est appliqué perpendiculairement à la surface de l'échantillon. Cette expérience nous permet d'une part de valider le couplage antenne/échantillon mais également de s'assurer que les propriétés dynamiques de la couche magnétique sont inchangées après le processus de nanofabrication qu'a subi l'échantillon.

Un exemple de spectre de résonance ferromagnétique est donné dans la Figure VI-11 pour un échantillon $[\text{Co/Ni}]_n$ d'épaisseur totale égale à 50 nm. Dans cette expérience, le champ magnétique est fixe et un balayage en fréquence est réalisé. De cette mesure, on extrait la valeur de la fréquence de résonance f_r et de la largeur de raie Δf de cette résonance du système magnétique que l'on trace pour les différentes valeurs de champ magnétique statique appliqué (Figure VI-12). En utilisant les équations données dans les chapitres IV et V, nous remontons à partir de la courbe $f_r(H)$ directement à la valeur du facteur magnétique gyroscopique du matériau qu'on trouve identique à nos précédentes mesures présentées déjà dans le chapitre V ($\gamma/2\pi=30.2$ GHz/T). Nous avons également retrouvé à partir de la courbe $\Delta f(f)$ le facteur d'amortissement de Gilbert. Ce dernier est estimé à 2.2×10^{-2} , en adéquation avec celui déjà mesuré dans le chapitre V.

L'ensemble de ces mesures montre que l'on peut être optimiste sur les futures mesures dynamiques au STXM.

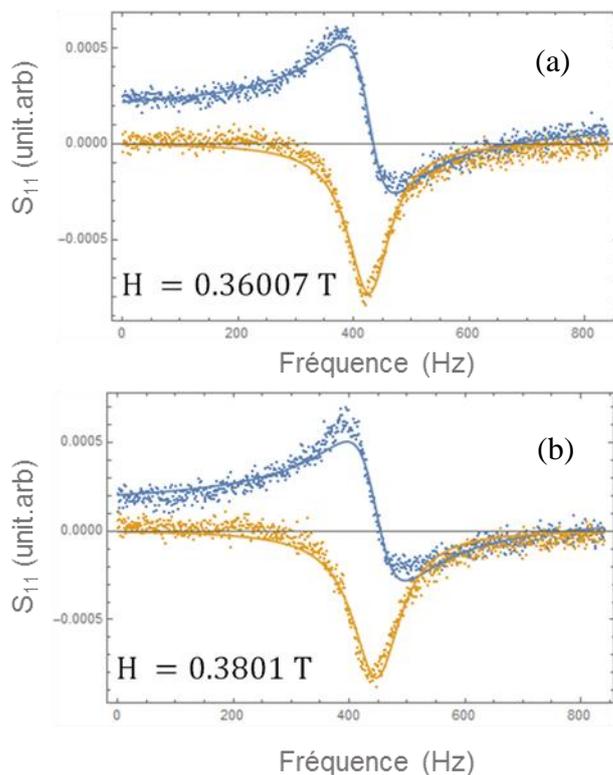


Figure VI-11. Exemples de spectres de résonance ferromagnétique pour un champ magnétique perpendiculaire d'amplitude égale à (a) 0.36 T et (b) 0.38 T.

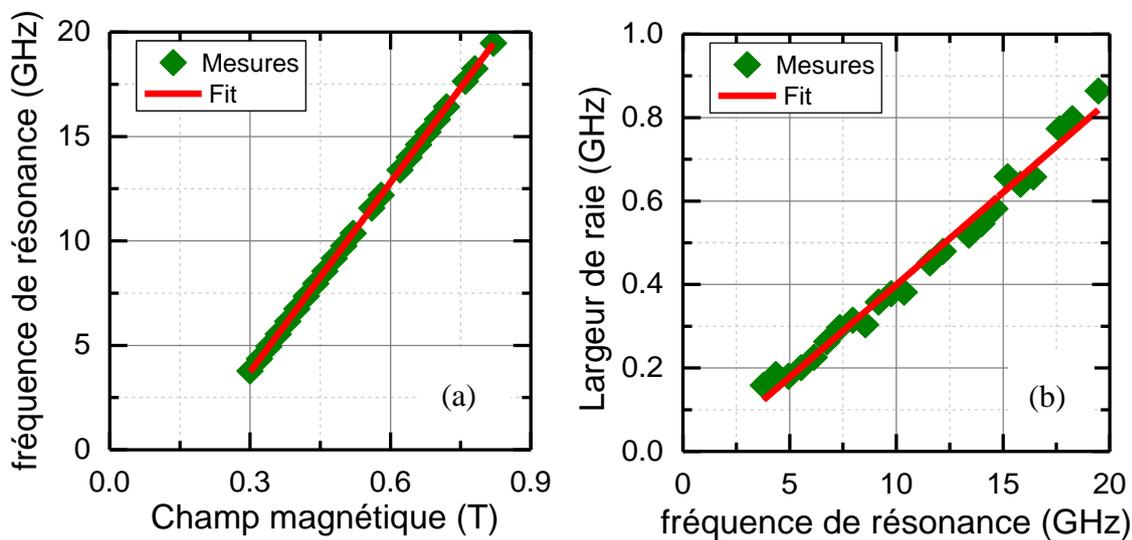


Figure VI-12. Echantillon $[Co/Ni]_n$ de 50 nm d'épaisseur totale excité par l'antenne intégrée à l'échantillon. (a) Evolution de la fréquence de résonance en fonction du champ magnétique appliqué perpendiculairement au plan de la couche $f_r(H)$; (b) Evolution de la largeur de raie $\Delta f(f)$ permettant la détermination du facteur d'amortissement.

3.4. Test électrique sur membranes

Après avoir testé nos exigences électriques sur des échantillons à film plein, nous avons reproduit le dispositif électrique sur membrane tel que montré déjà dans la Figure VI-4. Pour s'assurer de l'efficacité électrique de ces dernières, nous avons essayé de comparer la résistance électrique de l'antenne directement sur l'échantillon sur membrane. Vu la fragilité du dispositif, nous avons entrepris que des mesures en courant continu. La valeur retrouvée (7 Ohm) est proche de celle mesurée précédemment sur le dispositif élaboré sur substrat rigide (9 Ohm). Nous attestons donc de la conductivité électrique de l'antenne montée sur membrane.

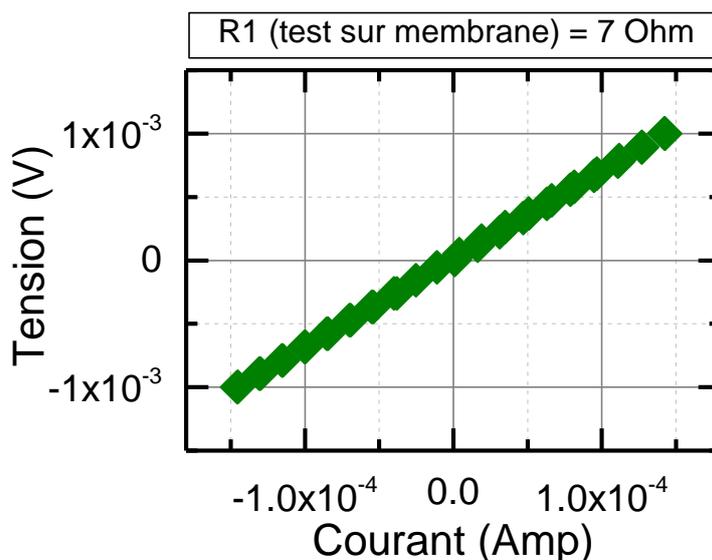


Figure VI-13. Variation de la tension mesurée sur une antenne en fonction du courant électrique appliqué, pour une antenne montée sur membrane.

4. Observation de la propagation d'ondes de spins dans les parois de domaines magnétiques par TR-STXM

Cette partie de mon travail de thèse a été fortement impacté par la conjoncture sanitaire qu'a traversé le monde. En effet, les expériences de STXM résolues en temps nécessitent l'accès à une ligne de lumière synchrotron, dans mon cas en Suisse, Allemagne ou Paris. En ce qui concerne les expériences prévues au synchrotron SOLEIL à Paris, elles nécessitaient non seulement l'accès à l'instrument mais aussi le développement de la technique. Ces deux raisons ont fait qu'aucune mesure n'a pas été faite, le développement de la technique nécessitant la venue d'un professeur américain sur la ligne. En ce qui concerne celles prévues à Bessy en Allemagne ou à SLS en Suisse n'ont pas pu être menées comme prévues. En effet, seuls deux jours de mesure ont pu être faits et de plus, elles ont été faites sans que je puisse m'y rendre, les déplacements entre pays n'étant pas autorisés. Nous avons donc envoyé des échantillons à nos collaborateurs S. Wintz et S. Mayr à PSI Suisse pour effectuer ces tests de faisabilité.

4.1. TR-STXM

Le TR-STXM repose sur l'utilisation du microscope STXM qui a déjà été présenté dans le chapitre III de cette thèse. Cependant pour pouvoir imager la dynamique de l'aimantation, nous utilisons le rayonnement synchrotron dans un mode de mesure *pump-probe* spécial. Ce mode consiste à exciter la dynamique de l'aimantation dans la couche magnétique en appliquant un courant hyper fréquence dans l'antenne. Ce dernier génère un champ magnétique hyper fréquence exerçant un couple dynamique sur la structure en domaines, entraînant la propagation des ondes de spin guidées dans les parois. Le train de pulses de rayons X du synchrotron, d'une résolution temporelle pouvant aller à 70 ps, est synchronisé avec le courant hyper fréquence pour suivre le déplacement spatial des ondulations de la structure.

Les deux matériaux, dont nous avons étudié les structures en domaines, ont été testés à l'aide de cette technique. Cela est rendu possible par le fait, qu'après une alternance du champ exciteur dynamique, la structure en domaines reprend sa configuration initiale puisque les domaines sont stables.

4.2. Tests réalisés sur le CoFeB

Le CoFeB est un matériau très magnétostrictif. Ainsi, lorsque son épaisseur augmente, il induit des contraintes très fortes dans le substrat sur lequel il est déposé. Alors que nous avons pu étudier le magnétisme du CoFeB jusqu'à des épaisseurs de 270 nm, il n'en a pas été de même sur les membranes. En effet, pour des épaisseurs supérieures à 150 nm, la membrane se casse au niveau des raccords avec le cadre rigide en Si épais (frame). Ainsi, des antennes n'ont pu être réalisées que sur des échantillons avec des épaisseurs de CoFeB de 135 nm.

Notre connaissance de la structure *Weak Stripes* nous renseigne dès le départ que la composante perpendiculaire de l'aimantation sera très faible puisque l'angle dans les *stripes* par rapport au plan de la couche diminue lorsque l'épaisseur de la couche diminue. Nous n'avons donc pas été très surpris par la mesure faite en STXM. Comme le montre la [Figure VI-14](#), les bandes de la structure *Weak Stripes* sont bien observées dans l'image XMCD mais le contraste est très faible. En tenant compte du niveau de bruit, il n'a pas été possible d'en tirer des images de dynamique.

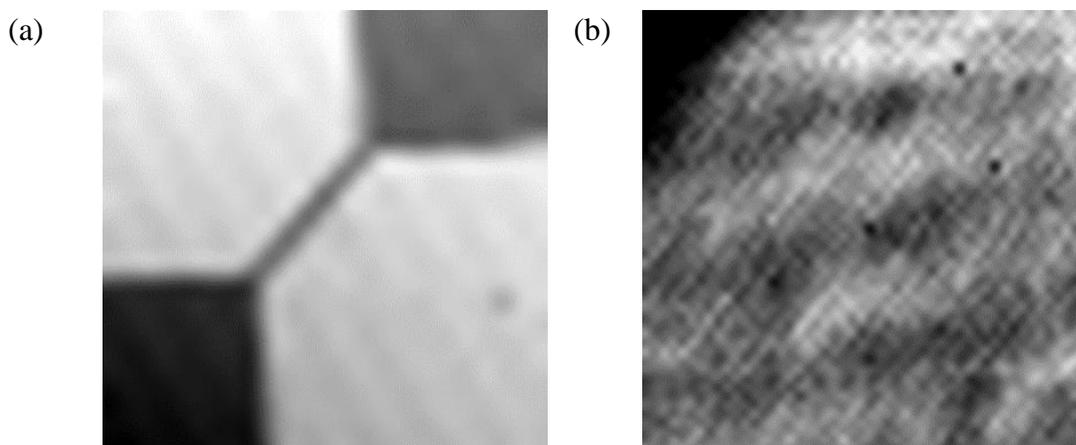


Figure VI-14. (a) Image STXM de taille égale à $50 \times 50 \mu\text{m}$, réalisée sur un échantillon CoFeB 135 nm au seuil du Co (b) Image XMCD ($4 \times 4 \mu\text{m}$) de la structure magnétique du même échantillon.

4.3. Tests réalisés sur le $[\text{Co/Ni}]_n$

Compte tenu du calendrier très serré des mesures, nous avons donc concentré nos efforts sur le système $[\text{Co/Ni}]_n$ de 50 nm d'épaisseur totale. Pour ce système, les premiers résultats sont plutôt encourageants. En effet, comme nous le voyons dans la [Figure VI-15](#), la structure en domaines est conservée dans la couche après l'ensemble des étapes technologiques et le contraste XMCD est d'amplitude suffisante pour permettre l'observation de la dynamique de la structure en domaines.

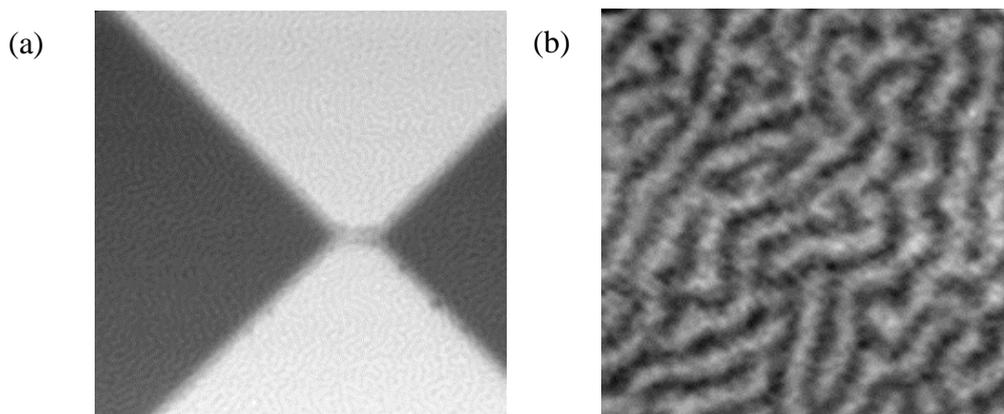


Figure VI-15. (a) Image STXM ($8 \times 8 \mu\text{m}$) réalisée sur un échantillon $[\text{Co/Ni}]_n$ 50 nm au seuil du Co, (b) Image XMCD ($2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$) de la structures en domaines du même échantillon.

Malencontreusement, les mesures qui suivent ont été réalisées sur une structure en domaines qui a été stabilisée en appliquant un champ dans le plan, sans prendre la précaution de réaliser une désaimantation. Comme nous l'avons évoqué dans le chapitre V, même dans le cas d'une désaimantation planaire, la structure en domaines est loin d'être aussi régulière que dans le CoFeB et des points de branchement peuvent exister. Ici, la situation est encore pire comme nous pouvons le voir dans la [Figure VI-15-b](#).

La [Figure VI-16](#) rapporte la modification de la structure en domaines lorsqu'un champ hyperfréquence est appliqué à la structure en domaines avec des amplitudes de fréquence croissante.

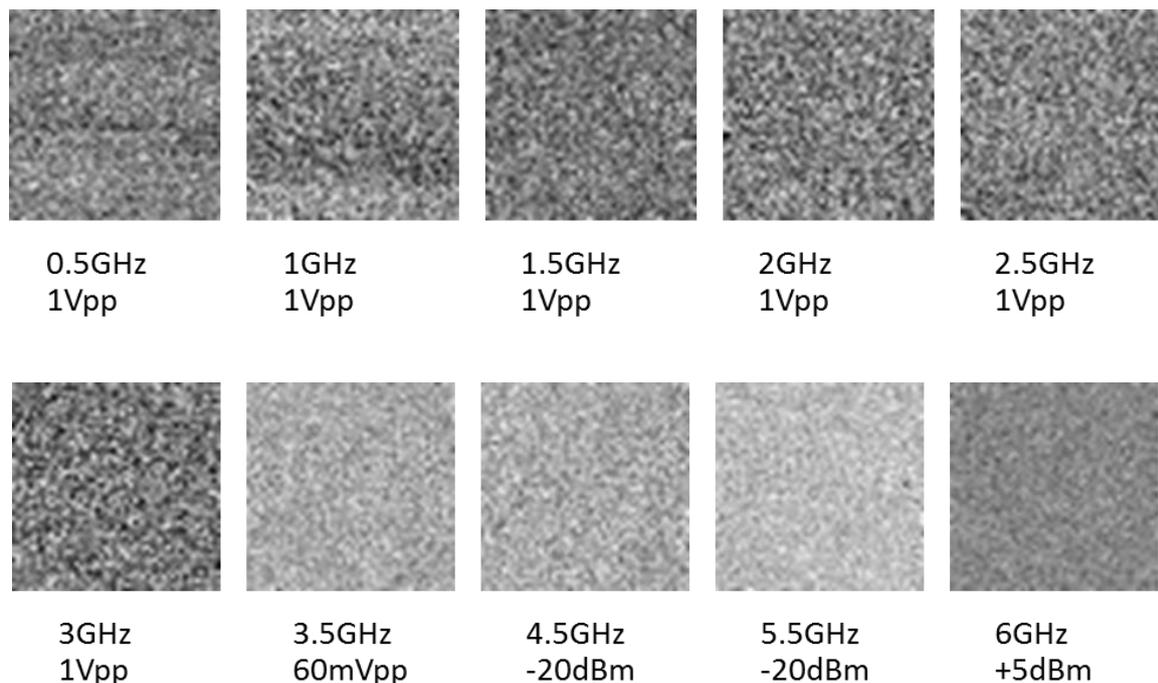


Figure VI-16. Mesure de la modification des structures en domaines sur un échantillon de $[Co/Ni]_n$ en fonction de la fréquence d'excitation, Scan de $2 \times 2 \mu m$.

Aucune dynamique n'a pas pu malheureusement être mise en évidence. Ce résultat peut être expliqué par deux effets. Le premier peut être dû au fait que la structure en domaines n'est pas assez régulière et qu'une désaimantation planaire doit être utilisée pour mieux définir la direction des bandes. Le second peut être lié à la méthode qui a été utilisée pour prendre le contact électrique sur les antennes. En effet, dans toutes les expériences que nous avons menées au laboratoire pour caractériser les antennes, une station sous pointes a été utilisée dans laquelle la pression des pointes sur les contacts est faible. Dans les expériences menées au synchrotron, le fil de contact a été microsoudé. Il est connu que si la pression exercée lors du soudage est trop forte, le fil peut transpercer l'isolant SiO_2 qui ne possède que 40 nm d'épaisseur. Ainsi, le courant hyperfréquence exciteur ne passe plus par l'antenne mais directement dans la couche magnétique. Pour éviter cela, nous aurions dû développer un procédé dans lequel une première étape aurait consisté à couper la couche magnétique en une nanostructure ainsi de reporter les contacts électriques de l'antenne en dehors de la couche magnétique. Percer l'isolant n'aurait alors pas eu un impact sur la circulation du courant. Cette nanostructuration aurait cependant eu d'autres impacts, comme la modification des configurations magnétiques dans la couche ou bien comme l'apparition de « coudes » dans la forme de l'antenne pouvant être le siège de points chauds de courant et donc d'endroit où l'antenne peut fondre.

La nanostructuration de la couche n'a donc pas été testée avec les antennes mais de nouveaux échantillons ont été réalisés en fin de thèse avec des *pads* de contact plus grands permettant une prise de contact à la laque d'argent. Cependant, ces échantillons n'ont pas pu être mesurés.

VII. *Conclusions et Perspectives*

Ce tapuscrit de thèse relate trois années de travaux de recherches menées dans le cadre d'une collaboration entre l'équipe Nano-Magnétisme et Electronique de spin de l'Institut Jean Lamour et la ligne Hermès du Synchrotron Soleil. Ce travail de recherche est également en étroite association au projet Swangate (Spin-WAVE Nanochannels for reprogrammable logic GATEs) financé par l'ANR dont Michel Hehn fût le coordinateur principal. L'objectif de Swangate était de réaliser des nouveaux dispositifs de l'électronique de spin reprogrammable pour la transmission de l'information. Le principe de fonctionnement de ces dispositifs est basé sur la propagation d'ondes de spin au sein de parois de domaines magnétiques ré-orientables. La réalisation de ce projet de recherche ambitieux a été confié à un consortium composé de trois équipes de recherches appartenant à trois unités de recherches différentes : le C2N (Paris-Scalay), l'IPCMS (Strasbourg) et l'Institut Jean Lamour (Nancy). Les partenaires du C2N et de l'IPCMS étaient principalement chargés des simulations et des mesures électriques hyper fréquences. Pour notre part, nous étions en charge de la partie associée au développement de matériaux ayant les propriétés adéquates à la réalisation des dispositifs.

Le chapitre I qui introduit de façon détaillée le contexte de mon travail de thèse est suivi par un chapitre contenant une étude bibliographique approfondie concernant les domaines magnétiques potentiellement présents au sein de films minces à anisotropie perpendiculaire. Cette étude bibliographique cible deux textures magnétiques pertinentes dans le cadre ce travail : les *Weak Stripes* et les *Strong Stripes*.

Dans le troisième chapitre j'ai décrit les principales techniques expérimentales utilisées pour effectuer mon travail de thèse en m'attardant plus particulièrement sur les principes de fonctionnement des trois méthodes de microscopie magnétiques (MFM, STXM et X-PEEM) qui m'ont permis de caractériser localement les structures en domaines magnétiques présentes dans mes échantillons.

Après ces trois chapitres d'ouverture, les résultats obtenus concernant les domaines magnétiques de type *Weak Stripes* dans les films de CoFeB et de type *Strong Stripes* dans les multicouches $[\text{Co/Ni}]_n$ sont rapportés respectivement dans les chapitres IV et V.

Finalement le chapitre VI rapporte les avancées faites au sujet de la fabrication des antennes nécessaires à l'excitation des ondes spin dans les parois de domaines magnétiques.

Dans la suite de ce bref chapitre, je consacre trois paragraphes à rappeler les principaux résultats obtenus ainsi qu'à proposer des perspectives ouvertes par ces travaux concernant les deux types textures magnétiques étudiées et la réalisation d'antennes hyper fréquences.

CoFeB & Weak Stripes

Nous avons dans un premier temps caractérisé les propriétés structurales et chimiques des films de CoFeB élaborés par PVD. Une analyse dans l'espace de Fourier d'images de microscopie électronique en transmission a montré la présence d'un anneau suggérant une structure amorphe avec une distance premiers voisins de 0.2nm. Aucun effet de contraintes pouvant expliquer l'origine d'une anisotropie soit planaire soit perpendiculaire présente au sein de nos couches n'a pu être mis en évidence par cette technique. Une étude poussée de diffraction de rayons X, par RMN (résonance magnétique nucléaire) ou par EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structures) pourrait être menée afin d'explorer plus en avant l'existence d'une anisotropie structurale et/ou chimique.

Une analyse chimique par EDS (spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie) nous a permis de déterminer la stœchiométrie de l'alliage en pourcentage atomique : Co 51% et Fe 49%. Les valeurs ainsi déterminées sont proches de la composition de la cible utilisée. Si la présence de Bore dans nos couches est avérée, sa concentration ne s'est pas révélée quantifiable malgré nos mesures complémentaires effectuées par EELS (Spectroscopie de perte d'énergie des électrons) et par SIMS (*Secondary Ion Mass Spectrometry*).

Les propriétés magnétiques de films de CoFeB ayant des épaisseurs comprises entre 100 et 270 nm ont été étudiés. Le passage d'un comportement « couche à aimantation planaire » à un comportement « *Weak Stripes* » au-delà d'une épaisseur de 126 nm est constaté. Nous avons mesuré un moment magnétique moyen à saturation pour l'alliage CoFeB de 1331 kA/m. Une détermination précise de cette valeur s'est révélée cruciale car elle a été utilisée pour déterminer les constantes d'anisotropie magnétique. Des mesures FMR nous ont permis de déterminer une constante d'échange égale à 17 pJ.m⁻³. Les constantes d'anisotropies planaire et perpendiculaire sont trouvées comme étant respectivement environ égales à 5 kJ.m⁻³ et 44 kJ.m⁻³. Nous avons mesuré des valeurs d'amortissement magnétique égales à 5.10⁻³ et 7.10⁻³ pour des épaisseurs de 180nm et 270nm. Ces valeurs sont proches des valeurs déjà reportées dans la littérature et très prometteuses pour la propagation guidée d'ondes de spin. Notre étude du comportement magnétique en fonction de la température entre 295 K et 30 K montre une disparition de la texture *Weak Stripes* en dessous de 200 K, température à laquelle l'aimantation du film bascule dans le plan. Ceci est attribué à une diminution de l'anisotropie magnétique perpendiculaire, ce qui est un comportement assez inhabituel. Un effet de magnétostriction pourrait être à l'origine ce comportement. Cette piste intéressante à suivre nécessiterait des mesures complémentaires et constitue une des perspectives de ce travail.

L'étude de la texture magnétique par microscopie de force magnétique quant à elle nous révélait la présence de bandes rectilignes sans défaut pour des surfaces aussi grandes que 50 µm x 50 µm, leur périodicité augmentant avec l'épaisseur de la couche. Cette tendance suit les prédictions d'un modèle développé par Murayama même si ce modèle tend à sous-estimer les valeurs de périodes acquises grâce aux expériences. Le comportement de cette texture magnétique lorsqu'un champ magnétique est appliqué dans le plan de l'échantillon selon deux directions orthogonales et pour différentes épaisseurs montre l'influence de l'existence d'une anisotropie magnétique planaire. Un modèle que nous avons développé met en exergue l'importance de prendre en compte les domaines de fermetures de flux magnétique associés à la formation des *Weak Stripes* en rendant compte des différents comportements observés. De plus, des mesures effectuées par STXM (*Scanning transmission X-Ray Microscopy*) sur la ligne Hermès du synchrotron Soleil nous ont permis de manière élégante et non reportée dans la littérature jusqu'à présent, d'obtenir un profil de variation spatiale de l'aimantation moyennée

dans l'épaisseur. Nos observations ont été comparées avec des calculs de configurations micro-magnétiques effectués par Daniel Stoeffler à l'IPCMS. Ces simulations corroborent nos mesures en montrant l'importance de l'anisotropie magnétique planaire ainsi que celle des domaines de fermeture de flux. Afin de visualiser de façon directe ces domaines de fermeture, nous avons alors mené une campagne d'X-PEEM (*X-ray photoemission electron microscopy*) sur la ligne Hermès. L'utilisation de cette technique de microscopie particulièrement sensible à la surface nous a permis d'imager pour la première fois la configuration magnétique de domaines de fermeture générée par une texture *Weak Stripes* tout en confirmant tout à fait les prédictions issues des simulations micro-magnétiques.

[Co/Ni]_n & Strong Stripes

Dans un premier temps, nous avons étudié les propriétés structurales de multicouches d'épaisseurs totales variant entre 10 et 200 nm via des mesures de diffraction de rayons X en configuration $\theta/2\theta$. Pour toutes les épaisseurs, les diffractogrammes ont révélé que les couches sont formées par un empilement parallèles à la surface de plans denses (111) de la phase fcc. Nous avons également pu observer qu'une augmentation de l'épaisseur s'accompagnait à la fois d'une diminution du paramètre de maille de la structure et d'un élargissement du pic de diffraction. Cet élargissement peut être attribué à deux phénomènes : une augmentation de la taille des grains et/ou à une augmentation de la mosaïcité. Des mesures complémentaires comme des rocking curves permettraient de différencier ces deux sources d'élargissement.

Ensuite, l'étude des propriétés magnétiques macroscopiques montrent que, sur toute la gamme d'épaisseurs étudiées, les cycles d'aimantation en fonction du champ magnétique sont similaires à ceux observés habituellement dans des matériaux à forte anisotropie magnétique perpendiculaire et suggèrent la stabilisation d'états magnétiques en bandes de type *Strong Stripes*. Une aimantation à saturation moyenne de 702 kA.m⁻¹ est mesurée. Si aux fortes épaisseurs les champs magnétiques de saturation et de nucléation sont parfaitement ajustables avec le modèle de Thiële, un écart est constaté aux basses épaisseurs. Les résultats des mesures FMR du mode d'échange montre que le coefficient d'amortissement magnétique se situe dans une fourchette comprise entre 10^{-2} et 8.8×10^{-3} . Cela place le [Co/Ni]_n dans les matériaux à aimantation perpendiculaire ayant les amortissements les plus petits. Ce matériau est donc un candidat très prometteur pour la propagation guidée d'ondes de spin dans des parois de domaines qui sont facilement orientables. Les prédictions de Garcia et al, les calculs micromagnétiques, qui font l'objet de la thèse de Matias Grassi, montrent qu'un guidage est possible dans ce matériau.

Puis, la texture magnétique de ces échantillons a fait l'objet d'une série d'observations par microscopie de force magnétique. Une configuration magnétique propre à des systèmes à forte anisotropie perpendiculaire est bien stabilisée. Les *Strong Stripes* sont orientables avec une histoire en champ magnétique adaptée. Cependant, par rapport aux structures *Weak Stripes*, différentes géométries peuvent être obtenues comme les bandes parallèles, les labyrinthes ou les bulles. Des domaines magnétiques plus larges sont observées dans les échantillons de faible épaisseur. Nous avons alors montré que la variation de la période des domaines magnétique en fonction de l'épaisseur s'ajustait parfaitement en utilisant le modèle développé par Gehano. Gardant à l'esprit notre but (réaliser des guides d'ondes de spin formés de parois de domaines)

nous avons alors cherché l'histoire en champ magnétique qui permettait d'obtenir la texture magnétique la plus "propre" (bandes rectilignes exemptes de points de branchement et de bulles résiduelles). L'histoire la plus adaptée est la désaimantation avec un champ appliqué dans le plan des couches. C'est donc cette histoire qui a été appliquée à toutes les couches pour faire une étude de la taille des domaines en fonction de l'épaisseur totale de la couche mais également pour qualifier la qualité de la structure en bandes stabilisée. Une analyse fine des structures en domaines nous a permis de quantifier le nombre de point de branchements ainsi que le nombre de bulles résiduelles pour chaque épaisseur. Le résultat que nous reportons est extrêmement surprenant puisque clairement un minimum de branchement est obtenu pour la couche de 50 nm d'épaisseur. A l'heure actuelle, nous n'avons pas trouvé d'explication à ce comportement. Par contre, c'est évidemment cette épaisseur que nous avons utilisée par la suite pour la réalisation des dispositifs pour la propagation guidée des ondes de spin.

L'identification de l'origine de ce minimum de branchement serait une perspective prioritaire. Une autre étude intéressante consisterait à identifier quel est le processus de fusion des bulles / bulles allongées lorsque le champ est appliqué dans le plan des couches. A l'aide du MFM, la configuration d'aimantation des centres de paroi ne peut pas être mesurée. Cela est possible à l'aide du STXM si des images haute résolution sont acquises.

Antennes

Les antennes hyper fréquences sont les briques finales du démonstrateur au cœur du projet Swangate et de ma thèse. Elles sont nécessaires à la démonstration du guidage des ondes spin dans les parois de domaines magnétiques. Elles permettront l'excitation des ondes de spin et potentiellement aussi leur détection.

Dans le but de réaliser des expériences de TR-STXM (*Time Resolved STXM*), il a alors été nécessaire d'effectuer un travail d'optimisation d'un procédé de nanofabrication sur membranes ainsi que des tests électriques pour vérifier les caractéristiques des antennes nanofabriquées. Il a fallu isoler électriquement les antennes des couches magnétiques et également s'assurer que le procédé de fabrication n'affecte pas les paramètres magnétiques des films minces. Le procédé de fabrication le plus adapté a consisté principalement à utiliser une étape de lithographie électronique nécessaire pour la définition d'un masque afin de réaliser le lift-off d'une couche de cuivre de 200 nm d'épaisseur.

Trois géométries différentes ont été testées électriquement. Elles se distinguent par leurs longueurs : 1, 5 et 20 μm . La largeur étant fixée à 100 nm. Des mesures d'impédance en fonction de la fréquence ont été effectuées. Afin d'extraire les paramètres électriques, nous avons alors modélisé les spectres mesurés. L'épaisseur de la couche isolante (40 nm de SiO_2) donne naissance à une valeur de capacité adéquate pour les fréquences que nous comptons utiliser pour l'excitation des ondes spin (de quelques MHz à 5GHz). L'antenne d'un micron de longueur présente la résistance la plus faible comme attendue. C'est elle que nous avons sélectionné pour la suite de notre étude. Des tests puissances de claquage nous ont permis de déterminer la puissance maximum qu'il était possible d'injecter sans détruire les antennes. Finalement, des mesures de FMR dans le mode uniforme de l'aimantation où le champ magnétique est perpendiculaire à la surface de l'échantillon nous ont permis de montrer un couplage entre le champ magnétique créé par l'antenne et l'aimantation du matériau. Nos antennes sont bien fonctionnelles !

Plusieurs échantillons sur membranes comprenant des antennes ont alors été réalisés sur la base du procédé de nanofabrication et des matériaux développés, et des expériences d'imagerie résolue en temps sur synchrotron ont pu débiter. Ces premières expériences ont montré qu'il est essentiel de prendre un soin particulier lors la manipulation des membranes et plus particulièrement lors de la prise de contact électrique sur nos antennes. De plus, les temps d'expériences prévus en 2020 ont fortement été perturbés par la crise sanitaire due au virus SARS Cov-2. Les conditions de réalisation de ces expériences étaient alors loin d'être idéales (e.g. absence d'un nombre critique d'utilisateur lors des mesures). Si jusqu'à présent aucun résultat de la dynamique de propagation des ondes de spin dans les parois de domaine n'a pu être obtenu malgré les quelques expériences déjà tentées, il y a fort à parier que la prolongation de l'effort initié permettra l'observation dynamique de la propagation d'ondes guidées dans les parois car les éléments essentiels à cette étude sont maintenant tous en place !

Références

- [1] ‘<http://www.itrs.net/Links/2013ITRS/2013Chapters/2013ERD.pdf>’ .
- [2] A. Khitun and K. L. Wang, ‘Non-volatile magnonic logic circuits engineering’, *Journal of Applied Physics*, vol. 110, no. 3, p. 034306, Aug. 2011, doi: 10.1063/1.3609062.
- [3] P. Pirro *et al.*, ‘Spin-wave excitation and propagation in microstructured waveguides of yttrium iron garnet/Pt bilayers’, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 104, no. 1, p. 012402, Jan. 2014, doi: 10.1063/1.4861343.
- [4] ‘Ligne à retard pour magnons dans un YIG micro-structuré contrôlé électroniquement’, *Agence nationale de la recherche*. <https://anr.fr/Projet-ANR-12-ASTR-0023>.
- [5] F. Garcia-Sanchez, P. Borys, R. Soucaille, J.-P. Adam, R. L. Stamps, and J.-V. Kim, ‘Narrow Magnonic Waveguides Based on Domain Walls’, *Phys. Rev. Lett.*, vol. 114, no. 24, p. 247206, Jun. 2015, doi: 10.1103/PhysRevLett.114.247206.
- [6] HUBERT, Alex et SCHÄFER, Rudolf., *Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures*. Springer Science & Business Media, 2008.
- [7] K. Vogt *et al.*, ‘Spin waves turning a corner’, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 101, no. 4, p. 042410, Jul. 2012, doi: 10.1063/1.4738887.
- [8] A. Hirohata *et al.*, ‘Review on spintronics: Principles and device applications’, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 509, p. 166711, Sep. 2020, doi: 10.1016/j.jmmm.2020.166711.
- [9] M. Hehn, S. Padovani, K. Ounadjela, and J. P. Bucher, ‘Nanoscale magnetic domain structures in epitaxial cobalt films’, *Physical Review B*, vol. 54, no. 5, pp. 3428–3433, Aug. 1996, doi: 10.1103/PhysRevB.54.3428.
- [10] M. Hehn *et al.*, ‘Nanoscale Magnetic Domains in Mesoscopic Magnets’, *Science*, vol. 272, no. 5269, pp. 1782–1785, Jun. 1996, doi: 10.1126/science.272.5269.1782.
- [11] V. Vlaminck and M. Bailleul, ‘Current-Induced Spin-Wave Doppler Shift’, *Science*, vol. 322, no. 5900, pp. 410–413, Oct. 2008, doi: 10.1126/science.1162843.
- [12] K. Wagner, A. Kákay, K. Schultheiss, A. Henschke, T. Sebastian, and H. Schultheiss, ‘Magnetic domain walls as reconfigurable spin-wave nanochannels’, *Nature Nanotechnology*, vol. 11, no. 5, pp. 432–436, May 2016, doi: 10.1038/nnano.2015.339.
- [13] E. Albisetti *et al.*, ‘Nanoscale spin-wave circuits based on engineered reconfigurable spin-textures’, *Communications Physics*, vol. 1, no. 1, pp. 1–8, Sep. 2018, doi: 10.1038/s42005-018-0056-x.
- [14] V. Sluka *et al.*, ‘Emission and propagation of 1D and 2D spin waves with nanoscale wavelengths in anisotropic spin textures’, *Nature Nanotechnology*, vol. 14, no. 4, pp. 328–333, Apr. 2019, doi: 10.1038/s41565-019-0383-4.
- [15] C. Liu *et al.*, ‘Current-controlled propagation of spin waves in antiparallel, coupled domains’, *Nat. Nanotechnol.*, vol. 14, no. 7, pp. 691–697, Jul. 2019, doi: 10.1038/s41565-019-0429-7.
- [16] de Lacheisserie, Etienne du Trémolet. *Magnétisme*. Vol. 2. EDP sciences, 2012.
- [17] B. D. Cullity and C. D. Graham, *Introduction to magnetic materials*, 2nd ed. Hoboken, N.J: IEEE/Wiley, 2009.
- [18] S. Chikazumi, C. D. Graham, and S. Chikazumi, *Physics of ferromagnetism*, 2nd ed. Oxford : New York: Clarendon Press ; Oxford University Press, 1997.

- [19] ‘Magnetostriction and the Effects of Stress’, in *Introduction to Magnetic Materials*, John Wiley & Sons, Ltd, 2008, pp. 241–273.
- [20] M. Hehn, ‘Elaboration, etude des proprietes structurales et magnetiques de couches et reseaux de plots submicroniques a base de cobalt’, These de doctorat, Strasbourg 1, 1997.
- [21] R. Allenspach, M. Stampanoni, and A. Bischof, ‘Magnetic domains in thin epitaxial Co/Au(111) films’, *Phys. Rev. Lett.*, vol. 65, no. 26, pp. 3344–3347, Dec. 1990, doi: 10.1103/PhysRevLett.65.3344.
- [22] C. Liu, E. R. Moog, and S. D. Bader, ‘Polar Kerr-Effect Observation of Perpendicular Surface Anisotropy for Ultrathin fcc Fe Grown on Cu(100)’, *Phys. Rev. Lett.*, vol. 60, no. 23, pp. 2422–2425, Jun. 1988, doi: 10.1103/PhysRevLett.60.2422.
- [23] D.-T. Ngo, D.-T. Quach, Q.-H. Tran, K. Møhave, T.-L. Phan, and D.-H. Kim, ‘Perpendicular magnetic anisotropy and the magnetization process in CoFeB/Pd multilayer films’, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 47, no. 44, p. 445001, Oct. 2014, doi: 10.1088/0022-3727/47/44/445001.
- [24] S. Ikeda *et al.*, ‘A perpendicular-anisotropy CoFeB–MgO magnetic tunnel junction’, *Nature Materials*, vol. 9, no. 9, pp. 721–724, Sep. 2010, doi: 10.1038/nmat2804.
- [25] N. Saito, H. Fujiwara, and Y. Sugita, ‘A New Type of Magnetic Domain Structure in Negative Magnetostriction Ni-Fe Films’, *J. Phys. Soc. Jpn.*, vol. 19, no. 7, pp. 1116–1125, Jul. 1964, doi: 10.1143/JPSJ.19.1116.
- [26] Y. Murayama, ‘Micromagnetics on Stripe Domain Films. I. Critical Cases’, *J. Phys. Soc. Jpn.*, vol. 21, no. 11, pp. 2253–2266, Nov. 1966, doi: 10.1143/JPSJ.21.2253.
- [27] Y. Murayama, ‘Micromagnetics on Stripe Domain Films. II’, *J. Phys. Soc. Jpn.*, vol. 23, no. 3, pp. 510–511, Sep. 1967, doi: 10.1143/JPSJ.23.510.
- [28] M. S. Cohen, ‘Anomalous Magnetic Films’, *Journal of Applied Physics*, vol. 33, no. 10, pp. 2968–2980, Oct. 1962, doi: 10.1063/1.1728545.
- [29] R. J. Spain, ‘Dense-banded domain structure in “rotatable anisotropy” permalloy films’, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 3, no. 11, pp. 208–209, Dec. 1963, doi: 10.1063/1.1753851.
- [30] T. Koikeda, K. Suzuki, and S. Chikazumi, ‘Electron-microscopic observation of “stripe” or “dense-banded” magnetic domains in nickel-rich permalloy films’, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 4, no. 9, pp. 160–162, May 1964, doi: 10.1063/1.1754013.
- [31] M. M. Hanson, D. I. Norman, and D. S. Lo, ‘STRIPE DOMAINS IN Ni-Fe FILMS WITH ZERO AND POSITIVE MAGNETOSTRICTION’, *Applied Physics Letters*, vol. 9, no. 3, pp. 99–100, Aug. 1966, doi: 10.1063/1.1754678.
- [32] A. V. Svalov *et al.*, ‘Structure and Magnetic Properties of Thin Permalloy Films Near the “Transcritical” State’, *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 46, no. 2, pp. 333–336, Feb. 2010, doi: 10.1109/TMAG.2009.2032519.
- [33] C. A. Ramos, E. Vassallo Brigneti, J. Gómez, and A. Butera, ‘Stripe domains in Permalloy films as observed by ferromagnetic resonance and magnetic force microscopy’, *Physica B: Condensed Matter*, vol. 404, no. 18, pp. 2784–2786, Oct. 2009, doi: 10.1016/j.physb.2009.06.090.
- [34] N. Amos *et al.*, ‘Magnetic force microscopy study of magnetic stripe domains in sputter deposited Permalloy thin films’, *Journal of Applied Physics*, vol. 103, no. 7, p. 07E732, Apr. 2008, doi: 10.1063/1.2835441.

- [35] J. McCord *et al.*, ‘Revisiting magnetic stripe domains — anisotropy gradient and stripe asymmetry’, *Journal of Applied Physics*, vol. 113, no. 7, p. 073903, Feb. 2013, doi: 10.1063/1.4792517.
- [36] W. Tee Soh, N. N. Phuoc, C. Y. Tan, and C. K. Ong, ‘Magnetization dynamics in permalloy films with stripe domains’, *Journal of Applied Physics*, vol. 114, no. 5, p. 053908, Aug. 2013, doi: 10.1063/1.4817767.
- [37] J. Ben Youssef, N. Vukadinovic, D. Billet, and M. Labrune, ‘Thickness-dependent magnetic excitations in Permalloy films with nonuniform magnetization’, *Physical Review B*, vol. 69, no. 17, May 2004, doi: 10.1103/PhysRevB.69.174402.
- [38] A. Sikora, M. Ozimek, and W. Wilczyński, ‘Nanosopic Investigation of Magnetic Thin Films by Means of Magnetic Force Microscopy Technique’, *Acta Physica Polonica A*, vol. 6, no. 129, pp. 1226–1229, 2016, doi: 10.12693/APhysPolA.129.1226.
- [39] Y. Talbi, P. Djemia, Y. Roussigné, J. BenYoussef, N. Vukadinovic, and M. Labrune, ‘Magnetic excitation in weak stripe domains: Ferromagnetic resonance and Brillouin light scattering studies’, *J. Phys.: Conf. Ser.*, vol. 200, no. 7, p. 072107, 2010, doi: 10.1088/1742-6596/200/7/072107.
- [40] J. Wei *et al.*, ‘Understanding stripe domains in Permalloy films via the angular dependence of permeability spectra’, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 432, pp. 245–249, Jun. 2017, doi: 10.1016/j.jmmm.2016.12.147.
- [41] F. Valdés-Bango, M. Vélez, L. M. Alvarez-Prado, J. M. Alameda, and J. I. Martín, ‘Magnetic stripes and holes: Complex domain patterns in perforated films with weak perpendicular anisotropy’, *AIP Advances*, vol. 7, no. 5, p. 056303, May 2017, doi: 10.1063/1.4973284.
- [42] A. Hierro-Rodriguez *et al.*, ‘Controlled nucleation of topological defects in the stripe domain patterns of lateral multilayers with perpendicular magnetic anisotropy’, *Physical Review B*, vol. 88, no. 17, p. 174411, 2013.
- [43] C. Blanco-Roldán *et al.*, ‘Nanoscale imaging of buried topological defects with quantitative X-ray magnetic microscopy’, *Nature Communications*, vol. 6, no. 1, Dec. 2015, doi: 10.1038/ncomms9196.
- [44] J. M. Guzmán, N. Álvarez, H. R. Salva, M. Vásquez Mansilla, J. Gómez, and A. Butera, ‘Abnormal temperature dependence of the coercive field in FePt thin films’, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 347, pp. 61–67, Dec. 2013, doi: 10.1016/j.jmmm.2013.07.037.
- [45] N. R. Álvarez, J. E. Gómez, A. E. Moya Riffo, M. A. Vicente Álvarez, and A. Butera, ‘Critical thickness for stripe domain formation in FePt thin films: Dependence on residual stress’, *Journal of Applied Physics*, vol. 119, no. 8, p. 083906, Feb. 2016, doi: 10.1063/1.4942652.
- [46] C. B. Craus, A. R. Chezan, M. H. Siekman, J. C. Lodder, D. O. Boerma, and L. Niesen, ‘Stripe domains in Fe–Zr–N nanocrystalline films’, *Journal of magnetism and magnetic materials*, vol. 240, no. 1–3, pp. 423–426, 2002.
- [47] Y. Lou *et al.*, ‘Analysis of magnetic anisotropy of FeCoAlON thin films by the domain structures’, *Materials Letters*, vol. 79, pp. 45–47, Jul. 2012, doi: 10.1016/j.matlet.2012.03.085.

- [48] D. Wu, T. Jin, Y. Lou, and F. Wei, ‘Understanding the dense stripe domains in soft magnetic film’, *Applied Surface Science*, vol. 346, pp. 567–573, Aug. 2015, doi: 10.1016/j.apsusc.2015.04.010.
- [49] K. Zheng *et al.*, ‘Magnetic properties and high frequency characteristics of FeCoAlON alloy films’, *Physica B: Condensed Matter*, vol. 466–467, pp. 26–30, Jun. 2015, doi: 10.1016/j.physb.2015.03.018.
- [50] Z. G. Sun, H. Kuramochi, M. Mizuguchi, F. Takano, Y. Semba, and H. Akinaga, ‘Magnetic properties and domain structures of FeSiB thin films’, *Surface Science*, vol. 556, no. 1, pp. 33–38, May 2004, doi: 10.1016/j.susc.2004.02.036.
- [51] M. Coisson, F. Vinai, P. Tiberto, and F. Celegato, ‘Magnetic properties of FeSiB thin films displaying stripe domains’, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 321, no. 7, pp. 806–809, Apr. 2009, doi: 10.1016/j.jmmm.2008.11.072.
- [52] A. K. Singh, B. Kisan, D. Mishra, and A. Perumal, ‘Thickness dependent magnetic properties of amorphous FeTaC films’, *Journal of Applied Physics*, vol. 111, no. 9, p. 093915, May 2012, doi: 10.1063/1.4710531.
- [53] M. Ghidini *et al.*, ‘Perpendicular Local Magnetization Under Voltage Control in Ni Films on Ferroelectric BaTiO₃ Substrates’, *Advanced Materials*, vol. 27, no. 8, pp. 1460–1465, Feb. 2015, doi: 10.1002/adma.201404799.
- [54] A. Asenjo, D. García, J. M. García, C. Prados, and M. Vázquez, ‘Magnetic force microscopy study of dense stripe domains in Fe-B/Co-Si-B multilayers and the evolution under an external applied field’, *Phys. Rev. B*, vol. 62, no. 10, pp. 6538–6544, Sep. 2000, doi: 10.1103/PhysRevB.62.6538.
- [55] S. Fin *et al.*, ‘Straight motion of half-integer topological defects in thin Fe-N magnetic films with stripe domains’, *Scientific Reports*, vol. 8, no. 1, Dec. 2018, doi: 10.1038/s41598-018-27283-7.
- [56] M. Granada *et al.*, ‘Magnetotransport properties of Fe_{0.8}Ga_{0.2} films with stripe domains’, *Phys. Rev. B*, vol. 94, no. 18, p. 184435, Nov. 2016, doi: 10.1103/PhysRevB.94.184435.
- [57] M. Barturen *et al.*, ‘Crossover to striped magnetic domains in Fe_{1-x}Ga_x magnetostrictive thin films’, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 101, no. 9, p. 092404, Aug. 2012, doi: 10.1063/1.4748122.
- [58] G. Dai, X. Xing, Y. Shen, and X. Deng, ‘Stress tunable magnetic stripe domains in flexible Fe₈₁Ga₁₉ films’, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 53, no. 5, p. 055001, Nov. 2019, doi: 10.1088/1361-6463/ab5464.
- [59] L.-A. Michez *et al.*, ‘Magnetic anisotropy and magnetic domain structure in C-doped Mn₅Ge₃’, May 2015, Available: <https://hal-amu.archives-ouvertes.fr/hal-01206141>.
- [60] A. V. Svalov, G. S. Kandaurova, and O. I. Bepal’ko, ‘Rotating anisotropy in Gd-Co amorphous films’, *Fizika Metallov i Metallovedenie*, vol. 80, no. 1, pp. 65–69, 1995.
- [61] S. Finizio *et al.*, ‘Thick permalloy films for the imaging of spin texture dynamics in perpendicularly magnetized systems’, *Physical Review B*, vol. 98, no. 10, Sep. 2018, doi: 10.1103/PhysRevB.98.104415.
- [62] H. A. Dürr *et al.*, ‘Chiral Magnetic Domain Structures in Ultrathin FePd Films’, *Science*, vol. 284, no. 5423, pp. 2166–2168, Jun. 1999, doi: 10.1126/science.284.5423.2166.

- [63] B. Pianciola *et al.*, ‘Magnetoresistance in Fe_{0.8}Ga_{0.2} thin films with magnetic stripes: The role of the three-dimensional magnetic structure’, *Phys. Rev. B*, vol. 102, no. 5, p. 054438, Aug. 2020, doi: 10.1103/PhysRevB.102.054438.
- [64] E. Dudzik *et al.*, ‘Influence of perpendicular magnetic anisotropy on closure domains studied with x-ray resonant magnetic scattering’, *Phys. Rev. B*, vol. 62, no. 9, pp. 5779–5785, Sep. 2000, doi: 10.1103/PhysRevB.62.5779.
- [65] A. Hubert, ‘Stray-Field-Free Magnetization Configurations’, *physica status solidi (b)*, vol. 32, no. 2, pp. 519–534, 1969, doi: 10.1002/pssb.19690320204.
- [66] C. Kittel, ‘Physical Theory of Ferromagnetic Domains’, *Rev. Mod. Phys.*, vol. 21, no. 4, pp. 541–583, Oct. 1949, doi: 10.1103/RevModPhys.21.541.
- [67] C. Kittel, ‘Theory of the Structure of Ferromagnetic Domains in Films and Small Particles’, *Phys. Rev.*, vol. 70, no. 11–12, pp. 965–971, Dec. 1946, doi: 10.1103/PhysRev.70.965.
- [68] O. V. Billoni, S. Bustingorry, M. Barturen, J. Milano, and S. A. Cannas, ‘Anisotropy-based mechanism for zigzag striped patterns in magnetic thin films’, *Phys. Rev. B*, vol. 89, no. 18, p. 184420, May 2014, doi: 10.1103/PhysRevB.89.184420.
- [69] B. Kaplan and G. A. Gehring, ‘The domain structure in ultrathin magnetic films’, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 128, no. 1, pp. 111–116, Nov. 1993, doi: 10.1016/0304-8853(93)90863-W.
- [70] R. Czech and J. Villain, ‘Instability of two-dimensional Ising ferromagnets with dipole interactions’, *J. Phys.: Condens. Matter*, vol. 1, no. 3, pp. 619–627, Jan. 1989, doi: 10.1088/0953-8984/1/3/013.
- [71] V. A. Zablotkii, K. V. Lamonova, and Y. A. Mamalui, ‘Frustrations in the system of bent domains of a thin magnetic film’, *Physica B: Condensed Matter*, vol. 205, no. 3, pp. 371–378, Mar. 1995, doi: 10.1016/0921-4526(94)00609-Y.
- [72] P. Sharma, H. Kimura, A. Inoue, E. Arenholz, and J.-H. Guo, ‘Temperature and thickness driven spin-reorientation transition in amorphous Co-Fe-Ta-B thin films’, *Physical Review B*, vol. 73, no. 5, Feb. 2006, doi: 10.1103/PhysRevB.73.052401.
- [73] P. Sharma, H. Kimura, and A. Inoue, ‘Observation of unusual magnetic behavior: Spin reorientation transition in thick Co-Fe-Ta-B glassy films’, *Journal of Applied Physics*, vol. 100, no. 8, p. 083902, Oct. 2006, doi: 10.1063/1.2359142.
- [74] A. Gayen, G. K. Prasad, S. Mallik, S. Bedanta, and A. Perumal, ‘Effects of composition, thickness and temperature on the magnetic properties of amorphous CoFeB thin films’, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 694, pp. 823–832, Feb. 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2016.10.066.
- [75] A. Gayen, R. Modak, A. Srinivasan, V. V. Srinivasu, and P. Alagarsamy, ‘Thickness dependent magneto-static and magneto-dynamic properties of CoFeB thin films’, *Journal of Vacuum Science & Technology A*, vol. 37, no. 3, p. 031513, May 2019, doi: 10.1116/1.5091675.
- [76] C. Das, S. Mohapatra, G. A. Vitthal, and P. Alagarsamy, ‘Magnetic properties of single-layer and multilayer structured Co₄₀Fe₄₀B₂₀ thin films’, *Thin Solid Films*, vol. 616, pp. 126–133, Oct. 2016, doi: 10.1016/j.tsf.2016.08.006.
- [77] C. Das and P. Alagarsamy, ‘Tuning the magnetic properties of stripe domain structured CoFeB films using stack structure with spacer layer thickness dependent interlayer

- coupling', *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 448, pp. 23–30, Feb. 2018, doi: 10.1016/j.jmmm.2017.06.062.
- [78] Z. Tang *et al.*, 'Thickness dependence of magnetic anisotropy and domains in amorphous Co₄₀Fe₄₀B₂₀ thin films grown on PET flexible substrates', *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 426, pp. 444–449, Mar. 2017, doi: 10.1016/j.jmmm.2016.11.122.
- [79] J.-V. Kim, M. Demand, M. Hehn, K. Ounadjela, and R. Stamps, 'Roughness-induced instability in stripe domain patterns', *Physical Review B*, vol. 62, no. 10, pp. 6467–6474, Sep. 2000, doi: 10.1103/PhysRevB.62.6467.
- [80] J. Brandenburg, R. Hühne, L. Schultz, and V. Neu, 'Domain structure of epitaxial Co films with perpendicular anisotropy', *Physical Review B*, vol. 79, no. 5, Feb. 2009, doi: 10.1103/PhysRevB.79.054429.
- [81] K. Chesnel *et al.*, 'Morphological stripe-bubble transition in remanent magnetic domain patterns of Co/Pt multilayer films and its dependence on Co thickness', *Physical Review B*, vol. 98, no. 22, Dec. 2018, doi: 10.1103/PhysRevB.98.224404.
- [82] L. Fallarino *et al.*, 'Control of domain structure and magnetization reversal in thick Co/Pt multilayers', *Phys. Rev. B*, vol. 99, no. 2, p. 024431, Jan. 2019, doi: 10.1103/PhysRevB.99.024431.
- [83] O. Hellwig, G. P. Denbeaux, J. B. Kortright, and E. E. Fullerton, 'X-ray studies of aligned magnetic stripe domains in perpendicular multilayers', *Physica B: Condensed Matter*, vol. 336, no. 1–2, pp. 136–144, Aug. 2003, doi: 10.1016/S0921-4526(03)00282-5.
- [84] K. Chesnel, A. Safsten, M. Rytting, and E. E. Fullerton, 'Shaping nanoscale magnetic domain memory in exchange-coupled ferromagnets by field cooling', *Nat Commun*, vol. 7, no. 1, pp. 1–8, Jun. 2016, doi: 10.1038/ncomms11648.
- [85] M. Hennes *et al.*, 'Laser-induced ultrafast demagnetization and perpendicular magnetic anisotropy reduction in a Co₈₈Tb₁₂ thin film with stripe domains', *arXiv:2006.11246 [cond-mat]*, Jun. 2020, Accessed: Nov. 02, 2020. [Online]. Available: <http://arxiv.org/abs/2006.11246>.
- [86] J.-U. Thiele, L. Folks, M. F. Toney, and D. K. Weller, 'Perpendicular magnetic anisotropy and magnetic domain structure in sputtered epitaxial FePt (001) L10 films', *Journal of Applied Physics*, vol. 84, no. 10, pp. 5686–5692, Nov. 1998, doi: 10.1063/1.368831.
- [87] G. van der Laan *et al.*, 'Magnetic anisotropy of aligned magnetic stripe domains in FePd studied by soft x-ray resonant magnetic scattering, magnetic force microscopy and micromagnetic modeling', *Superlattices and Microstructures*, vol. 34, no. 1, pp. 107–126, Jul. 2003, doi: 10.1016/j.spmi.2004.01.005.
- [88] M. Köhler *et al.*, 'Micromagnetic investigation of sub-100-nm magnetic domains in atomically stacked Fe(001)/Au(001) multilayers', *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 240, no. 1, pp. 79–82, Feb. 2002, doi: 10.1016/S0304-8853(01)00750-8.
- [89] M. Yamanouchi, A. Jander, P. Dhagat, S. Ikeda, F. Matsukura, and H. Ohno, 'Domain structure in CoFeB thin films with perpendicular magnetic anisotropy', *IEEE Magnetics Letters*, vol. 2, pp. 3000304–3000304, 2011.

- [90] S. R. Bakaul, W. Lin, and T. Wu, 'Engineering magnetic domains in manganite thin films by laser interference', *Appl. Phys. Lett.*, vol. 100, no. 1, p. 012403, Jan. 2012, doi: 10.1063/1.3673870.
- [91] Q. Li *et al.*, 'Patterning-Induced Ferromagnetism of Fe₃GeTe₂ van der Waals Materials beyond Room Temperature', *Nano Lett.*, vol. 18, no. 9, pp. 5974–5980, Sep. 2018, doi: 10.1021/acs.nanolett.8b02806.
- [92] P. Fischer, G. Schütz, G. Schmahl, P. Guttman, and D. Raasch, 'Imaging of magnetic domains with the X-ray microscope at BESSY using X-ray magnetic circular dichroism', *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, vol. 101, no. 3, pp. 313–316, Dec. 1997, doi: 10.1007/s002570050214.
- [93] K. Toyoki, T. Nishimura, S. Harimoto, Y. Shiratsuchi, and R. Nakatani, 'Magnetic domain wall energy in Ni/Co superlattices', *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 372, pp. 41–46, Dec. 2014, doi: 10.1016/j.jmmm.2014.07.046.
- [94] M. Seul and D. Andelman, 'Domain Shapes and Patterns: The Phenomenology of Modulated Phases', *Science*, vol. 267, no. 5197, pp. 476–483, Jan. 1995, doi: 10.1126/science.267.5197.476.
- [95] M. Seul and R. Wolfe, 'Evolution of disorder in magnetic stripe domains. I. Transverse instabilities and disclination unbinding in lamellar patterns', *Physical Review A*, vol. 46, no. 12, pp. 7519–7533, Dec. 1992, doi: 10.1103/PhysRevA.46.7519.
- [96] P. Molho, J. L. Porteseil, Y. Souche, J. Gouzerh, and J. C. S. Levy, 'Irreversible evolution in the topology of magnetic domains (invited)', *Journal of Applied Physics*, vol. 61, no. 8, pp. 4188–4193, Apr. 1987, doi: 10.1063/1.338473.
- [97] D. Sornette, 'Undulation instability in stripe domain structures of "bubble" material', *Journal de Physique*, vol. 48, no. 1, pp. 151–163, 1987, doi: 10.1051/jphys:01987004801015100.
- [98] C. Kooy, U. Enz. *Phil. Res. Rept.* 15, 1, 7 (1960).
- [99] V. Géhanno, Y. Samson, A. Marty, B. Gilles, and A. Chamberod, 'Magnetic susceptibility and magnetic domain configuration as a function of the layer thickness in epitaxial FePd(0 0 1) thin films ordered in the L1₀ structure', *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 172, no. 1, pp. 26–40, Aug. 1997, doi: 10.1016/S0304-8853(97)00089-9.
- [100] V. Géhanno, 'ANISOTROPIE MAGNETIQUE PERPENDICULAIRE DES COUCHES MINCES EPITAXIEES D'ALLIAGES ORDONNES FePd', Theses, Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 1997.
- [101] P. J. Grundy, D. C. Hothersall, G. A. Jones, B. K. Middleton, and R. S. Tebble, 'The formation and structure of cylindrical magnetic domains in thin cobalt crystals', *physica status solidi (a)*, vol. 9, no. 1, pp. 79–88, 1972, doi: 10.1002/pssa.2210090107.
- [102] A. A. Thiele, 'Theory of the Static Stability of Cylindrical Domains in Uniaxial Platelets', *Journal of Applied Physics*, vol. 41, no. 3, pp. 1139–1145, Mar. 1970, doi: 10.1063/1.1658846.
- [103] J. Gao, S. Tang, Y. Li, W. Xia, T. Tang, and Y. Du, 'The evolution of magnetic domain structure with magnetic history in amorphous film with perpendicular anisotropy', *Journal of Applied Physics*, vol. 112, no. 7, p. 073913, Oct. 2012, doi: 10.1063/1.4757039.

- [104] D. Jordán *et al.*, ‘Detection of magnetic moment in thin films with a home-made vibrating sample magnetometer’, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 456, pp. 56–61, Jun. 2018, doi: 10.1016/j.jmmm.2018.01.088.
- [105] A. Schwarz and R. Wiesendanger, ‘Magnetic sensitive force microscopy’, *Nano Today*, vol. 3, no. 1, pp. 28–39, Feb. 2008, doi: 10.1016/S1748-0132(08)70013-6.
- [106] O. Kazakova *et al.*, ‘Frontiers of magnetic force microscopy’, *Journal of Applied Physics*, vol. 125, no. 6, p. 060901, Feb. 2019, doi: 10.1063/1.5050712.
- [107] U. Hartmann, ‘Magnetic Force Microscopy’, *Annual Review of Materials Science*, vol. 29, no. 1, p. 53, Aug. 1999, doi: 10.1146/annurev.matsci.29.1.53.
- [108] ‘ASYMFMMHM-R2-Probes’
<https://afmprobes.asylumresearch.com/probes/asymfmhm.html>
- [109] ‘VFM3 Manual.pdf’. <https://afmhhelp.com/docs/manuals/mfp3dmanual.pdf>
- [110] ‘Wolfram Mathematica : le calcul technique et moderne’.
<https://www.wolfram.com/mathematica/>.
- [111] I. Horcas, R. Fernández, J. M. Gómez-Rodríguez, J. Colchero, J. Gómez-Herrero, and A. M. Baro, ‘WSXM: A software for scanning probe microscopy and a tool for nanotechnology’, *Review of Scientific Instruments*, vol. 78, no. 1, p. 013705, Jan. 2007, doi: 10.1063/1.2432410.
- [112] Y. Martin, C. C. Williams, and H. K. Wickramasinghe, ‘Atomic force microscope–force mapping and profiling on a sub 100-Å scale’, *Journal of Applied Physics*, vol. 61, no. 10, pp. 4723–4729, May 1987, doi: 10.1063/1.338807.
- [113] S. N. Magonov, V. Elings, and M.-H. Whangbo, ‘Phase imaging and stiffness in tapping-mode atomic force microscopy’, *Surface Science*, vol. 375, no. 2, pp. L385–L391, Apr. 1997, doi: 10.1016/S0039-6028(96)01591-9.
- [114] D. Rugar *et al.*, ‘Magnetic force microscopy: General principles and application to longitudinal recording media’, *Journal of Applied Physics*, vol. 68, no. 3, pp. 1169–1183, Aug. 1990, doi: 10.1063/1.346713.
- [115] R. Belkhou *et al.*, ‘HERMES: a soft X-ray beamline dedicated to X-ray microscopy’, *J Synchrotron Rad*, vol. 22, no. 4, pp. 968–979, Jul. 2015, doi: 10.1107/S1600577515007778.
- [116] D. F. Swinehart, ‘The Beer-Lambert Law’, *J. Chem. Educ.*, vol. 39, no. 7, p. 333, Jul. 1962, doi: 10.1021/ed039p333.
- [117] P. Fischer and H. Ohldag, ‘X-rays and magnetism’, *Rep. Prog. Phys.*, vol. 78, no. 9, p. 094501, Aug. 2015, doi: 10.1088/0034-4885/78/9/094501.
- [118] H. Wende, ‘Recent advances in x-ray absorption spectroscopy’, *Rep. Prog. Phys.*, vol. 67, no. 12, pp. 2105–2181, Oct. 2004, doi: 10.1088/0034-4885/67/12/R01.
- [119] D. Attwood, *Soft X-Rays and Extreme Ultraviolet Radiation: Principles and Applications*. Cambridge: Cambridge University Press, 1999.
- [120] J. Kirz, ‘Phase zone plates for x rays and the extreme uv’, *J. Opt. Soc. Am., JOSA*, vol. 64, no. 3, pp. 301–309, Mar. 1974, doi: 10.1364/JOSA.64.000301.
- [121] U. Wiesemann, ‘The Scanning Transmission X-Ray Microscope at BESSY II’, p. 128.
- [122] A. G. Michette, *Optical Systems for Soft X Rays*. Springer US, 1986.

- [123] J. Kirz and H. Rarback, ‘Soft x-ray microscopes’, *Review of Scientific Instruments*, vol. 56, no. 1, pp. 1–13, Jan. 1985, doi: 10.1063/1.1138464.
- [124] S. Gorelick, V. A. Guzenko, J. Vila-Comamala, and C. David, ‘Direct e-beam writing of dense and high aspect ratio nanostructures in thick layers of PMMA for electroplating’, *Nanotechnology*, vol. 21, no. 29, p. 295303, Jul. 2010, doi: 10.1088/0957-4484/21/29/295303.
- [125] S. El Moussaoui, ‘Etudes par microscopies en rayonnement synchrotron des propriétés structurales et magnétiques des couches minces et microstructures MnAs/GaAs(100)’, These de doctorat, Paris 7, 2009.
- [126] R. GmbH, ‘Software Reference Manual’, p. 1004.
- [127] M. J. Rooks and M. A. McCord, ‘Electron Beam Lithography’, pp. 139–250, Mar. 1997, doi: 10.1117/3.2265070.ch2.
- [128] F. Murai, ‘Fast proximity effect correction method using a pattern area density map’, *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 10, no. 6, p. 3072, Nov. 1992, doi: 10.1116/1.585931.
- [129] P. Li, ‘A Review of Proximity Effect Correction in Electron-beam Lithography’, *arXiv:1509.05169 [cond-mat]*, Sep. 2015, Accessed: Apr. 18, 2019. [Online]. Available: <http://arxiv.org/abs/1509.05169>.
- [130] ‘4Wave Ion Beam Etch’, *4Wave Inc.* <https://www.4waveinc.com/technology/ion-beam-etch/>.
- [131] O. Auciello, ‘Ion interaction with solids: Surface texturing, some bulk effects, and their possible applications’, *Journal of Vacuum Science and Technology*, vol. 19, no. 4, pp. 841–867, Nov. 1981, doi: 10.1116/1.571224.
- [132] E. C. Stoner and E. P. Wohlfarth, ‘A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys’, *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, vol. 240, no. 826, pp. 599–642, May 1948, doi: 10.1098/rsta.1948.0007.
- [133] T. Bitoh, A. Makino, and A. Inoue, ‘Origin of Low Coercivity of Fe-(Al, Ga)-(P, C, B, Si, Ge) Bulk Glassy Alloys’, *Materials Transactions*, vol. 44, no. 10, pp. 2020–2024, 2003, doi: 10.2320/matertrans.44.2020.
- [134] R. C. O’Handley, ‘Magnetostriction of transition-metal-metalloid glasses: Temperature dependence’, *Phys. Rev. B*, vol. 18, no. 2, pp. 930–938, Jul. 1978, doi: 10.1103/PhysRevB.18.930.
- [135] M. Grimsditch, E. E. Fullerton, and R. L. Stamps, ‘Exchange and anisotropy effects on spin waves in epitaxial Co films’, *Phys. Rev. B*, vol. 56, no. 5, pp. 2617–2622, Aug. 1997, doi: 10.1103/PhysRevB.56.2617.
- [136] A. Vansteenkiste, J. Leliaert, M. Dvornik, M. Helsen, F. Garcia-Sanchez, and B. Van Waeyenberge, ‘The design and verification of MuMax3’, *AIP Advances*, vol. 4, no. 10, p. 107133, Oct. 2014, doi: 10.1063/1.4899186.
- [137] L. D. Landau and E. M. Lifshitz, ‘Physique statistique’, *CERN Document Server*, 1984. <https://cds.cern.ch/record/247923>.

- [138] J. Steiner, R. Schäfer, H. Wiczoreck, J. McCord, and F. Otto, ‘Formation and coarsening of the concertina magnetization pattern in elongated thin-film elements’, *Phys. Rev. B*, vol. 85, no. 10, p. 104407, Mar. 2012, doi: 10.1103/PhysRevB.85.104407.
- [139] K. Ait Oukaci *et al.*, ‘Weak Stripe Angle Determination by Quantitative x-ray Magnetic Microscopy’, *Phys. Rev. Applied*, vol. 14, no. 2, p. 024083, Aug. 2020, doi: 10.1103/PhysRevApplied.14.024083.
- [140] R. P. Ferrier and I. B. Puchalska, ‘360° Walls and Strong Stripe Domains in Permalloy Films’, *physica status solidi (b)*, vol. 28, no. 1, pp. 335–347, 1968, doi: <https://doi.org/10.1002/pssb.19680280134>.
- [141] G. H. O. Daalderop, P. J. Kelly, and F. J. A. den Broeder, ‘Prediction and confirmation of perpendicular magnetic anisotropy in Co/Ni multilayers’, *Physical Review Letters*, vol. 68, no. 5, pp. 682–685, Feb. 1992, doi: 10.1103/PhysRevLett.68.682.
- [142] M. T. Johnson, J. J. de Vries, N. W. E. McGee, J. aan de Stegge, and F. J. A. den Broeder, ‘Orientational dependence of the interface magnetic anisotropy in epitaxial Ni/Co/Ni sandwiches’, *Phys. Rev. Lett.*, vol. 69, no. 24, pp. 3575–3578, Dec. 1992, doi: 10.1103/PhysRevLett.69.3575.
- [143] F. J. A. den Broeder, E. Janssen, W. Hoving, and W. B. Zeper, ‘Perpendicular magnetic anisotropy and coercivity of Co/Ni multilayers’, *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 28, no. 5, pp. 2760–2765, Sep. 1992, doi: 10.1109/20.179619.
- [144] C. Vautrin, ‘Electronic spin precession in all solid state magnetic tunnel transistor’, p. 241.
- [145] M. Arora *et al.*, ‘Magnetic properties of Co/Ni multilayer structures for use in STT-RAM’, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 50, no. 50, p. 505003, Nov. 2017, doi: 10.1088/1361-6463/aa97fa.
- [146] S. Andrieu *et al.*, ‘Co/Ni multilayers for spintronics: High spin polarization and tunable magnetic anisotropy’, *Phys. Rev. Materials*, vol. 2, no. 6, p. 064410, Jun. 2018, doi: 10.1103/PhysRevMaterials.2.064410.
- [147] A. A. Subhi and R. Sbiaa, ‘Control of magnetization reversal and domain structure in (Co/Ni) multilayers’, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 489, p. 165460, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.jmmm.2019.165460.
- [148] M. W. Muller, ‘Distribution of the Magnetization in a Ferromagnet’, *Phys. Rev.*, vol. 122, no. 5, pp. 1485–1489, Jun. 1961, doi: 10.1103/PhysRev.122.1485.
- [149] O. Hellwig, A. Berger, J. B. Kortright, and E. E. Fullerton, ‘Domain structure and magnetization reversal of antiferromagnetically coupled perpendicular anisotropy films’, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 319, no. 1, pp. 13–55, Dec. 2007, doi: 10.1016/j.jmmm.2007.04.035.
- [150] S. Okamoto, N. Kikuchi, O. Kitakami, T. Miyazaki, Y. Shimada, and K. Fukamichi, ‘Chemical-order-dependent magnetic anisotropy and exchange stiffness constant of FePt (001) epitaxial films’, *Phys. Rev. B*, vol. 66, no. 2, p. 024413, Jul. 2002, doi: 10.1103/PhysRevB.66.024413.

Liste des figures

- Figure I-1. a) Profil SW généré par le champ micro-ondes à 5 GHz localisé sous l'antenne (jaune). La fréquence d'excitation est inférieure à l'écart des modes SW du domaine. On peut voir que les SW excités sont confinés à l'intérieur des DW ; b) Simulations d'une bande ferromagnétique incurvée de 200 nm de large et de 1 nm d'épaisseur. La bande est séparée en trois domaines, deux vers en bas (noir) et un vers le haut (blanc). Les deux DW qui sont ici de type Néel, apparaissent en rose et vert. Tirée de [5]. 14
- Figure I-2. Dispositif à propagation d'ondes de spin véhiculées dans les parois de domaines magnétiques. L'antenne de gauche excite l'onde de spin. Cette dernière est véhiculée jusqu'à l'antenne réceptrice à droite dans le cas « ON » alors que dans le cas « OFF », le canal de propagation des ondes n'est pas connecté à l'antenne réceptrice. 14
- Figure I-3. Relation entre la constante d'anisotropie effective, K_{eff} , et le coefficient d'amortissement α . Tirée de [8]. 15
- Figure I-4. (a) Structure strong stripes obtenue dans une couche unique de Co à anisotropie perpendiculaire (b) Variation de la période des domaines avec l'épaisseur de la couche. Tirées de [9]. 16
- Figure I-5. A gauche, b) une image MEB de la structure en NiFe étudiée et de l'antenne micro-ondes pour l'excitation externe de la dynamique de spin. Encadré (en bas à droite) : balayage du champ magnétique utilisé pour initialiser la configuration des domaines ; c) Le contraste noir-blanc de l'image de microscopie Kerr confirme la formation d'une structure en domaines de type Landau. A droite, distribution bidimensionnelle de l'intensité des ondes de spin mesurée par BLS et se propageant le long du nanocanal formé par la paroi de domaines au centre du guide d'onde. Tirées de [12]. 17
- Figure I-6. Texture de spin à l'échelle nanométrique imprimée par l'intermédiaire d'un chauffage local d'une bicouche ferromagnétique/antiferromagnétique sous champ magnétique. Tirée de [13]. 17
- Figure I-7. Images de microscopie à rayons X à transmission par balayage à résolution temporelle normalisée (STXM) montrant la propagation d'ondes de spin localisée le long d'une paroi de Néel à 180° droite (ligne du haut) et d'une paroi de Néel à 180° parabolique (ligne du bas), respectivement. La fréquence du courant d'excitation était de 1,28GHz (1,11GHz) pour la paroi droite (courbe). Tirées de [13]. 18
- Figure I-8. Ondes de spin dans une paroi de domaines dans une couche de NiFe excitée à (a) 0,52 et (b) 0,26 GHz. Tirées de [14]. 18
- Figure I-9. Structures en domaines sous forme de bandes et spectres d'ondes de spin mesurés par un VNA. a) Croquis d'un film mince de LSMO avec des domaines up (rouge) et down (bleu). Les antennes sont intégrées sur le dessus pour exciter et détecter les ondes de spin. Le vecteur d'onde de spin k est parallèle aux bandes des domaines. b) Textures magnétiques dans la section transversale de la paroi du domaine provenant de simulations micromagnétiques. c) Une image de microscopie électronique en transmission en champ sombre du LSMO déposée sur le substrat du LAO (Barre d'échelle, 1 nm). d) Image MFM de la structure en domaines en champ nul. e) Section de la structure en domaines qui donne une largeur de domaine de 90 nm et une largeur de la paroi de domaines de 20 nm. f) Spectres de transmission codés en couleur S_{21} mesurés comme la partie imaginaire de l'AVN sur le dispositif montré en a). g) Un spectre d'onde de spin unique extrait à champ magnétique nul. Tirées de [15]. 19
- Figure I-10. Contrôle de la propagation des ondes de spin par rotation de la structure en domaines sous forme de bandes. a-d, imagerie MFM d'un film LSMO avec différentes

orientations des bandes 0° (a), 30° (b), 45° (c) et 90° (d). e-h, Spectres de transmission des ondes de spin S21 à champ magnétique nul avec $\theta = 0^\circ$ (e), 30° (f), 45° (g) et 90° (h). θ est défini comme l'angle entre le vecteur d'onde k et le champ magnétique externe utilisé pour aligner les bandes de domaine. (j), Amplitude de transmission de l'onde de spin en fonction de θ . (k), Fréquence de l'onde de spin f en fonction de θ . Les barres d'erreur sont basées sur l'incertitude de la détermination de la fréquence. Tirées de [15]...... 19

Figure II-1. Système de coordonnées utilisé durant cette thèse. 23

Figure II-2. Rotation de l'aimantation à l'intérieur d'une paroi (a) de type Bloch (b) et de type Néel. Tirée de [6]. 26

Figure II-3. Illustration des différentes configurations magnétiques en fonction de l'épaisseur. (a) aimantation perpendiculaire, (b) aimantation planaire, (c) configuration en Weak Stripes, (d) configuration en Strong Stripes. 29

Figure II-4. Cycle d'aimantation typique d'une structure en domaines Weak Stripes. 31

Figure II-5. Evolution de l'épaisseur critique normalisée pour l'apparition d'une structure magnétique en WS en fonction du facteur de qualité Q pour différentes valeurs du champ magnétique planaire. Tirée de [6]. 33

Figure II-6. (a) Illustration de la structure magnétique considérée. (b) Evolution de la taille des domaines magnétiques en fonction de l'épaisseur pour les 3 configurations magnétiques telles que calculée par Murayama. Tirées de [26]. 35

Figure II-7. (a) Image MFM d'un échantillon FeGa affichant une structure WS avec des stripes qui ondulent, tirée de [57]. (b) Représentation de la distribution de charges magnétiques dans une configuration WS avec les stripes qui ondulent. Tirée de [71]. 36

Figure II-8. Géométrie et principe de mesure de l'angle de l'aimantation dans des échantillons NdCo5 réalisé par Blanco et al en utilisant un Microscope à Transmission à Rayons X. Tirées de [43]. 37

Figure II-9. (a) Image MFM d'un échantillon CoFeTaB d'épaisseur égale à 650 nm affichant une structure WS. Tirée de [73] ; (b) Image MFM d'un échantillon CoFeB 150 nm déposé sur un substrat flexible, tirée de [78]. 39

Figure II-10. Evolution de la forme des cycles d'aimantation pour des échantillons affichant une structure en WS en fonction de la température (a) CoFeTaB (650 nm). Tirée de [73]; (b) CoFeB 200 nm. Tirée de [74]. 39

Figure II-11. Vue de côté d'une texture magnétique type Strong Stripes. Les flèches blanches représentent la direction de l'aimantation dans les domaines. 40

Figure II-12. Configuration en domaines magnétiques dans le cas des fortes anisotropies. 41

Figure II-13. Taille des domaines en fonction de l'épaisseur du film magnétique lorsque l'aimantation est perpendiculaire au plan du film dans toute la gamme d'épaisseur. Tirée de [100]. 43

Figure II-14. Cycle d'aimantation typique de la présence d'une configuration magnétique en Strong Stripes avec le champ appliqué perpendiculairement au plan de la couche. 44

Figure II-15. (a) Cliché de microscopie Lorentz de bulles magnétiques en présence d'un champ magnétique perpendiculaire, (b) représentation de la structure en domaines. Tirées de [101]. 45

Figure II-16. Systèmes de coordonnées et configuration magnétique tels que traités dans [101].	46
Figure II-17. Cycle d'aimantation planaire propre d'une configuration magnétique en SS. ...	48
Figure II-18. Images de microscopie à force magnétique du comportement des domaines magnétiques en SS en présence d'un champ magnétique planaire d'intensité égale à : (a) 0 T (b) 0.1 T (c) 0.2 T (d) 0.3 T. Tirées de [103].	48
Figure III-1. Principe de fonctionnement de la pulvérisation cathodique.	51
Figure III-2. Banc de pulvérisation ultravide à l'IJL – Nancy.	52
Figure III-3. Le sas avec son ascenseur permettant de charger 5 masques ou 5 portes échantillons.	52
Figure III-4. Intérieur de l'enceinte de dépôt du bâti de pulvérisation cathodique.	53
Figure III-5. (a) Cellule d'évaporation par effet Joule (cellule de Knudsen). (b) Schéma de principe d'un canon à électrons (Tirés du cours NanoScience – Polytech Nancy – M. Hehn).	54
Figure III-6. Evaporateur du CC Minalor à l'IJL.	54
Figure III-7. Principe de fonctionnement de base d'un VSM. Tirée de [104].	55
Figure III-8. Banc de transport sous champ magnétique utilisé pour les mesures d'anisotropie de magnétorésistance.	56
Figure III-9. Microscope de force magnétique MFP3D Asylum Research installé à l'Institut Jean Lamour.	57
Figure III-10. Image SEM d'une sonde magnétique de type ASY-MFM-HM-R2. A gauche, un cantilever d'une longueur de 240µm, largeur=35µm et d'épaisseur=3µm. A droite, un zoom sur la pointe MFM ayant une hauteur de 12.5µm et la couche magnétique de 100nm d'épaisseur est composée de CoCr. Tirée de [107].	58
Figure III-11. Principe de détection de la vibration ou déformation du levier.	58
Figure III-12. A gauche, image de dessus du dispositif d'application de champ magnétique. A droite, illustration de l'arrangement des pôles magnétiques en configuration planaire montrant l'emplacement de la sonde de Hall et les lignes de champ issues du circuit magnétique (vue de coté). Tirées de [109].	59
Figure III-13. Un exemple de macro qui permet de réaliser un cycle d'images MFM sous champ magnétique en variant de manière progressive, sans la présence l'opérateur, l'intensité du champ magnétique appliqué.	60
Figure III-14. Schéma du principe du lift mode lors d'expériences d'imagerie magnétique par MFM réalisé dans le mode 'tapping'. Tirée de [106].	61
Figure III-15. Signaux MFM calculés à l'aide des équations III-14 et III-16. A gauche, image bidimensionnelle. A droite, coupe perpendiculaire aux parois. Cas de 2 parois espacées de 750 nm.	63
Figure III-16. Signaux MFM calculés à l'aide des équations III-14 et III-16. A gauche, image bidimensionnelle. A droite, coupe perpendiculaire aux parois. Cas de multiples parois espacées de 150nm.	64
Figure III-17. A gauche, principe de la mesure en transmission ; Au centre, transition entre 2 niveaux d'énergie pour un électron si l'énergie des photons $h\omega$ est égale à la différence	

d'énergie entre les deux niveaux ; A droite, intensité transmise et mise en évidence de pics d'absorption. Tirées de [117].	65
Figure III-18. Description schématique des transitions dépendantes de l'hélicité aux seuils L2,3 d'un métal de transition 3d. Par excitation avec des rayons X polarisés circulairement des états 2p initiaux, des photoélectrons polarisés en spin sont créés. La densité d'états d agit comme un détecteur de spin sensible. Tiré de [118].	66
Figure III-19. Schéma de principe du STXM de la ligne de lumière HERMES à SOLEIL (https://www.synchrotron-soleil.fr/fr/lignes-de-lumiere/hermes).	67
Figure III-20. Détails de l'instrumentation autour de l'échantillon.	68
Figure III-21 : Lentille de Fresnel. A gauche, vue de face. A droite, vue de côté. Tirées de [121].	68
Figure III-22 : Une photo de la manip STXM avec ses différents éléments.	70
Figure III-23. Figure de principe du X-PEEM.	71
Figure III-24. Schéma de la procédure de nanofabrication des nanostructures magnétiques.	72
Figure III-25 : Dessin des motifs réalisés par lithographie électronique. A gauche, barreaux de [Co/Ni] _n . A droite, plots de CoFeB.	73
Figure III-26 : Images de microscopie optique des formes définies dans la résine. A gauche, formes définies dans la résine au-dessus d'une multicouche [Co/Ni] _n . A droite, formes définies dans la résine au-dessus d'une couche unique de CoFeB. Image après développement.	74
Figure III-27. Schéma de la réalisation d'un profil « casquette ».	74
Figure III-28. Schéma de la réalisation d'un profil « casquette ».	75
Figure III-29. Schéma de la procédure de développement du masque de gravure en Ti.	76
Figure III-30. Evolution de l'épaisseur gravée du masque de Ti en fonction du temps de gravure réalisé.	77
Figure III-31. Schéma de principe de fonctionnement d'une gravure sèche par faisceau d'ions, tiré de [130].	77
Figure III-32. Suivi de la gravure d'un échantillon [Co/Ni] _n d'épaisseur égale à 50 nm par SIMS.	78
Figure III-33 : A gauche : image AFM d'un réseau de barreaux de [Co/Ni] _n à la fin du procédé de nanofabrication. Au centre : image AFM d'une microstructure de [Co/Ni] _n . A droite : un profil de l'épaisseur est tracé pour la même structure.	79
Figure III-34 : Plot de CoFeB d'épaisseur égale à 180 nm et d'un rayon de 1µm à la fin du procédé de nanofabrication.	79
Figure IV-1. Les différentes orientations de coupes qui ont été réalisées pour l'observation au TEM.	82
Figure IV-2. Cliché TEM en mode BF d'une coupe transverse d'un échantillon CoFeB (270 nm).	83
Figure IV-3. Cliché TEM à haute résolution réalisé en mode BF sur la couche magnétique et transformée de Fourier bidimensionnelle du cliché HR-TEM de la couche de CoFeB. (a) faible irradiation ; (b) forte irradiation.	83

Figure IV-4. Clichés de diffraction réalisés sur la couche magnétique de CoFeB. En haut, dans la coupe ortho, dans le CoFeB proche du Pt, au milieu de la couche et proche du Ta. En bas, dans la coupe para, dans le CoFeB proche du Pt, au milieu de la couche et proche du Ta.....	84
Figure IV-5. Analyse angulaire des 6 clichés de diffraction.....	84
Figure IV-6. Analyse de la composition chimique de la couche de CoFeB faite par EDS.....	85
Figure IV-7. Cartographies des différents éléments chimiques réalisées par EDS en mode METB.....	85
Figure IV-8. (a) Evolution des signaux provenant des différents éléments chimiques en fonction du temps de gravure (SIMS) (b) Spectre EELS propre au seuil K du bore présent dans l'échantillon.....	86
Figure IV-9. Mesure par microscopie de force atomique de la surface d'un échantillon de 270 nm d'épaisseur. (a) image 2D de la surface. (b) profil de topographie sur la ligne verte définie dans l'image.	Erreur ! Signet non défini.
Figure IV-10. Variation du moment magnétique par unité de surface en fonction de l'épaisseur des couches de CoFeB.....	88
Figure IV-11. (a), cycle d'aimantation typique d'une distribution de l'aimantation en domaines Weak Stripes. (b), illustration d'une distribution de domaines magnétiques en Weak Stripes. Tirée de [25].	89
Figure IV-12. Cycles d'aimantation avec le champ appliqué dans le plan de la couche. Les mesures ont été réalisées en changeant l'angle dans le plan de la couche. Les mesures sont rapportées en fonction de l'épaisseur de la couche de CoFeB.	91
Figure IV-13. Mesure de la rémanence planaire en fonction de l'angle pour des couches de CoFeB d'épaisseur égales à 135, 180 et 270 nm.....	92
Figure IV-14. Variation des paramètres magnétiques statiques H_S , H_C et M_R/M_S en fonction de l'épaisseur de la couche de CoFeB, mesurées en configuration planaire du champ magnétique selon l'axe difficile et facile de la composante planaire de l'aimantation....	92
Figure IV-15. Cycles d'aimantation en fonction de la température d'une couche magnétique CoFeB d'épaisseur égale à 180 nm en configuration planaire avec le champ appliqué parallèle et perpendiculaire à K//.	94
Figure IV-16. Variation du champ de saturation H_S , du champ coercitif H_C , de l'aimantation rémanence (M_R/M_S) et de $M_S/M_S(300K)$ en fonction de la température pour une épaisseur de CoFeB égale à 180 nm. Le champ est appliqué dans le plan, parallèle et perpendiculaire à K//.	95
Figure IV-17. Evolution du coefficient de magnétostriction en fonction de la composition chimique pour des alliages (FeCoNi) ₈₀ B ₂₀ . Tirée de [134].	96
Figure IV-18. (a), évolution du coefficient de magnétostriction pour des alliages Co ₈₀ B ₂₀ , Co ₇₄ Fe ₆ B ₂₀ et Co ₇₀ Fe ₁₀ B ₂₀ en fonction de la température. (b), évolution du coefficient de magnétostriction pour des alliages Fe ₈₀ B ₂₀ en fonction de la température. Tirées de [134].	97
Figure IV-19. Cycles d'aimantation mesurés avec le champ appliqué perpendiculairement au plan des couches. Mesures faites avec différentes épaisseurs de CoFeB, en fonction de l'angle entre le plan de la couche et la direction du champ. Réalisés par VSM-ADE.....	98

Figure IV-20. Variation de H_s pour une épaisseur de CoFeB égale à 180 nm (à gauche) et 225 nm (à droite) en fonction de l'angle entre le plan de la couche et la direction d'application du champ magnétique.....	99
Figure IV-21. Variation de la fonction $f\mu_0H$, fréquence d'excitation versus champ de résonance pour un échantillon CoFeB 180 nm d'épaisseur.	100
Figure IV-22. Variation de la fonction $f^2\mu_0H$, le carrée de la fréquence d'excitation en fonction du champ de résonance pour un échantillon CoFeB 270 nm d'épaisseur, en configuration planaire du champ magnétique.....	101
Figure IV-23. Variation de la fonction $\mu_0\Delta H(f)$, largeur de raie en fonction de la fréquence d'excitation pour un échantillon CoFeB de 180 nm d'épaisseur.	102
Figure IV-24. Variation de la fonction $\mu_0\Delta H(f)$, largeur de raie en fonction de la fréquence d'excitation pour un échantillon CoFeB de 270 nm d'épaisseur.	102
Figure IV-25. Domaines magnétiques observés par MFM après saturation dans le plan. De gauche à droite épaisseur décroissante du CoFeB : 270nm, 225nm, 180nm, 135nm et 126 nm. Scan des images 5 μ m par 5 μ m.	103
Figure IV-26. Evolution de la période des domaines magnétiques en bandes en fonction de l'épaisseur de la couche de CoFeB (points verts). Evolution de la période des domaines selon le modèle de Murayama tenant compte des domaines de fermeture (ligne bleue).	104
Figure IV-27. (a) image MFM prise sur un échantillon de 300nm sur une zone de scan 50 μ m x 50 μ m ; (b) zoom sur une zone de 10 μ m x 10 μ m ; (c) Transformée de Fourier.....	105
Figure IV-28. Images de microscopie de force magnétique sur un échantillon de 135 nm d'épaisseur. Les mesures sont faites avec le champ appliqué parallèlement (ligne du haut) et perpendiculairement (ligne du bas) à l'axe d'anisotropie identifié par les mesures VSM. Double flèche verte : axe d'anisotropie.....	107
Figure IV-29. Images de microscopie de force magnétique sur un échantillon de 180 nm d'épaisseur. Les mesures sont faites avec le champ appliqué parallèlement (ligne du haut) et perpendiculairement (ligne du bas) à l'axe d'anisotropie identifié par les mesures VSM. Double flèche verte : axe d'anisotropie.....	108
Figure IV-30. Deux séries d'images de microscopie de force magnétique sur un échantillon de 270 nm d'épaisseur. Pour chaque série, les mesures sont faites avec le champ appliqué parallèlement (ligne du haut) et perpendiculairement (ligne du bas) à l'axe d'anisotropie identifié par les mesures VSM. Double flèche verte : axe d'anisotropie.	109
Figure IV-31. Schéma explicatif du modèle macrospin.....	110
Figure IV-32. Configuration calculée pour un jeu de paramètres qui reproduit la structure avec des caps qui ferment le flux. Cette configuration permet de voir où nous voulons en venir avec le petit modèle. La vue est en coupe de la couche	111
Figure IV-33. Configuration en champ nul calculée pour $t_2/t_1 = 0.5$. A gauche, le champ a été appliqué le long de l'axe d'anisotropie. A droite, le champ a été appliqué perpendiculaire à l'axe d'anisotropie.	111
Figure IV-34. Configuration en champ nul calculée pour $t_2/t_1 = 1.2$. A gauche, le champ a été appliqué le long de l'axe d'anisotropie. A droite, le champ a été appliqué perpendiculaire à l'axe d'anisotropie.	112

Figure IV-35. Configuration en champ nul calculée pour $t_2/t_1 = 1.8$. A gauche, le champ a été appliqué le long de l'axe d'anisotropie. A droite, le champ a été appliqué perpendiculaire à l'axe d'anisotropie. 112

Figure IV-36. Images de microscopie de force magnétique sur un échantillon de 180 nm d'épaisseur. Ligne du haut : évolution de la structure en domaines de la saturation positive à négative. Ligne du bas, à gauche : évolution de -2.5 mT to +1.2 mT après une saturation positive. Ligne du bas, à droite : image sur une zone de $15\mu\text{m} \times 15\mu\text{m}$ 113

Figure IV-37. Spectre d'absorption des rayons X d'une couche de CoFeB 180nm entre [765-805] eV réalisé par STXM. 114

Figure IV-38. Illustration d'une configuration magnétique en Weak Stripes associée à la géométrie de mesure utilisée lors des expériences STXM. 115

Figure IV-39. Images d'une structure magnétique en Weak Stripes à rémanence, de taille ($5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$) en fonction de l'angle d'incidence du faisceau (a) 0° (b) 5° (c) 15° (d) 20° 116

Figure IV-40. Evolution du signal magnétique dichroïque en fonction de l'angle d'incidence des rayons X pour les domaines magnétiques 'up' (à gauche) et 'down' (à droite) d'une couche de CoFeB 180 nm affichant une structure Weak Stripes. 117

Figure IV-41. Mesure de l'intensité du faisceau de photons I_0 à travers une membrane sans couche magnétique. 118

Figure IV-42. Cliché d'absorption des rayons X en polarisation (a) CL et (b) CR d'une structure magnétique en Weak Stripes à rémanence pour un échantillon CoFeB 180 nm, à un angle d'incidence du faisceau fixé à 30° , la taille de la zone scannée est de ($5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$). 119

Figure IV-43. Profil de l'angle moyen de l'aimantation dans l'épaisseur en fonction de la position. La courbe bleue est un ajustement réalisé avec une fonction cosinus. La mesure a été faite avec $\varphi_{\text{beam}} = 30^\circ$ 119

Figure IV-44. Profil de l'angle moyen de l'aimantation dans l'épaisseur en fonction de la position. La courbe bleue est un ajustement réalisé avec une fonction cosinus. La mesure a été faite avec $\varphi_{\text{beam}} = 45^\circ$ 120

Figure IV-45. Evolution du signal XMCD et de l'angle θ_{max} calculé en fonction du champ magnétique appliqué dans le plan sur un échantillon CoFeB de 180 nm d'épaisseur. .. 121

Figure IV-46. Zoom sur le cycle d'aimantation en configuration planaire du champ magnétique d'un échantillon CoFeB 180 nm (en bleu). Reconstruction de l'aimantation à partir des mesures STXM pour le même échantillon (en vert). 122

Figure IV-47. Signal dichroïque mesuré au centre des domaines 'up' (bleu) et 'down' (vert) en fonction de l'angle d'incidence du faisceau pour un échantillon CoFeB 180 nm saturé ex-situ selon l'axe y. 123

Figure IV-48. Structure en domaines calculée où nous voyons clairement apparaître les domaines de fermeture. Ici une seule maille en y est représentée. 124

Figure IV-49. Energie et taille des domaines qui minimise l'énergie pour une structure sous forme de bandes avec (a) et sans (b) domaines de fermeture. σ_w est l'énergie de paroi par unité de surface. K est la constante d'anisotropie, d est la période des domaines et h est l'épaisseur du film. Tirées de [20]. 125

- Figure IV-50. Variation de la période des stripes avec le champ appliqué. Superposition des valeurs expérimentales (en bleu) et calculées par les simulations micromagnétiques... 126
- Figure IV-51 Configurations micromagnétiques en fonction du champ appliqué (1, 0.5, 0 et -1 mT) et de l'impact de la rotation de l'aimantation sur les domaines de fermeture. Les calculs ont été effectués pour le CoFeB de 180 nm d'épaisseur et la PBC le long de y a été modifiée pour trouver le minimum d'énergie. La périodicité le long de x est prise égale à $L_x=1,7 \mu\text{m}$ 127
- Figure IV-52. (a) Répartition 3D de la divergence de l'aimantation dans une structure en domaines avec ondulation ; (b) Vue en surface de la répartition des charges magnétiques sur la structure en domaines ; (c) Variation du maximum de divergence de surface calculée pour les bandes droites forcées (rouge) et dans les parties droites de l'ondulation des domaines en zigzag (noir). Insert : variation de cette divergence maximale à partir du champ de saturation dans le plan ; (d) variation des angles des domaines de fermeture pour les bandes droites forcées (rouge) et dans les parties droites de l'ondulation des domaines en zigzag (noir)..... 128
- Figure IV-53. Schéma explicatif du principe de simulation des conditions périodiques dans MuMax3. 130
- Figure IV-54. Calcul de la distribution d'aimantation de surface dans une couche de 180 nm d'épaisseur en fonction du champ magnétique appliqué. L'anisotropie perpendiculaire est égale à 36.5 kJ/m³. Colonne gauche : lorsque l'anisotropie magnétique dans le plan est égale à zéro. Colonne du centre : lorsque l'anisotropie magnétique dans le plan est égale à 5 kJ/m³ et orientée dans la direction du champ appliqué. Colonne de droite : lorsque l'anisotropie magnétique dans le plan est égale à 5 kJ/m³ et orientée perpendiculairement au champ appliqué..... 131
- Figure IV-55. Domaines magnétiques de surface pour un échantillon préparé par 2 histoires magnétiques différentes. En haut, saturation ex situ et imagerie sur des field of view de plus en plus petits. En bas, histoire magnétique (30mT vers -5mT vers 0) qui a démontré en MFM la stabilisation de domaines en zigzag. Observation dans des régions différentes avec un field of view de 10 μm 133
- Figure IV-56. Configuration magnétique de surface. (a) Prédiction de la configuration de surface de domaines de fermeture en chevrons. (b) et (c) des images XPEEM mesurées sur un échantillon de 270 nm d'épaisseur dans l'état rémanent pour deux directions du faisceau de rayons X incident..... 133
- Figure IV-57. Géométrie de mesure 4 pointes pour la mesure de la magnétorésistance anisotrope. 134
- Figure IV-58. Mesures réalisées sur un échantillon de 270 nm d'épaisseur. (a) Variation de la résistance en fonction de l'angle entre le courant et le champ pour 3 valeurs de champ appliqué. (b) Variation de la résistance avec le champ appliqué lorsque le champ est appliqué parallèlement et perpendiculairement au courant..... 135
- Figure IV-59. Mesures réalisées sur un échantillon de 180 nm d'épaisseur. Le courant est appliqué perpendiculaire à l'axe d'anisotropie. Les mesures d'anisotropie de magnétorésistance ont été réalisées en fonction du champ et de la température. 137
- Figure V-1. (a) Zoom sur un cliché de diffraction de rayons X d'un échantillon $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$ d'épaisseur égale à 50 nm. (b) Clichés de diffraction pour des échantillons de $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$ d'épaisseur variant de 10 à 200 nm. L'indexation des clichés de diffraction a été obtenue numériquement en utilisant le logiciel EvaX. 143

Figure V-2. (a) Evolution de la largeur à mi-hauteur du pic $2\theta = 44.4^\circ$ correspondant à une croissance selon la direction [111] du $[\text{Co/Ni}]_n$ en fonction de l'épaisseur. (b) Variation du paramètre de maille moyen du $[\text{Co/Ni}]_n$ avec l'épaisseur. 144

Figure V-3. Mesure par microscopie de force atomique de la surface d'un échantillon de 10nm (haut) et de 200nm (bas). A gauche : image 2D de la surface. A droite, profil de topographie sur la ligne verte définie dans l'image. 144

Figure V-4. Variation du moment magnétique par unité de surface en fonction de l'épaisseur des couches de $[\text{Co/Ni}]_n$. (a) en configuration perpendiculaire du champ. (b) en configuration planaire du champ. 145

Figure V-5. Cycles d'aimantation en configuration perpendiculaire du champ magnétique réalisés par mesure VSM. Les épaisseurs sont données dans chaque courbe. 148

Figure V-6. Variation du champ de saturation, H_S (haut), du champ de nucléation, H_N (centre), et (bas) aimantation rémanente normalisée. 149

Figure V-7. Cycles d'aimantation en configuration parallèle du champ magnétique réalisés par mesure VSM. Les épaisseurs sont données dans chaque courbe. 150

Figure V-8. Variation du champ de saturation, H_{Sat} (haut), du champ de coercitif, H_C (centre), et aimantation rémanente normalisée. 151

Figure V-9. (à gauche) Variation de la fonction $f\mu_0H$, fréquence d'excitation versus champ de résonance pour un échantillon $[\text{Co/Ni}]_n$ de 50 nm d'épaisseur. (à droite) Variation de la fonction $\mu_0\Delta H(f)$, largeur de raie en fonction de la fréquence d'excitation pour un échantillon $[\text{Co/Ni}]_n$ de 50 nm d'épaisseur. 153

Figure V-10. Mesure de la structure en domaines par microscopie de force magnétique. Etude en fonction de l'épaisseur de la couche magnétique. Pour chaque image MFM, on trouve la transformée de Fourier calculée à partir de l'image. 155

Figure V-11. Variation expérimentale de la période des domaines avec l'épaisseur de la couche magnétique. Ajustement à partir de l'expression de Gehano et al [99] pour les faibles valeurs de Lt 156

Figure V-12. Traitement numérique sur une structure en domaines de la densité de bulles et de la densité de branchement pour les domaines up et les domaines down. 157

Figure V-13. (a), densité de bulles. (b), densité de branchements en fonction de l'épaisseur de la couche de $[\text{Co/Ni}]_n$ 158

Figure V-14. (a), densité de branchements et (b), période des domaines en fonction de la température de recuit pour un échantillon de 50 nm d'épaisseur. 159

Figure V-15. Structure en domaines sous champ magnétique hors du plan. Couche de 50 nm d'épaisseur. Etat magnétique de départ désaimanté dans le plan. 161

Figure V-16. Variation de la période des domaines sous champ magnétique hors du plan. Couche de 50 nm d'épaisseur. Etat magnétique de départ désaimanté dans le plan. 162

Figure V-17. Structure en domaines sous champ magnétique dans le plan. Etude de la transformation bandes – bulles. Couche de 50 nm d'épaisseur. Dans la ligne du bas, l'analyse morphologique montre en rouge l'évolution de la morphologie entre 2 images consécutives. 163

Figure V-18. Données quantitatives sur la transformation bandes – bulles. 164

Figure VI-1. (a), vue du dessus de l'antenne avec ses gros pads de contact ; (b), zoom sur la partie antenne avec les dimensions caractéristiques.	167
Figure VI-2. Illustration à l'aide d'une image de microscopie optique réalisée après développement de la résine, d'un problème de « stitching » obtenu lors de l'utilisation de deux recettes distinctes de lithographie électronique pour la réalisation de l'antenne avec ses contacts électriques.....	168
Figure VI-3. Schéma de la procédure de nanofabrication des antennes électriques pour l'excitation des ondes de spin.....	169
Figure VI-4. Image SEM d'un dispositif d'excitation des ondes de spin réalisé sur membrane pour un échantillon [Co/Ni] _n de 50nm. Les dimensions de l'antenne sont de 1µm*100nm, avec une épaisseur de SiO ₂ égale à 40 nm.	170
Figure VI-5. Image SEM d'un dispositif d'excitation des ondes de spin réalisé sur membrane pour un échantillon CoFeB de 135nm d'épaisseur.	170
Figure VI-6. Imagerie par microscopie optique d'un exemple d'antenne mesurée lors des tests électriques.....	171
Figure VI-7. (a) Coupe verticale sur l'échantillon utilisé, (b) Schéma électrique équivalent.	172
Figure VI-8. Spectre de l'impédance mesurée versus la fréquence de l'onde de tension utilisée pour une antenne de dimension 100 nm*1µm. L'ajustement du signal mesuré est réalisé en utilisant les équations VI.3 et VI.4	173
Figure VI-9. Spectre de l'impédance mesurée versus la fréquence de l'onde de tension utilisée pour une antenne de dimension (100 nm*20µm). L'ajustement du signal mesuré est réalisé en utilisant les équations VI.3 et VI.4.....	174
Figure VI-10. Caractéristique I(V) pour les antennes à différentes fréquences d'excitation.	175
Figure VI-11. Exemples de spectres de résonance ferromagnétique pour un champ magnétique perpendiculaire d'amplitude égale à (a) 0.36 T et (b) 0.38 T.....	176
Figure VI-12. Echantillon [Co/Ni] _n de 50 nm d'épaisseur totale excité par l'antenne intégrée à l'échantillon. (a) Evolution de la fréquence de résonance en fonction du champ magnétique appliqué perpendiculairement au plan de la couche $f_r(H)$; (b) Evolution de la largeur de raie $\Delta f(f)$ permettant la détermination du facteur d'amortissement.....	176
Figure VI-13. Variation de la tension mesurée sur une antenne en fonction du courant électrique appliqué, pour une antenne montée sur membrane.	177
Figure VI-14. (a) Image STXM de taille égale à 50*50µm, réalisée sur un échantillon CoFeB 135 nm au seuil du Co (b) Image XMCD (4*4 µm) de la structure magnétique du même échantillon.	178
Figure VI-15. (a) Image STXM (8*8µm) réalisée sur un échantillon [Co/Ni] _n 50 nm au seuil du Co, (b) Image XMCD (2µm*2µm) de la structures en domaines du même échantillon.	179
Figure VI-16. Mesure de la modification des structures en domaines sur un échantillon de [Co/Ni] _n en fonction de la fréquence d'excitation, Scan de 2*2 µm.....	180

Abstract

Domaines magnétiques périodiques pour la propagation guidée d'ondes de spin

L'International Technology Roadmap for Semiconductors a identifié les dispositifs à base d'ondes de spin comme une alternative à la technologie CMOS pour les dispositifs logiques [1]. Cependant, les dispositifs standards souffrent de plusieurs inconvénients liés à la miniaturisation et n'offrent pas la possibilité d'aborder le domaine des dispositifs logiques entièrement reprogrammables. L'objectif de ma thèse est d'établir une nouvelle voie vers des dispositifs logiques évolutifs et reprogrammables. Cette voie repose sur la stabilisation de domaines magnétiques périodiques rectilignes dont l'orientation peut être configurée à souhait pour ouvrir ou fermer le canal de transmission de l'information. Ce canal sera formé dans un matériau à faible amortissement pour une propagation des ondes de spin sur des distances micrométriques. D'une part, des domaines magnétiques de type *Weak Stripes* ont été obtenus dans l'alliage $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$. Nous avons montré que ces domaines sont facilement orientables, ce qui permettra de facilement ouvrir ou fermer le canal de transmission des ondes de spin. Un amortissement inférieur à $7 \cdot 10^{-3}$ peut être obtenu. La microscopie magnétique nous a permis de déterminer l'angle de l'aimantation dans les bandes, sa distribution spatiale ainsi que sa variation sous champ magnétique. De plus, nous avons montré pour la première fois la configuration de surface de ces *Weak Stripes*, configuration en accord avec les simulations micromagnétiques. D'autre part, des domaines magnétiques de type *Strong Stripes* sont obtenus dans les multicouches $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$. Leurs propriétés sont proches de celles observées dans d'autres matériaux comme le Co épitaxié. Un coefficient d'amortissement inférieur à 8.8×10^{-3} est obtenu, parmi les plus petits pour des systèmes à aimantation perpendiculaire. Leurs propriétés magnétiques microscopiques montrent que l'orientation des bandes est plus difficile à obtenir à cause d'une transformation bandes/bulles non encore répertoriée dans la littérature.

Periodic magnetic domains for channeled spin wave propagation

The International Technology Roadmap for Semiconductors has identified spin wave devices as an alternative to CMOS technology for logic devices [1]. The interest of these emerging devices lies in the scalability needed to process the ever-increasing amount of data generated by our information and communication society while maintaining low power consumption. However, standard devices suffer from drawbacks related to miniaturization and do not offer the possibility to enter the field of fully reprogrammable logic devices. The objective of my thesis is to establish a new path towards scalable and reprogrammable logic devices. This path is based on the stabilization of rectilinear periodic magnetic domains whose orientation can be configured to open or close the transmission channel. This channel will be formed in a low-damping material for spin wave propagation over micron distances. On one hand, magnetic domains of the *Weak Stripes* type have been obtained in the $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ alloy. We have shown that these domains are easily orientable, which will allow to easily open or close the transmission channel of spin waves. We show that a damping lower than 7×10^{-3} can be obtained. Magnetic microscopy allowed us to determine the angle of magnetization in the stripes, its spatial distribution as well as its variation under magnetic field. In addition, we show for the first time the surface configuration of these *Weak Stripes*, a configuration in accordance with the micromagnetic simulations. On the other hand, *Strong Stripes* magnetic domains are obtained in the $[\text{Co}/\text{Ni}]_n$ multilayers. Their properties are close to those observed in other materials such as Co epitaxial films. A damping coefficient lower than 8.8×10^{-3} is obtained, among the smallest for perpendicular magnetization systems. The study of their microscopic magnetic properties shows that the orientation of straight domains is more difficult to obtain because of a stripe/bubble transformation which has not yet been documented in the literature.