



**HAL**  
open science

# Décalage d'échange et magnétorésistances dans des bicouches à base de ferrimagnétiques amorphes couplés par échange

Thomas Hauet

► **To cite this version:**

Thomas Hauet. Décalage d'échange et magnétorésistances dans des bicouches à base de ferrimagnétiques amorphes couplés par échange. Matière Condensée [cond-mat]. Université Henri Poincaré - Nancy 1, 2006. Français. NNT : 2006NAN10067 . tel-01746613v2

**HAL Id: tel-01746613**

**<https://theses.hal.science/tel-01746613v2>**

Submitted on 11 Oct 2006

**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.



---

U.F.R. Sciences et Techniques de la Matière et des Procédés  
Ecole doctorale EMMA  
Département de Formation Doctorale de Physique et Chimie de la Matière et des Matériaux

## Thèse

Présentée pour obtenir le titre de

Docteur de l'Université Henri Poincaré, Nancy I

En Physique et Chimie de la Matière et des Matériaux

par **Thomas HAUET**

**Décalage d'échange et magnétorésistances  
dans des bicouches à base de ferrimagnétiques  
amorphes couplés par échange**

Soutenue le 18 septembre 2006 devant le jury composé de :

A. Thiaville	( président )
F. Petroff	( rapporteur )
O. Fruchart	( rapporteur )
J.A. Borchers	( examinatrice )
A. Schuhl	( directeur de thèse )
S. Mangin	( encadrant )

---

Laboratoire de Physique des Matériaux, UMR7556  
Université Henri Poincaré Faculté des Sciences - 54506 Vandoeuvre-les-Nancy Cedex



# Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Olivier Fruchart et Frederic Petroff pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ma thèse. Un grand merci pour les remarques et les conseils qui m'ont permis d'améliorer nettement la qualité de mon manuscrit ainsi que pour les discussions scientifiques que nous avons pu avoir. Je remercie également André Thiaville d'avoir pris la présidence de mon jury de thèse et Julie Borchers pour sa participation.

Merci ensuite à Michel Piecuch, pour son accueil au sein du laboratoire de Physique des Matériaux de Nancy dont il a été le directeur durant la période de cette thèse.

Merci à Alain Schuhl d'avoir accepté d'être mon directeur de thèse au sein de l'équipe nano-magnétisme et électronique de spins. Merci de m'avoir permis d'aller travailler à York à la fin de mon DEA ainsi que, sur un plan moins scientifique, pour les excellents moments passés à Gentilly.

Mes remerciements vont bien sûr à Stéphane Mangin qui, plus que ma thèse, a encadré l'intégralité de mon cursus universitaire. L'énergie qu'il véhicule et qu'il sait si bien transmettre (même depuis l'autre bout du monde) a été le carburant premier de mon engouement pour la recherche. Mon travail de thèse doit beaucoup à son esprit critique et à son efficacité. Je lui suis reconnaissant de m'avoir transmis ses connaissances des techniques d'évaporation et du magnétisme.

Je remercie François Montaigne auprès de qui j'ai énormément appris depuis mon arrivée au laboratoire. Sa rigueur scientifique et son rythme de travail plus que soutenu sont des exemples que je me suis attaché à suivre durant ces trois dernières années. Un immense merci pour tous les conseils, les critiques et l'aide (notamment pour les calculs micromagnétiques) qu'il m'a apportés. En outre, je lui dois l'ensemble des travaux de lithographie réalisés lors de ma thèse.

Merci à Michel Hehn pour avoir nourri ma motivation tout au long de cette thèse au travers de nombreuses discussions toujours passionnées. Sa disponibilité, sa culture des mesures résistives et son enthousiasme ont permis d'accélérer notre étude des phénomènes de magnétorésistances dans les parois de domaines magnétiques en milieu amorphe.

Je tiens à remercier amicalement Damien Ligiardi, responsable technique de notre vieil (mais encore très performant) évaporateur et qui m'a permis d'éviter un bon nombre de faillites techniques. Je suis très reconnaissant à Danielle Pierre et François Mouginet d'avoir également toujours répondu présents à mes appels au secours ainsi que pour leurs précieux conseils en matière d'ultravide.

La collaboration avec Yves Henry de l'IPCMS à Strasbourg a permis de réaliser des mesures de magnétorésistance d'une grande précision. Je lui suis très reconnaissant pour tout le travail qu'il a fourni dans le cadre de ces manips et pour ses conseils sur l'écriture scientifique.

I would like to thank Julie Borchers for the friendly welcome I received in the N.I.S.T. at Washington DC. I am especially grateful for all she taught me, for her kindness and for her confidence which makes you definitively better. Many thanks also for Chuck Majrack for his joy in life and his knowledge of neutrons reflectometry. A special thank to the “young” post-doc Philippe Mangin, Wung-Chun Chen and Shannon M. Watson who helped me on the NG1 line even very late during some nights.

J'ai pu réaliser des expériences de XRMS sur la ligne XIM au SLS (Suisse) en collaboration avec Jean-Marc Tonnerre et Nicolas Jaouen. Merci à eux deux pour cette semaine très instructive et pour leur sympathie.

Je remercie Jean Juraszek et Jacques Teillet du laboratoire de magnétisme et application de Rouen, Ralf Röhlberger et Thomas Diederich de l'université de Hambourg, ainsi que Rudolf Ruffer de l'ESRF pour la semaine d'expériences de diffusion résonnante nucléaire que nous avons passée ensemble sur la ligne ID22 de l'ESRF.

Many thanks go to Eric E. Fullerton for the very insightful discussions we had concerning the exchange-bias phenomena and for the growth of the perpendicular anisotropy samples.

Merci à Christine Bellouard, qui dirige le service commun de magnétisme, pour son aide concernant les mesures VSM, Squid ou de susceptométrie. Mes remerciements vont aussi à « Luky- Luc » Moreau, dont l'efficacité a permis de satisfaire mes besoins en hélium tout au long de ces trois ans de manip. Je souhaite bon courage à Stéphane Suire qui reprend les rênes du liquéfacteur. Merci à Christian Senet pour sa capacité à résoudre l'ensemble des problèmes informatiques du laboratoire. Merci à Sylvain Weber pour les mesures SIMS, à Sylvie Robert pour les mesures de diffraction X, Hamid M'Jahed (le pro de la scie diamant) et Joan-Miguel Arocas-Garcia. Je tiens à remercier l'ensemble du personnel de l'Atelier pour les pièces qu'ils ont toujours su me fournir dans l'urgence.

Je tiens à remercier Nicole Nussman pour sa relecture attentive du manuscrit de thèse et pour sa bienveillance quotidienne à mon égard. Merci également à Martine Gaulier pour sa gentillesse.

Je souhaite à présent mentionner les gens qui, bien que n'ayant pas directement participé à l'avancement de ma thèse, ont contribué à mon épanouissement scientifique et personnel au sein du LPM: Olivier « bon chelou » Jambois et Aymeric Avisou, mes amis colocataires avec qui j'ai découvert les joies et les stress de la thèse, Daniel Lacour à qui je souhaite tout le bonheur qu'il mérite dans son nouveau vrai travail, Stéphane Pons et Patrice Miska (la relève du LPM...), Stéphane Andrieu pour ses conseils et ses cours de « Surfaces », Alexandre Bataille pour nos discussions de fin de thèse, Catherine Dufour et Karine Dumesnil pour nos discussions sur la réflectométrie et les Terres-Rares, Olivier Lenoble pour son dévouement spinalien, Daniel Malterre pour son perfectionnisme (et pour sa relecture avisée du projet scientifique des bourses Lavoisier), le groupe M pour son investissement dans l'animation scientifique du labo (un merci tout particulier à Christophe Chatelain pour ses qualités pédagogiques), Michel Vergnat pour son aide administrative, Loïc Turban et Jérôme Eugène pour leur présence quotidienne au café, Hervé Rinnert et Yannick Fagot-Revurat pour leur sympathie. Un gros merci à mes collègues de TD, Bertrand Kierren et Coriolan Tiusan, avec qui j'ai souvent passé, à la « cafet » de l'Ecole des Mines et au LPM, de très bons moments à discuter de Physique. Et puis merci bien sûr à l'ensemble des doctorants de Vandoeuvre: aux anciens, Gregory Malinowski, Jérôme Faure-Vincent et Muriel Sicot, qui m'ont appris les

ficelles et avec qui j'ai partagé la, d'ores et déjà mythique, école Franco-Roumaine de Brasov ; aux plus ou moins nouveaux, Clément Didiot (dont la compagnie a égaillé les nuits et week-ends passés au labo), Fanny Greullet, Joel Briones, Ghany Wora, Thierry Platini, Madi Ardyanian, Sylvia Fernandez-Sabido et Luis Cardenas-Ardellano. Un salut amical également à Loic Joly, Quentin Mistral, Côme De Buttet, Laurent Chaput et Véronique Da Ros.

Merci à l'ensemble de mes amis « faceux » pour ces années formidables : Alex, Anne, Audrey, Bobo, Biz, Clément, Damien, Dan, Emilie, Eric, Francois, Fred, Greg, Guigui, J.B., Lolo, Marie, Mumu, Patou, Pauline, Pierre, Sylvie, S. Sepon, Yannou. Merci également aux indispensables qui m'ont apporté l'oxygène nécessaire à ma survie durant ces trois ans intensifs : Augustin et Katia, Boris, Hélène, Laurianne, Ludo, Manu et Paulux, Mat, Noémie, Stéphanie. Enfin, un merci tout particulier à Fanny.

J'aimerais finalement remercier ma famille et tout particulièrement mes parents, à qui je dédie ce travail de thèse, qui m'ont toujours soutenu et encouragé à faire ce qui me plaît.



# Table des matières

<b>Introduction</b> .....	13
<b><u>Chapitre I : Configurations magnétiques d'interface</u></b> .....	17
<b><u>I/ Moments magnétiques et interactions magnétiques</u></b> .....	19
I.1) Moment magnétique .....	19
I.1.a] Moment cinétique .....	19
I.1.b] Couplage spin-orbite et couplage orbite-réseau .....	20
I.1.c] Terres-rares (4f) et Métaux de transition (3d) .....	20
I.2) Les interactions magnétiques .....	21
I.2.a] Energie Zeeman .....	21
I.2.b] Energie dipolaire : anisotropie de forme .....	22
I.2.c] Interaction d'échange .....	24
I.2.d] Anisotropie magnétocristalline .....	25
I.2.e] Résumé des interactions .....	26
<b><u>II/ Calcul micromagnétique</u></b> .....	27
II.1) Développement du calcul micromagnétique .....	27
II.2) Application à une couche d'aimantation uniforme .....	30
II.3) Limites du calcul micromagnétique et parois de domaines magnétiques .....	32
<b><u>III/ Magnétisme d'interface</u></b> .....	34
III.1) Structures « spring magnet » .....	34
III.1.a] Définition .....	34
III.1.b] Matériaux génériques pour structures « spring-magnet » .....	34
III.1.c] Propriétés magnétiques des spring-magnets .....	35
III.2) Bicouches AF/FM et phénomènes de décalage d'échange .....	38
III.2.a] Découverte et modèle originel de l'effet de décalage d'échange .....	39
III.2.b] Domaines latéraux .....	41
III.2.c] Paroi d'interface .....	42
III.3) Système atypique Fe/ FeF <sub>2</sub> .....	43
III.3.a] Premières observations expérimentales .....	44
III.3.b] Propriétés structurales et magnétiques générales .....	45
III.3.c] Tentatives d'explications des propriétés de décalage d'échange du système FeF <sub>2</sub> /Fe .....	46



<u>IV/ Résistance et magnétorésistances dans les métaux.</u> . . . . .	48
IV.1) Résistance dans les métaux cristallins . . . . .	48
I.1.a] Résistance d'un matériau non magnétique. . . . .	48
I.1.b] Résistance et magnétorésistance des métaux aimantés . . . . .	49
I.1.c] Cas de multicouches Ferromagnétique/ Non magnétique/ Ferromagnétique . . . . .	53
IV.2) Magnétorésistance de paroi . . . . .	54
IV.2.a] Traitements théoriques des magnétorésistances de paroi . . . . .	54
IV.2.b] Résultats expérimentaux . . . . .	57
<u>V/ Conclusion du chapitre.</u> . . . . .	61
<b><u>Chapitre II : Magnétisme et propriétés de transport des alliages amorphes GdFe et TbFe</u></b> . . . . .	63
<u>I/ Les alliages amorphes TR-MT</u> . . . . .	65
I.1) Echange dans les alliages à base de terres-rares et métaux de transition . . . . .	65
I.2) Anisotropie aléatoire . . . . .	67
I.3) Température de compensation . . . . .	69
I.4) Température de gel . . . . .	70
<u>II/ Propriétés de transport dans les matériaux amorphes</u> . . . . .	71
II.1) Résistance électrique dans les métaux normaux amorphes . . . . .	72
II.1.a] Modèle de Faber-Ziman et résistivité due à la structure du réseau atomique . . . . .	72
II.1.b] Variations de la valeur de résistivité et dépendances . . . . .	74
II.2) Résistivité dans les amorphes magnétiques . . . . .	76
II.2.a] Modèle d'Asomoza et al. . . . .	76
II.2.b] Exemples expérimentaux . . . . .	78
<u>III/ Elaboration et techniques de caractérisation</u> . . . . .	80
III.1) Géométrie d'évaporation . . . . .	80
III.2) Techniques expérimentales de caractérisation magnétique . . . . .	81
III.3) Techniques expérimentales de mesures de transport électrique. . . . .	81
III.3.a] Elaboration des substrats . . . . .	81
III.3.b] Montage expérimental des mesures de transport électrique . . . . .	82
III.3.c] Utilisation de la simulation micromagnétique pour le calcul d'AMR . . . . .	82

<u>IV/ Caractéristiques structurales des couches de GdFe et TbFe</u> .....	82
IV.1) Empilement et désordre atomique .....	82
IV.2) Epaisseur, compositions et rugosité .....	83
IV.2.a] Epaisseurs .....	83
IV.2.b] Compositions .....	84
IV.2.c] Rugosité .....	85
<u>V/ Comportements magnétiques et résistifs des couches Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>, Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub> et Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub></u> .....	86
V.1) Comportements magnétiques des couches Tb <sub>12</sub> Fe <sub>88</sub> , Gd <sub>40</sub> Fe <sub>60</sub> et Gd <sub>10</sub> Fe <sub>90</sub> .....	86
V.1.a] Comportement magnétique des couches de Gd <sub>40</sub> Fe <sub>60</sub> .....	86
V.1.b] Comportement magnétique des couches de Gd <sub>10</sub> Fe <sub>90</sub> .....	89
V.1.c] Comportement magnétique des couches de Tb <sub>12</sub> Fe <sub>88</sub> .....	91
V.2) Comportements résistifs des couches Tb <sub>12</sub> Fe <sub>88</sub> , Gd <sub>40</sub> Fe <sub>60</sub> et Gd <sub>10</sub> Fe <sub>90</sub> .....	93
V.2.a] Comportements résistifs des alliages à bas champ .....	94
V.2.b] Comportements résistifs des alliages à fort champ .....	98
V.2.c] Remarque sur les problèmes propres à l'alliage Tb <sub>12</sub> Fe <sub>88</sub> .....	100
<u>VI/ Conclusion du chapitre</u> .....	101
<b><u>Chapitre III : Propriétés de décalage d'échange dans la bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/ Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub></u></b> .....	103
<u>I/ Couplage d'échange dans la bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/ Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub></u> .....	105
I.1) Observations expérimentales d'avant thèse .....	105
I.2) Modèle et calcul micromagnétique .....	108
I.2.a] Modèle .....	108
I.2.b] Calcul micromagnétique .....	108
I.2.c] Résultats des calculs micromagnétiques et premières explications des phénomènes liés au décalage d'échange dans la bicouche GdFe/TbFe .....	110
<u>II/ Vérification des hypothèses du modèle micromagnétique</u> .....	113
II.1) Etude magnétique spécifique chimiquement : XRMS .....	113
II.2) Profils magnétiques dans le système Gd <sub>40</sub> Fe <sub>60</sub> / Tb <sub>12</sub> Fe <sub>88</sub> obtenus par réflectométrie de neutrons polarisés .....	115
II.2.a] Caractéristiques utiles de la technique de réflexion de neutrons polarisés ...	115
II.2.b] Mesures à 300 K .....	117
II.2.c] Mesures à basse température .....	121
II.3) Configurations magnétiques d'interface et mesures de résistance .....	125

II.3.a]	Effet d'anisotropie de magnétorésistance .....	125
II.3.b]	Mesures préliminaires à température ambiante .....	125
II.3.c]	Utilisation des mesures de résistance à basse température .....	126
II.3.d]	Etude de la coercitivité du système GdFe/TbFe à basse température par mesures AMR .....	135
II.3.e]	Remarques sur un cas particulier .....	136
<u>III/ Ecarts au modèle</u> .....		137
III.1)	Domaines latéraux .....	137
III.1.a]	Introduction .....	137
III.1.b]	Création de domaines latéraux dans le système Gd <sub>40</sub> Fe <sub>60</sub> / Tb <sub>12</sub> Fe <sub>88</sub> à 300K .....	138
III.1.c]	Influence des domaines latéraux sur le décalage d'échange à basse température .....	141
III.2)	Effet de traînage magnétique .....	146
III.2.a]	Premières observations expérimentales et dépendances .....	147
III.2.b]	Etude des effets de traînage magnétique par réflectométrie de neutrons polarisés .....	150
III.2.c]	Discussion sur les origines des effets de trainage magnétique .....	156
III.2.d]	Mécanismes déclenchant l'effet de trainage magnétique .....	159
III.3)	Effet de coercitivité dans la bicouche Gd <sub>40</sub> Fe <sub>60</sub> / Tb <sub>12</sub> Fe <sub>88</sub> .....	167
III.3.a]	Evolution du champ coercitif et des profils énergétiques en fonction de H <sub>cf</sub> .....	168
III.3.b]	Dépendance en température de la coercitivité et mouvements au sein du TbFe .....	172
<u>IV/ Conclusion du chapitre</u> .....		177
 <b><u>Chapitre IV : Magnétorésistance d'interface dans les systèmes Bicouches amorphes ferrimagnétique/ferrimagnétique</u></b> .....		
<b>179</b>		
<u>I/ Magnétorésistances dans la bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/ Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub></u> .....		181
I.1)	Premières mesures à température ambiante .....	182
I.1.a]	A champ faible .....	182
I.1.b]	A champ fort .....	183
<u>II/ Obtention d'un système optimisé et procédures</u> .....		184
II.1)	Obtention d'un système optimisé pour l'étude des magnétorésistances d'interface ..	184
II.1.a]	Etude des bicouches Gd <sub>40</sub> Fe <sub>60</sub> / Fe et Gd <sub>40</sub> Fe <sub>60</sub> / Gd <sub>5</sub> Fe <sub>95</sub> .....	185
II.1.b]	Etude de la bicouche Gd <sub>40</sub> F <sub>60</sub> / Gd <sub>10</sub> Fe <sub>90</sub> .....	186
II.2)	Procédures .....	189
II.2.a]	Procédure 1 .....	189
II.2.b]	Procédure 2 .....	190

<u>III/ Résultats expérimentaux et discussion</u> .....	192
III.1) Procédure 1 .....	192
III.1.a] Etude de la tricouche $Gd_{40}Fe_{60}$ (30 nm)/ Si (30 nm)/ $Gd_{10}Fe_{90}$ (30 nm) . . . .	192
III.1.b] Comparaison entre les mesures résistives réalisées sur la bicouche et sur la tricouche .....	194
III.1.c] Comportement de $DG_R$ et évolutions en fonction de la température. ....	197
III.2) Procédure 2 : étude des échantillons lithographiés .....	199
III.2.a] Etude de la bicouche .....	199
III.2.b] Etude de la tricouche .....	200
III.2.c] Comparaison entre bicouche et tricouche. ....	201
III.2.d] Remarques. ....	202
III.3) Discussion sur les propriétés magnétorésistives d'interface dans la bicouche $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}$ .....	204
<u>IV/ Etude d'une spin-valve <math>Gd_{40}Fe_{60}/ Gd_{10}Fe_{90}/ Cu/ Gd_{10}Fe_{90}</math></u> .....	207
IV.1) Introduction .....	207
IV.2) Résultats expérimentaux .....	208
IV.2.a] Mesures de magnétorésistance à température ambiante .....	208
IV.2.b] Mesures de magnétorésistance à 5 K .....	210
IV.3) Interprétation des résultats et discussion sur l'influence de la paroi. ....	212
<u>V/ Conclusion du chapitre</u> .....	215
 <b><u>Conclusion générale</u></b> .....	 217
 <b>Annexes :</b> .....	 221
Annexe I. Evaporateur méthodes de dépôts. ....	223
Annexe II. Réflectométrie de neutrons polarisés. ....	225
Annexe III. Calcul analytique : cas d'une paroi semi-infinie .....	241
 <b>Bibliographie</b> .....	 243



# Introduction générale

Durant les cinquante dernières années, un grand nombre de découvertes concernant la physique du solide ont été réalisées en étudiant les propriétés de systèmes composés d'au moins deux matériaux de natures différentes mis en contact. Les systèmes Supraconducteur/Isolant (pour les jonctions Josephson), Semi-conducteur/Ferromagnétique (pour l'injection de spin), Ferromagnétique/Matériau non magnétique (magnétorésistance géante ou tunnel) en sont des exemples fameux [Jos62][Dat90][Bai88]. Pour notre part, nous nous sommes intéressés plus précisément au cas de systèmes composés de deux matériaux magnétiques de natures différentes (Antiferromagnétique, Ferrimagnétique, Ferromagnétique dur, ou doux, ...). Cette thématique a été étudiée dès 1956 par Meikejohn et Bean [Mei56] puis par Louis Néel dans les années 1960 [Nee67], mais elle n'a connu un essor particulier qu'au début des années 90 et reste toujours un sujet d'actualité comme le prouve le nombre de publications dans les revues les plus prestigieuses [Kuc06] ou le nombre de sessions dans les conférences internationales (cf. la conférence MMM-Intermag 2006) lui étant consacrées. Les travaux menés sur le sujet sont d'abord fondamentaux ; toutefois, les phénomènes induits dans de telles structures sont également à la base de nombreux domaines d'application, principalement dans le domaine des technologies multimédias (tête de lecture, MRAM, logique magnétique, capteurs, ...).

Le système certainement le plus étudié se compose d'une couche ferromagnétique couplée à une couche antiferromagnétique (FM/AF) dans laquelle est observé, en dessous de la température dite de blocage (proche de la température de Néel de la couche AF), un décalage en champ ( $H_E$ ) du cycle d'hystérésis de la couche ferromagnétique par rapport à l'axe de champ nul. Ce décalage en champ est nommé « Exchange-bias » ou décalage d'échange. Dans la majorité des systèmes,  $H_E$  est toujours négatif. Dans certains cas, ce phénomène peut être accompagné d'une variation du champ coercitif  $H_C$  et d'un décalage du cycle suivant l'axe des aimantations d'une valeur  $M_{shift}$ . D'un point de vue fondamental, le phénomène fait l'objet de nombreuses controverses, comme le prouve la littérature abondante parue ces dernières années [Nog99][Sta00]. Les configurations magnétiques adoptées par les systèmes AF/F restent encore peu claires et l'influence de paramètres tels que la rugosité et le champ de refroidissement  $H_{cf}$  est mal comprise. En effet, l'absence d'aimantation nette dans la couche antiferromagnétique rend très difficile l'étude de ses configurations magnétiques, tout du moins par des méthodes classiques.

En 1996, des effets de décalage d'échange originaux ont été observés pour un petit nombre de systèmes FM/AF de type Fe/FeMn<sub>2</sub> et Fe/FeF<sub>2</sub>. Une transition du champ de décalage ( $H_E$ ) de valeurs négatives à positives est observée lorsque la valeur du champ ( $H_{cf}$ ), sous lequel est refroidie la bicouche, augmente [Nog96]. Des évolutions de  $H_C$  et  $M_{shift}$  en fonction du champ de refroidissement  $H_{cf}$  sont également mises en évidence [Nog00][Lei02]. Les auteurs de ces travaux ont conclu que ces phénomènes ne peuvent avoir lieu que si trois conditions sont vérifiées : (1) existence d'un couplage antiferromagnétique à l'interface de la bicouche FeF<sub>2</sub>/Fe, (2) faible sensibilité de la configuration magnétique de FeF<sub>2</sub> vis-à-vis d'un champ magnétique extérieur en dessous d'une température de blocage, (3) maintien de spins

non compensés au sein du matériau AF (donc aimantation résultante) en dessous de cette température de blocage. Toutefois, les difficultés pour sonder les configurations magnétiques adoptées par la couche  $\text{FeF}_2$  n'ont pas permis jusqu'alors d'atteindre des explications quantitatives plus précises des résultats expérimentaux [Kiw00][Led04].

En 2003, S. Mangin et al [Man03], au laboratoire de Physique des Matériaux à Nancy, ont montré qu'une bicouche formée de deux matériaux ferrimagnétiques amorphes, en l'occurrence  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$ , peut également satisfaire aux trois conditions citées ci-dessus. Ils ont alors montré que les évolutions de  $H_E$ ,  $H_C$  et  $M_{\text{Shift}}$  observées sur les bicouches de type  $\text{FeF}_2/\text{Fe}$  étaient reproduites et ont proposé un modèle pour expliquer ces évolutions.

La première partie de notre travail de thèse a consisté à déterminer l'évolution des configurations magnétiques adoptées par le système  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  dans une plage de températures de 300 K à 5 K en fonction de son « histoire » magnétique. Grâce à différentes techniques complémentaires, nous avons d'abord pu délimiter les gammes de champs et de températures pour lesquels le modèle proposé est valide, puis comprendre les phénomènes à l'origine des différents écarts au modèle. De manière générale, nos travaux ont permis de corréliser l'évolution des configurations magnétiques avec les effets de décalage d'échange, ce qui s'avère très difficile à réaliser dans le cas de systèmes AF/FM.

Dans une seconde partie, nous avons souhaité utiliser nos connaissances concernant ce type de bicouches ferrimagnétique/ferrimagnétique afin d'étudier les effets de magnétorésistance de paroi. L'originalité de notre étude réside dans la possibilité de créer une paroi unique de taille contrôlable ainsi que dans les propriétés de transport électronique particulières propres aux matériaux amorphes.

Pour présenter les résultats obtenus durant nos différentes études, nous avons choisi de suivre le plan développé ci-dessous :

Dans le premier chapitre, nous introduirons quelques concepts de base concernant le magnétisme, les effets de décalage d'échange et les effets de magnétorésistances. Nous présenterons le calcul micromagnétique, développé à Nancy, que nous utiliserons tout au long de ce manuscrit, en comparaison avec nos résultats expérimentaux. Ce chapitre nous permettra également d'introduire les effets "inhabituels" et mal compris observés sur les systèmes du type  $\text{Fe}/\text{FeF}_2$  et  $\text{Fe}/\text{MnF}_2$  ainsi que les effets de magnétorésistance de paroi.

Dans le deuxième chapitre, nous nous concentrerons sur les propriétés des alliages amorphes Terres-Rares – Métaux de Transition (TR–MT) et plus spécifiquement les films minces d'alliages  $\text{Gd}_x\text{Fe}_{1-x}$  et  $\text{Tb}_x\text{Fe}_{1-x}$  à la base des systèmes bicouches étudiés dans cette thèse. Après avoir rappelé quelques généralités sur les propriétés magnétiques et de transport dans les matériaux amorphes et plus particulièrement dans les alliages TR-MT, nous décrirons les méthodes d'élaborations et les propriétés structurales des échantillons étudiés.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude des phénomènes de couplage d'échange dans des bicouches  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$ . Nous présenterons puis tenterons de valider le modèle permettant d'expliquer les effets de décalage d'échange observés et très similaires à ceux des bicouches type  $\text{FeF}_2/\text{Fe}$  [Man03]. Des mesures magnétiques (d'aimantation et de susceptibilité) ainsi que des mesures de résistances permettront d'avoir accès aux propriétés magnétiques macroscopiques de la bicouche tandis que des mesures de dichroïsme

magnétique et de réflectométrie de neutrons polarisés nous renseigneront plus précisément sur les profils d'aimantation dans la profondeur des couches. L'ensemble de ces premières mesures, comparées avec les résultats fournis par le calcul micromagnétique décrit au chapitre I, mettra en évidence le gel de la configuration magnétique au sein de la couche de TbFe. Ceux-ci permettront également de prouver que la valeur du champ de décalage  $H_E$  dépend uniquement de la direction des moments magnétiques « bloqués » du dernier plan de TbFe à l'interface de la bicouche, indépendamment de la configuration de volume, tandis que les décalages en aimantation  $M_{shift}$  et  $H_C$  sont liés à la configuration dans l'ensemble de la couche de TbFe. Nous monterons ensuite comment le phénomène de décalage d'échange est affecté par la présence de domaine latéraux au sein de la bicouche. De nouvelles formes de cycles d'hystérésis seront présentées. Nous tenterons également d'expliquer l'effet de traînage magnétique, qui se caractérise par une évolution de la forme de cycles d'hystérésis successifs mesurés immédiatement après refroidissement sous champ, en tenant compte de la relaxation des configurations de la couche bloquante de TbFe lors des renversements successifs d'aimantation de la couche de GdFe. Finalement, l'étude de l'influence de l'activation thermique sur le système  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  apportera de nouvelles informations sur les modes de renversement de l'aimantation et sur la coercitivité de cette bicouche.

Le chapitre IV de cette thèse sera dédié à l'étude de la magnétorésistance de paroi dans des bicouches ferrimagnétiques amorphes. En effet, bien que de nombreuses études théoriques et expérimentales aient déjà été menées sur le sujet dans des matériaux cristallins ou polycristallins, la contribution d'une paroi magnétique à la résistance, et plus généralement les propriétés de transport, dans des matériaux amorphes, restent très peu compris. Grâce à l'étude fine des configurations magnétiques d'interface réalisée au chapitre III, nous sommes en mesure de créer une paroi unique extrêmement bien contrôlée. Ceci est primordial afin d'isoler la contribution intrinsèque de la paroi en séparant les différentes origines de magnétorésistance. Des mesures de résistance en configuration CIP (le courant passant dans le plan des couches) sur des systèmes bicouches amorphes avec couplage interfacial antiferromagnétique tels que  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  ou  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}$  seront présentées. A bas champ (pour de grandes épaisseurs de paroi), les variations de résistance sur ces systèmes s'interpréteront parfaitement en terme d'anisotropie de magnétorésistance (AMR). En revanche, pour des champs supérieurs à 500 Oe, les variations de résistance ne peuvent plus s'expliquer en terme d'AMR uniquement. Les phénomènes de magnétorésistance intrinsèques aux matériaux amorphes devront alors être pris en compte pour expliquer nos observations. Finalement, des multicouches « spin-valve » de type  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}/Cu/Gd_{10}Fe_{90}$  ont été réalisées afin d'étudier l'influence de la paroi magnétique sur l'effet de magnétorésistance géante.





# Chapitre I

Configurations magnétiques d'interface



Le but de ce chapitre est d'introduire quelques concepts de base utilisés dans la suite du manuscrit. Il permet également de définir un certain nombre de notations et de fixer quelques termes de vocabulaire. Ce chapitre peut être un support pour un lecteur extérieur au domaine tandis qu'un lecteur plus aguerri préférera directement passer au chapitre 2 dédié à une présentation plus spécifique des systèmes étudiés durant notre thèse. Dans ce qui suit, nous allons tout d'abord introduire la notion de moment magnétique ainsi que les interactions auxquelles cet objet est soumis. Nous présenterons ensuite le calcul micromagnétique unidimensionnel que nous avons développé et qui est utilisé aux chapitres III et IV pour interpréter nos résultats. Des exemples de simulations seront détaillés pour rappeler brièvement quelques modes simples de retournement d'aimantation. Par la suite, nous essaierons de placer notre travail dans un contexte historique en rappelant certaines études qui ont fait apparaître l'importance des interfaces magnétiques. Nous introduirons alors la notion de « Spring-magnet » et le phénomène de décalage d'échange ou « Exchange-bias ». Nous nous arrêterons plus particulièrement sur les effets « inhabituels » et mal compris observés dans les systèmes de type  $\text{FeF}_2/\text{Fe}$  ou  $\text{MnF}_2/\text{Fe}$ . En effet, des phénomènes identiques sont à l'origine de notre étude des configurations magnétiques des bicouches  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  présentée au chapitre III. Enfin, nous présenterons quelques notions de transport électronique dans les métaux non magnétiques et aimantés, nécessaires à la description des effets de magnétorésistance de paroi, sujet du quatrième chapitre de cette thèse.

## **I/ Moment magnétique et interactions magnétiques**

Les notions présentées dans cette partie ont été très largement traitées dans de nombreux ouvrages [Tre00][Asch02][Hub00][Her68] ; nous nous limiterons donc à un rapide résumé. Nous insisterons sur les spécificités magnétiques des atomes de Terres-Rares et des Métaux de Transition qui composent les échantillons étudiés dans notre thèse.

### **I.1) Moment magnétique**

Afin de décrire le magnétisme dans la matière, deux approches peuvent être distinguées : l'une est basée sur un modèle d'électrons itinérants et l'autre sur un modèle d'électrons localisés. Nous nous placerons dans cette dernière approche, considérant qu'à chaque atome de la matière est associé un moment magnétique. Cette hypothèse constitue une approximation raisonnable dans le cas des alliages à base de Terres-Rares.

#### **I.1.a) Moment cinétique**

Chaque atome est donc considéré comme porteur d'un moment magnétique total  $\vec{M}_T$ . Ce moment magnétique provient du nuage électronique de l'atome. Il tient compte du moment magnétique orbital  $\vec{M}_L$  et du moment magnétique de spin  $\vec{M}_S$ . Les moments magnétiques orbitaux et de spin sont proportionnels respectivement au moment cinétique orbital  $\vec{L}$  et de spin  $\vec{S}$  :

$$\vec{M}_L = g_L \mathbf{m}_B \vec{L} \quad (I.1) \quad \text{et} \quad \vec{M}_S = g_S \mathbf{m}_B \vec{S} \quad (I.2)$$

où  $m_B = \frac{e\hbar}{2m}$  est nommé magnétron de Bohr,  $g_l = 1$  et  $g_s = 2,0023$  sont les facteurs dits de Landé.

### I.1.b] Couplage spin-orbite et orbite-réseau

Pour un couple  $\vec{L}$  et  $\vec{S}$ , la valeur de  $\vec{M}_T$  dépend de la compétition entre le couplage « spin-orbite » et l'interaction du moment orbital avec le champ électrique cristallin ou « couplage orbite-réseau ». L'énergie d'interaction du couplage spin-orbite est définie par le Hamiltonien suivant :

$$H_{SO} = -\lambda \vec{L} \cdot \vec{S} \quad (I.3)$$

Le couplage entre le moment cinétique de spin et orbital provient du fait que dans le référentiel d'un électron, le mouvement du noyau crée un champ magnétique qui interagit avec le moment magnétique de spin. L'interaction orbite-réseau résulte du potentiel électrostatique présent dans un solide. Elle affecte les orbitales des électrons responsables du magnétisme, ce qui entraîne une anisotropie du moment cinétique orbital.

### I.1.c] Terres-rares (4f) et Métaux de transition (3d)

Afin d'illustrer l'influence du couplage spin-orbite et orbite-réseau, intéressons-nous au magnétisme des Terres-Rares porté par les électrons de la couche 4f et des Métaux de Transition porté par les électrons de la couche 3d (Figure I.1). L'interaction due au champ cristallin est de 2 ordres de grandeur plus faible pour les éléments 4f que pour les éléments 3d du fait que la couche 4f est beaucoup plus écrantée que la couche 3d par les couches plus externes. En revanche, pour les éléments 3d, le couplage spin-orbite est une perturbation devant le champ cristallin et le couplage spin-orbite est de 2 ordres de grandeur plus faible pour les éléments 3d que pour les 4f.

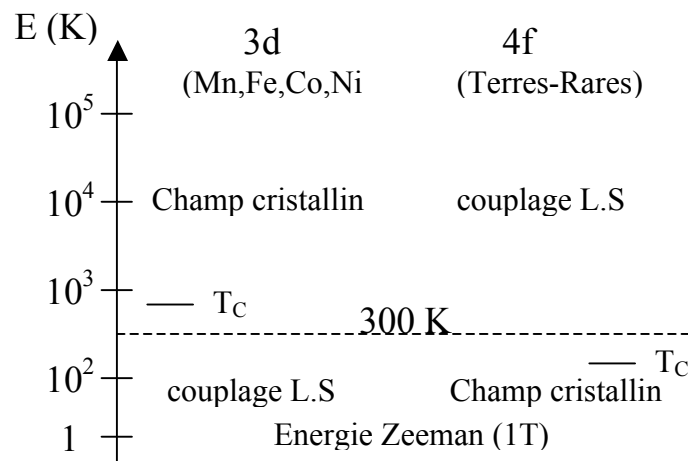


Figure I.1. Ordre de grandeur de l'énergie (en K) correspondant aux différentes interactions agissant sur le magnétisme des orbitales 3d (resp. 4f) de métaux de transition (resp. Terres-rares).  $T_C$  est la température de Curie. [Tre00]

Une levée de dégénérescence des niveaux d'énergie due au couplage spin-orbite est observée pour les électrons 4f, ce qui justifie l'apparition d'un moment cinétique total  $\vec{J}$  tel que :

$$\vec{J} = \vec{L} + \vec{S} \quad (I.4)$$

La couche 4f peut alors être remplie en suivant les règles de Hund :

- La valeur de  $S$  est la valeur maximale compatible avec le principe d'exclusion de Pauli.
- La valeur de  $L$  est définie comme la valeur maximale respectant la règle précédente.

Le moment magnétique atomique total est alors donné par :

$$\vec{m}_{4f} = g_J \mathbf{m}_B \vec{J} \quad (I.5)$$

Les Terres-Rares lourdes, dans lesquelles les états 4f sont plus qu'à moitié remplis, sont caractérisées par  $J = L + S$  tandis que le moment cinétique total des Terres-Rares légères, dont les états 4f sont moins qu'à moitié remplis, s'exprime comme  $J = |L - S|$ . Les valeurs de  $L$ ,  $S$ ,  $J$  ou  $g_J$  de Terres-Rares sont indiquées dans l'ouvrage [Tre00].

En revanche, dans le cas des éléments 3d, le champ cristallin important entraîne une extinction quasi-totale du moment cinétique orbital [Cra95] et le moment magnétique est alors exclusivement de spin.

$$\vec{m}_{3d} = g_S \mathbf{m}_B \vec{S} \quad (I.6)$$

A partir de ces valeurs de moments atomiques, il est possible de définir une aimantation comme la valeur moyenne des moments par unité de volume d'un ensemble d'atomes :

$$\vec{M} = \frac{\vec{m}}{V_m} \quad (I.7)$$

où  $V_m$  est le volume d'une maille atomique.

## **I.2) Interactions magnétiques**

Les moments magnétiques atomiques dans un solide sont soumis à quatre types d'interactions auxquelles correspondent les quatre énergies suivantes: l'énergie d'échange, l'énergie dipolaire, l'énergie d'anisotropie magnétocristalline, l'énergie Zeeman. Dans ce qui suit l'origine de ces différentes interactions est brièvement rappelée. Là encore, ces notions sont largement traitées dans la littérature universitaire [Kit83][Tre00][Hub00]. Lorsque nous écrirons une énergie, nous la noterons  $E$  tandis que nous utiliserons  $F$  pour décrire une densité volumique d'énergie et  $E_S$  pour une densité d'énergie surfacique.

### **I.2.a] Energie Zeeman**

L'application d'un champ magnétique externe  $\vec{H}$  sur un moment magnétique  $\vec{m}$  provoque l'apparition d'un couple qui s'écrit :

$$\vec{G} = \vec{m} \wedge \vec{H} \quad (I.8)$$

tandis que l'énergie résultante, appelée énergie Zeeman, s'écrit :

$$E_{Zeeman} = -\vec{m} \cdot \vec{H} \quad (I.9)$$

L'énergie Zeeman tend donc à aligner les moments magnétiques parallèlement au champ magnétique externe. Si l'on considère un film mince de volume  $V$  et d'aimantation uniforme  $\vec{M}$  dans un champ magnétique  $\vec{H}$  constant, l'énergie Zeeman s'écrit :

$$E_{Zeeman} = - \int_V \vec{M} \cdot \vec{H} dV \quad (I.10)$$

### I.2.b] Energie dipolaire : anisotropie de forme

Chaque moment magnétique d'un matériau magnétique subit, de la part des autres moments, une interaction dipolaire magnétique. Celle-ci décroît comme le cube de l'inverse de la distance entre moments. Le champ magnétique créé par un dipôle 1, représenté par un moment magnétique  $\vec{m}_1$ , sur un second dipôle 2 caractérisé par un moment  $\vec{m}_2$ , séparés d'une distance  $r_{12}$ , s'écrit :

$$\vec{H}_{dip} = \left[ 3 \frac{(\vec{m}_1 \cdot \vec{r}_{12}) \cdot \vec{r}_{12}}{r_{12}^5} - \frac{\vec{m}_1}{r_{12}^3} \right] \quad (I.11)$$

L'énergie d'interaction entre ce champ magnétique et le moment  $\vec{m}_2$  est appelée énergie dipolaire et est donnée par l'expression :

$$E_{dip} = -\vec{H}_{dip} \cdot \vec{m}_2 \quad (I.12)$$

Si l'on considère cette interaction entre deux moments portés par deux atomes voisins à l'intérieur d'un solide magnétique, elle est extrêmement faible devant l'énergie d'échange que nous introduisons dans la suite. En revanche, cette interaction devient prédominante à grande distance.

Afin de calculer le champ magnétique créé par un solide aimanté, il est commode d'introduire la notion de masses ou de charges magnétiques (Figure I.2). Par analogie avec les équations de l'électrostatique, on définit des charges magnétiques fictives de densité volumique  $\mathbf{r}_m$  et surfacique  $\mathbf{s}_m$  comme :

$$\mathbf{r}_m = -\text{div} \vec{M} \quad (I.13) \quad \text{et} \quad \mathbf{s}_m = \vec{M} \cdot \vec{n} \quad (I.14)$$

où  $\vec{M}$  est l'aimantation macroscopique du solide étudié et  $\vec{n}$  la normale à la surface considérée.

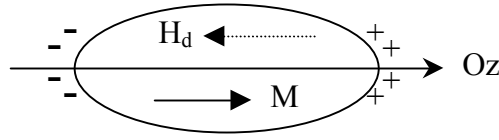


Figure I.2. Ellipsoïde uniformément aimanté selon son axe de révolution  $Oz$ , considéré comme son axe d'anisotropie magnétocristalline.  $\vec{H}_d$  est le champ démagnétisant provenant de l'existence de pôles magnétiques (signes + et -) en surface de l'ellipsoïde.

Lorsque l'aimantation est uniforme,  $\mathbf{r}_m = 0$ , et il ne faut plus tenir compte que des densités de charges magnétiques superficielles  $\mathbf{s}_m$ . De plus, dans le cas particulier d'un échantillon de forme ellipsoïdale uniformément aimanté, le champ généré par cette aimantation est :

$$\vec{H}_d = -4\pi N \cdot \vec{M} \quad (I.15)$$

où  $N$  est le tenseur des coefficients de champ démagnétisant. On notera que, pour un ellipsoïde rapporté à ses axes de symétrie, la matrice représentative de ce tenseur est diagonale et telle que :

$$\text{trace}(N) = N_{xx} + N_{yy} + N_{zz} = 1 \quad (I.16)$$

Si l'aimantation  $\vec{M}$  est orientée suivant l'un des axes,  $\vec{H}_d$  lui est colinéaire. Dans le cas d'une sphère, on en déduit facilement que  $N_{xx} = N_{yy} = N_{zz} = 1/3$ . Le cas particulier d'un ellipsoïde de révolution de longueur  $c$  selon l'axe de révolution  $z$  et de diamètre  $b$  perpendiculairement à cet axe est souvent utilisé. Si  $r = c/b > 1$  (ellipsoïde allongé) :

$$N_{zz} = N_{//} = \frac{1}{r^2 - 1} \left[ \frac{r}{\sqrt{r^2 - 1}} \text{arccch}(r) - 1 \right] \quad (I.17)$$

En revanche, si  $r = c/b < 1$  (ellipsoïde aplati), on a :

$$N_{zz} = N_{//} = \frac{1}{1 - r^2} \left[ 1 - \frac{r}{\sqrt{1 - r^2}} \arccos(r) \right] \quad (I.18)$$

avec dans les deux cas :  $N_{xx} = N_{yy} = N_{\perp} = (1 - N_{//})/2$ .

Il apparaît donc que, pour un matériau uniformément aimanté, le champ démagnétisant ne dépend que de la forme géométrique du solide considéré. On parle alors d'anisotropie de forme.

Dans le cas particulier de films minces, l'épaisseur de l'échantillon est généralement très faible devant ses tailles latérales ( $c \ll b$ ); par conséquent, une anisotropie de forme tend à garder les moments magnétiques dans le plan du film. La densité d'énergie de champ



démagnétisant agissant sur l'aimantation uniforme  $M_S$  du film mince, assimilé à un ellipsoïde très aplati ( $N \sim 1$ ) de volume  $V$ , est alors :

$$F_{dip} = 2\pi \vec{M} \cdot \vec{H}_d \approx 2\pi M_S^2 \quad (I.19)$$

où le terme  $\frac{1}{2}$  provient du fait que le champ démagnétisant n'est pas extérieur à la matière. En effet, c'est la matière elle-même qui l'engendre. On parle alors d'auto-énergie.

### I.2.c] Interaction d'échange

L'interaction d'échange directe entre deux moments magnétiques dans un solide a la même origine quantique que celle qui a lieu entre les électrons au sein d'un atome. En effet, lorsqu'on considère deux électrons, les corrélations entre les spins de ces deux électrons conduisent à une différence d'énergie entre les configurations parallèles (énergie  $E_1$ ) et antiparallèles (énergie  $E_2 < E_1$ ) de leur spins. Ceci provient du principe de Pauli qui stipule que deux électrons ne peuvent occuper le même état quantique. L'énergie du système formé par ces deux électrons s'écrit alors :

$$E(S_1, S_2) = -J_{12} \vec{S}_1 \cdot \vec{S}_2 \quad (I.20) \quad \text{avec} \quad J_{12} = (E_1 - E_2)$$

où  $J_{12}$  est la constante de couplage d'échange quantifiant la force du couplage entre les spins  $\vec{S}_1$  et  $\vec{S}_2$ . Cette énergie est définie à constante  $E_0$  près.  $E_0$  correspond à l'énergie des électrons de spin  $S_1$  et  $S_2$ , considérés comme indépendants.

Cette interaction entre les moments de spin a pour conséquence de lier les moments magnétiques atomiques. Dans un métal, ce sont les électrons de conduction qui sont responsables des interactions d'échange. Pour les métaux de transition, les électrons 3d sont à l'origine à la fois du moment magnétique et des interactions d'échange. Dans le cas des Terres-Rares, l'interaction d'échange provient des électrons de conduction (s, p et d) tandis que les électrons 4f sont à l'origine du magnétisme. C'est pour cette raison que le couplage d'échange est plus faible dans le cas des Terres-Rares que pour les Métaux de Transition (tableau I.1). Cette interaction entre les moments de spin est due au recouvrement entre les fonctions d'onde et peut être considérée en première approximation uniquement entre atomes premiers voisins.

Cette interaction induit un comportement collectif et un ordre à grande distance lorsque l'activation thermique est suffisamment faible. Dans le cas de matériaux ferromagnétiques (où  $J_{1,2} > 0$  dans tous le volume de l'échantillon), au-dessus d'une certaine température dite température de Curie  $T_C$ , l'ordre est détruit et l'on atteint alors un comportement dit paramagnétique. Notons qu'il existe différents types d'interactions d'échange selon qu'il s'agit d'isolant ou de métaux et selon les ions magnétiques (super-échange, de double échange, d'interaction RKKY ...). Nous nous limiterons à discuter, un peu plus dans le détail au chapitre II, les interactions d'échange présentes dans les alliages ferrimagnétiques à base de Terres-Rares et métaux de transition.

Lorsqu'on traite le cas particulier de configurations magnétiques dans le volume de matériaux magnétiques, on utilise des « densités d'échange ». Un cas d'école est le cas d'une chaîne de plans, composés de spins uniformément orientés, pour laquelle il est possible de définir une

« densité d'échange par unité de longueur »,  $A = -\frac{nJS^2}{a}$  ( en erg/cm) où  $a$  est la distance entre deux plans successifs et  $n$  le nombre de voisins d'un spin donné dans le plan suivant. Comme le système est latéralement uniforme, il suffit de calculer une énergie surfacique d'échange qui s'écrit alors :

$$E_s^{ech} = \int_{chaîne} A \left( \frac{\partial \mathbf{q}}{\partial x} \right)^2 dx \quad (I.21)$$

où  $\theta$  est l'angle entre deux spins successifs d'une chaîne de spins d'axe  $x$ . A partir de la densité d'échange par unité de longueur, il est possible de définir également une densité d'échange par unité de surface  $A' = A/a$  ( en erg/cm<sup>2</sup>). Nous utiliserons plus loin ces deux paramètres  $A$  et  $A'$ .

#### I.2.d] Anisotropie magnétocristalline

Dans un solide magnétique, les moments magnétiques atomiques interagissent avec le champ électrique des ions environnants par l'intermédiaire du couplage orbite-réseau et du couplage spin-orbite. Ainsi, la configuration du nuage électronique autour de l'ion magnétique est celle qui minimise les répulsions coulombiennes avec les nuages électroniques des atomes voisins. Une conséquence de cette interaction avec le réseau est l'apparition de l'anisotropie magnétocristalline.

Dans le cas des éléments 3d, l'anisotropie magnétocristalline est faible. En effet, l'origine du moment magnétique étant quasi-exclusivement due au moment cinétique de spin, le couplage entre le moment magnétique et le réseau est faible malgré la forte anisotropie du moment cinétique orbital résultant du couplage orbite-réseau (Figure I.1).

Dans le cas des Terres-Rares, bien que le couplage orbite-réseau soit relativement faible (en raison de l'écrantage des couches 4f), la présence d'un fort couplage spin-orbite entraîne une forte anisotropie du moment magnétique résultant (Figure I.1). L'anisotropie magnétocristalline des Terres-Rares est donc forte, à l'exception du gadolinium qui est un ion  $S$ , i.e. dépourvu de moment orbital ( $L = 0$ ). De manière générale, l'anisotropie agit individuellement sur chaque moment magnétique qu'elle tend à orienter selon une ou des directions du réseau, privilégiées du fait d'une symétrie particulière.

L'approche phénoménologique de l'anisotropie magnétocristalline consiste à considérer que l'énergie ne dépend que de l'orientation du moment. On exprime alors la densité d'énergie d'anisotropie  $F_a$  à l'aide d'un polynôme développé selon les puissances paires des cosinus directeurs de l'aimantation. Si on prend l'exemple d'une symétrie cubique, on a l'expression suivante.

$$F_a = K_1(\cos^2 \mathbf{f} \cdot \cos^2 \mathbf{q} + \cos^2 \mathbf{q} \cdot \cos^2 \mathbf{a} + \cos^2 \mathbf{a} \cdot \cos^2 \mathbf{f}) + K_2(\cos^2 \mathbf{f} \cdot \cos^2 \mathbf{q} \cos^2 \mathbf{a}) + \dots \quad (I.22)$$

où les  $K_i$  sont les constantes d'anisotropie et  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{f}$  et  $\mathbf{q}$  sont les angles entre le moment et les axes du trièdre  $(x,y,z)$  parallèles aux axes privilégiés du réseau cristallin, ici les axes

quaternaires. A chaque type de symétrie du cristal (hexagonal, quadratique, etc.), correspond une expression de l'énergie en fonction des cosinus directeurs.

Dans le cas particulier d'une anisotropie uniaxiale, on exprime la densité d'énergie d'anisotropie comme :

$$F_a = K_1 \sin^2 \mathbf{q} \quad (I.23)$$

où  $\mathbf{q}$  est l'angle entre un moment et son axe d'anisotropie local.

Cette expression s'applique également en première approximation aux symétries hexagonales et quadratiques, dans lesquelles le premier terme d'énergie est d'ordre 2 et les termes de degrés supérieurs sont négligés.

### I.2.e] Résumé des interactions

Le tableau I.1 résume les quelques notions abordées précédemment et présente les ordres de grandeur des différentes interactions liées au magnétisme des matériaux de Métaux de Transition et de Terres-Rares.

*Tableau I.1. Ordre de grandeur des caractéristiques magnétiques des métaux 3d et 4f.*

	Terres-Rares	Métaux de Transition
Orbital responsable du magnétisme	4f (plus localisé)	3d (moins localisé)
Origine du moment magnétique	$\vec{m}_{4f} = g_J \mathbf{m}_B \vec{J}$ avec $\vec{J} = \vec{L} + \vec{S}$	$\vec{m}_{3d} = g_S \mathbf{m}_B \vec{S}$
Valeur du moment	$m_{Gd} = 7.94 \mu_B/\text{atome}$ $m_{Tb} = 9.72 \mu_B/\text{atome}$	$m_{Fe} = 2,2 \mu_B/\text{atome}$
Couplage spin-Orbite (K)	10000	100
Couplage Orbite-réseau (K)	100	10000
Energie d'Echange (K)	10 à 300	500 à 1500
Température de Curie (K)	100	1000
Energie Zeeman (K)	1	1
Energie d'anisotropie (K)	$10^{-3}$ à $10^2$	0 à $10^{-2}$

### **Remarque :**

De manière générale, dans notre thèse, les grandeurs magnétiques sont exprimées en unités C.G.S. : les champs sont donnés en Oersted (1 Oe = 1 G =  $10^{-4}$  T =  $10^3/4\pi$  A.m<sup>-1</sup>), les aimantations en emu/cm<sup>3</sup> (1 emu/cm<sup>3</sup> =  $10^3$  A/m), les énergies surfaciques en erg/cm<sup>2</sup> (1 erg/cm<sup>2</sup> = 1 mJ/m<sup>2</sup>), les pressions sont décrites en Torr ou mTorr (1 Torr = 1,3 mbar = 133 Pa) et les résistances (resp. résistivité) sont exprimées en  $\Omega$  (resp.  $\Omega$ .cm).

## II/ Calcul micromagnétique

Cette thèse est dédiée à la compréhension de phénomènes survenant dans des films minces magnétiques monocouches ou multicouches [Tre00]. Comme nous le verrons aux chapitre III et IV, cela nous amène à étudier l'évolution des configurations des moments magnétiques dans l'épaisseur de la (ou des) couche(s) considérée(s). Pour décrire ces configurations magnétiques, une première approche consiste à considérer que l'aimantation est uniforme dans des plans (Ox, Oy) parallèles à la surface du film mince mais qu'elle peut varier avec l'épaisseur  $z$ . Le système est alors décrit par une fonction unidimensionnelle. Les configurations résultent de la compétition entre les différentes interactions décrites précédemment. Dans ce qui suit, nous allons décrire le calcul micromagnétique que nous avons utilisé dans cette thèse pour comprendre les comportements magnétiques de nos échantillons. Ce type de calcul, déjà très répandu pour l'étude des films minces, des multicouches couplées par échange [Wuc97] ou des structures « Spring-magnet » [Mib96] [Ful98] [Man 98], a été développé au sein du LPM par F. Montaigne.

### II.1) Développement du calcul micromagnétique

La théorie du micromagnétisme, telle qu'elle est généralement définie [Bro63], est conçue pour décrire des milieux ferromagnétiques et ferrimagnétiques continus. Elle passe sous silence les détails atomiques de l'origine de l'ordre magnétique, mais elle permet de décrire le magnétisme à l'échelle de quelques nanomètres. Ainsi, des variables continues sont utilisées pour décrire des grandeurs thermodynamiques telles que l'aimantation, les champs internes ou l'énergie du système, bien que leur source se trouve bien évidemment au niveau atomique. Ces variables continues doivent être, d'un côté, en accord avec la théorie de l'électromagnétisme de Maxwell et, d'un autre côté, cohérentes avec la description microscopique du ferromagnétisme. L'application de la théorie du micromagnétisme est donc limitée à des systèmes pour lesquels les grandeurs thermodynamiques varient peu d'une position à une autre position voisine.

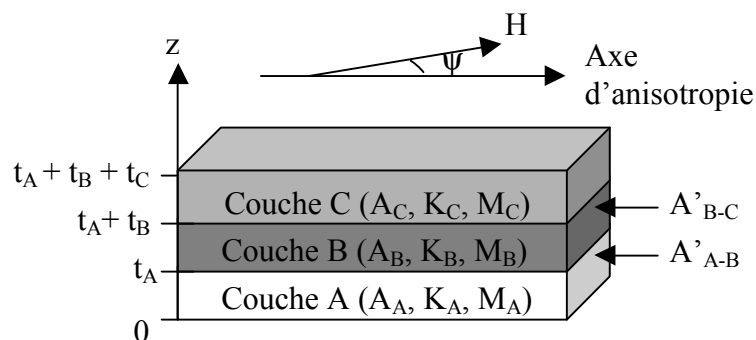


Figure I.3. Schéma représentant une tricouche ABC dont l'épaisseur totale est  $t_A+t_B+t_C$ . Chaque couche est caractérisée par sa constante d'échange  $A$ , d'anisotropie  $K$  et son aimantation  $M$ . Les paramètres  $A'$  correspondent aux constantes d'échange d'interface.  $H$  correspond à un champ appliqué dans le plan perpendiculaire à l'axe  $z$ .

Nous considérons dans notre calcul uniquement des films minces dont la surface latérale est infinie et dont l'aimantation reste dans le plan des couches ce qui nous permet de considérer un champ dipolaire nul. De plus, nous considérons que chaque couche présente une anisotropie uniaxiale et que tous les axes d'anisotropie sont parallèles entre eux (Figure I.3). Le but de notre calcul est d'obtenir l'ensemble des configurations magnétiques stables et métastables pour une orientation et une intensité de champ données.

Voyons tout d'abord les paramètres utilisés par le programme :

- le nombre de couches magnétiques (supposons ici 3 notées A, B et C)
- l'épaisseur de chacune des couches ( $t_A, t_B, t_C$ )
- l'aimantation de chacune des couches ( $M_A, M_B, M_C$ )
- la densité d'échange dans le volume de chacune des couches ( $A_A, A_B, A_C$ )
- La constante d'anisotropie dans le volume de chacune des couches ( $K_A, K_B, K_C$ )
- l'échange surfacique entre les plans d'interface ( $A'_{A-B}, A'_{B-C}$ )
- l'intensité du champ  $H$  ou la plage de champ souhaitée
- l'angle entre le champ  $H$  et l'axe d'anisotropie :  $\mathbf{Y}$
- un pas de discrétisation  $Dt$  (le pas d'épaisseur élémentaire de chaque sous-couche fictive) pour le résultat de la simulation.

Le programme calcule alors l'énergie magnétique surfacique de chaque couche comme la somme de l'énergie d'échange, de l'énergie d'anisotropie et de l'énergie Zeeman. [Her68] :

$$E_S = \int_{z=0}^t \left[ A \left( \frac{\partial \mathbf{q}}{\partial z} \right)^2 - M_S \cdot H \cos(\mathbf{q} - \mathbf{y}) + K \sin^2 \mathbf{q} \right] dz \quad (I.24)$$

où le premier terme de l'intégrale correspond à l'énergie d'échange, le second terme correspond à l'énergie Zeeman et le troisième terme est l'énergie d'anisotropie magnétocristalline due à un axe d'anisotropie unique.  $t$  est l'épaisseur de la couche considérée.

Pour calculer l'énergie totale de la tricouche, il faut ajouter l'énergie de couplage d'échange à l'interface de deux couches à l'énergie de chaque couche. Cette énergie entre une couche A et une couche B s'écrit :

$$E_S = -A'_{A-B} \cos(\mathbf{q}_A^i - \mathbf{q}_B^i) \quad (I.25)$$

où  $A'$  (en erg/cm<sup>2</sup>) est un terme de constante d'échange surfacique entre le dernier plan de chaque couche ;  $\mathbf{q}_A^i$  (resp.  $\mathbf{q}_B^i$ ) représente l'angle des moments de la dernière sous-couche fictive de la couche A (resp. B) à l'interface.

L'énergie totale de la tricouche est ainsi donnée par l'expression :

$$\begin{aligned}
E &= E_A + E_B + E_{A-B} + E_C + E_{B-C} \\
&= \int_0^{t_A} \left( A_A \left( \frac{\partial \mathbf{q}}{\partial z} \right) + K_A \sin^2 \mathbf{q} - H.M_A \cos[\mathbf{q} - \mathbf{y}] \right) dz \\
&\quad + \int_{t_A}^{t_A+t_B} \left( A_B \left( \frac{\partial \mathbf{q}}{\partial z} \right) + K_B \sin^2 \mathbf{q} - H.M_B \cos[\mathbf{q} - \mathbf{y}] \right) dz - A'_{A-B} \cos(\mathbf{q}_B^i - \mathbf{q}_A^i) \quad (I.26) \\
&\quad + \int_{t_A+t_B}^{t_A+t_B+t_C} \left( A_C \left( \frac{\partial \mathbf{q}}{\partial z} \right) + K_C \sin^2 \mathbf{q} - H.M_C \cos[\mathbf{q} - \mathbf{y}] \right) dz - A'_{B-C} \cos(\mathbf{q}_C^i - \mathbf{q}_B^i)
\end{aligned}$$

Cette expression complète nous permet de calculer les valeurs minimales de l'énergie de la tricouche et les configurations magnétiques qui leur sont associées en fonction de l'intensité et de l'orientation du champ magnétique. La méthode de minimisation est dérivée de la méthode du gradient [Gra10] [NumC]. Le principe du calcul est le suivant : le programme part d'une configuration magnétique initiale, et il fait varier les valeurs  $\mathbf{q}(z)$  selon la pente négative la plus forte de la courbe d'énergie, jusqu'à ce qu'il atteigne un minimum local [Jol03]. Pour chaque configuration initiale, il est donc possible d'atteindre un état métastable. Théoriquement, nous ne pouvons être sûrs de connaître tous les états métastables que si l'on considère toutes les configurations magnétiques. Pour des raisons pratiques, nous avons utilisé comme conditions initiales toutes les configurations où l'aimantation de chacune des couches est uniforme et son orientation colinéaire à l'axe d'anisotropie. Par exemple, dans le cas de 3 couches A,B,C, nous considérons les 8 configurations. Intuitivement il semble que tous les états métastables peuvent être atteints à partir de ces configurations, même si nous n'avons pu le vérifier rigoureusement que pour une couche unique. La prise en compte de la température sera effectuée au travers des valeurs des différents paramètres.

A la fin du calcul, le programme rend pour chaque champ magnétique :

- l'énergie de chacune des configurations ainsi que la contribution de l'énergie Zeeman, l'énergie d'échange totale (i.e. contenant l'énergie d'échange de volume et à l'interface) et l'énergie d'anisotropie à cette énergie totale.
- Les configurations magnétiques discrétisées, i.e. représentées sous forme d'une chaîne unidimensionnelle de « sous-plans » fictifs aimantés d'épaisseur  $Dt$  dont l'axe est perpendiculaire au plan de croissance des couches.

Notons que les pas de discrétisation choisis sont typiquement de l'ordre du nanomètre.

A partir des configurations magnétiques fournies par ce programme, il est possible de calculer les courbes d'aimantation ou de susceptibilité en fonction de l'intensité du champ magnétique. La courbe d'aimantation est définie comme la somme des projections de l'aimantation totale de chaque sous-couche sur l'axe du champ. La susceptibilité est donnée par la dérivée de l'aimantation par rapport au champ.

Voyons à présent, à titre d'exemple, les résultats fournis par ce calcul pour le cas simple d'une couche unique uniformément aimantée et possédant une anisotropie uniaxiale dans le plan de croissance. Ces approximations sont à la base du modèle de Stoner-Wohlfart dont les solutions peuvent être obtenues analytiquement.

## II.2) Application à une couche d'aimantation uniforme

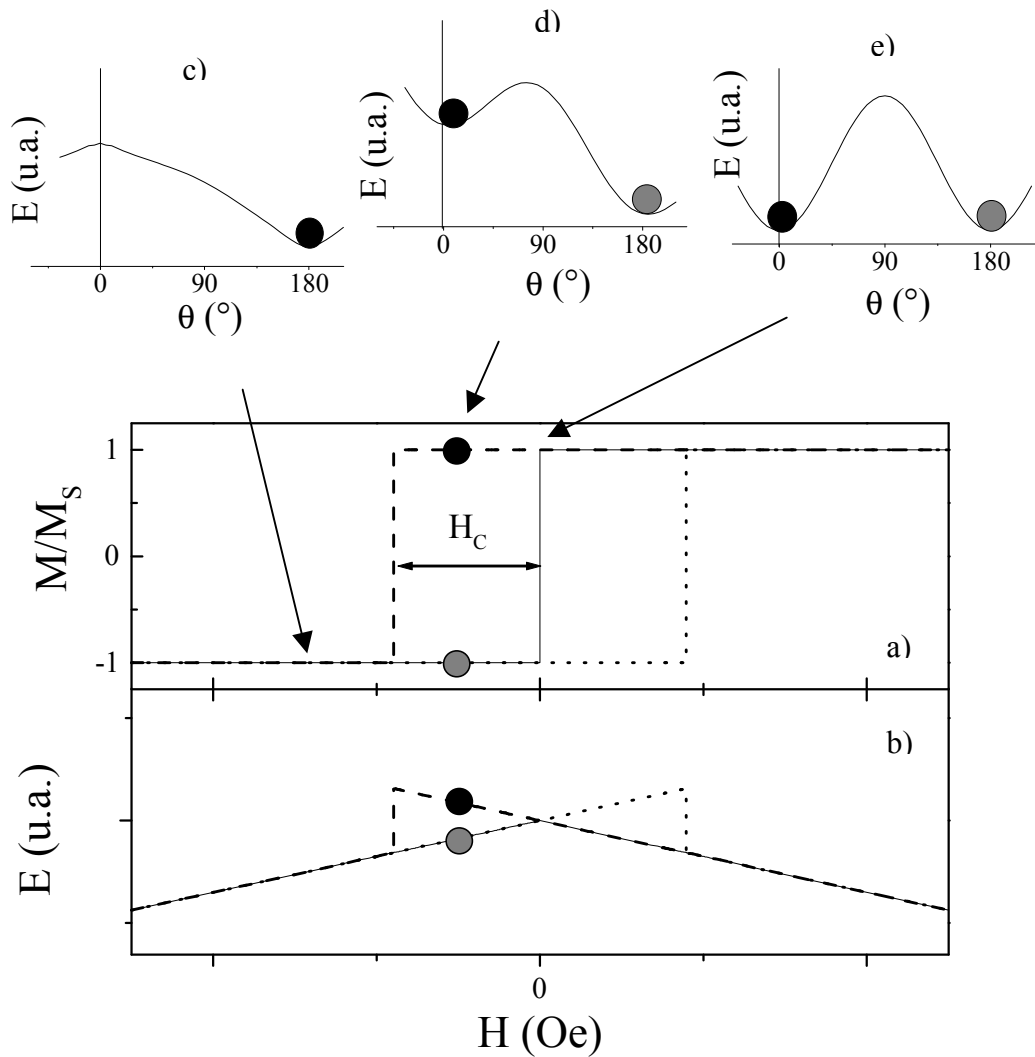


Figure I.4. a) Cycles d'hystéresis pour un macrospin soumis à un champ magnétique appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie. La courbe en trait plein correspond au cycle d'aimantation calculé lorsque le système est toujours dans l'état de plus basse énergie. Le trait discontinu (resp. en pointillés) représente l'évolution du système lorsque son aimantation pointe initialement vers les champs positifs (resp. négatifs). Un champ magnétique est appliqué sur cette couche colinéairement à son axe d'anisotropie. b) Le profil énergétique varie avec l'intensité du champ : c)  $H=0$ , d)  $0 < H < H_C$  et e)  $H = H_C$ .

Nous avons calculé à l'aide du programme micromagnétique précédent la courbe d'aimantation d'une couche simple portant une aimantation à saturation  $M_S$  lorsqu'un champ magnétique est appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie unique. Le résultat de ce calcul est présenté figure I.4a pour deux états initiaux différents (l'aimantation parallèle ou antiparallèle à la direction des champs positifs). La figure I.4b représente l'énergie de l'état atteint en fonction de l'intensité du champ pour les deux états initiaux. La courbe continue représentée figure I.4a correspond à l'aimantation mesurée lorsque le système est toujours dans l'état de plus basse énergie.

Soit  $\mathbf{q}$ , l'angle de l'aimantation de la couche mince par rapport à son axe d'anisotropie ; en champ nul, le profil d'énergie  $E(\mathbf{q})$  possède un maximum en  $\mathbf{q} = 90^\circ$  et deux minima en  $\mathbf{q} = 0^\circ$  et  $180^\circ$  (Figure I.4e). Ces états sont les deux états initiaux choisis par le programme. Lorsque l'intensité du champ augmente, ces deux minima se différencient énergétiquement (Figure I.4d). Au-delà d'une certaine valeur de champ, une seule solution est possible (Figure I.4c). L'aimantation de la couche est alors parallèle au champ magnétique, quel que soit son état initial.

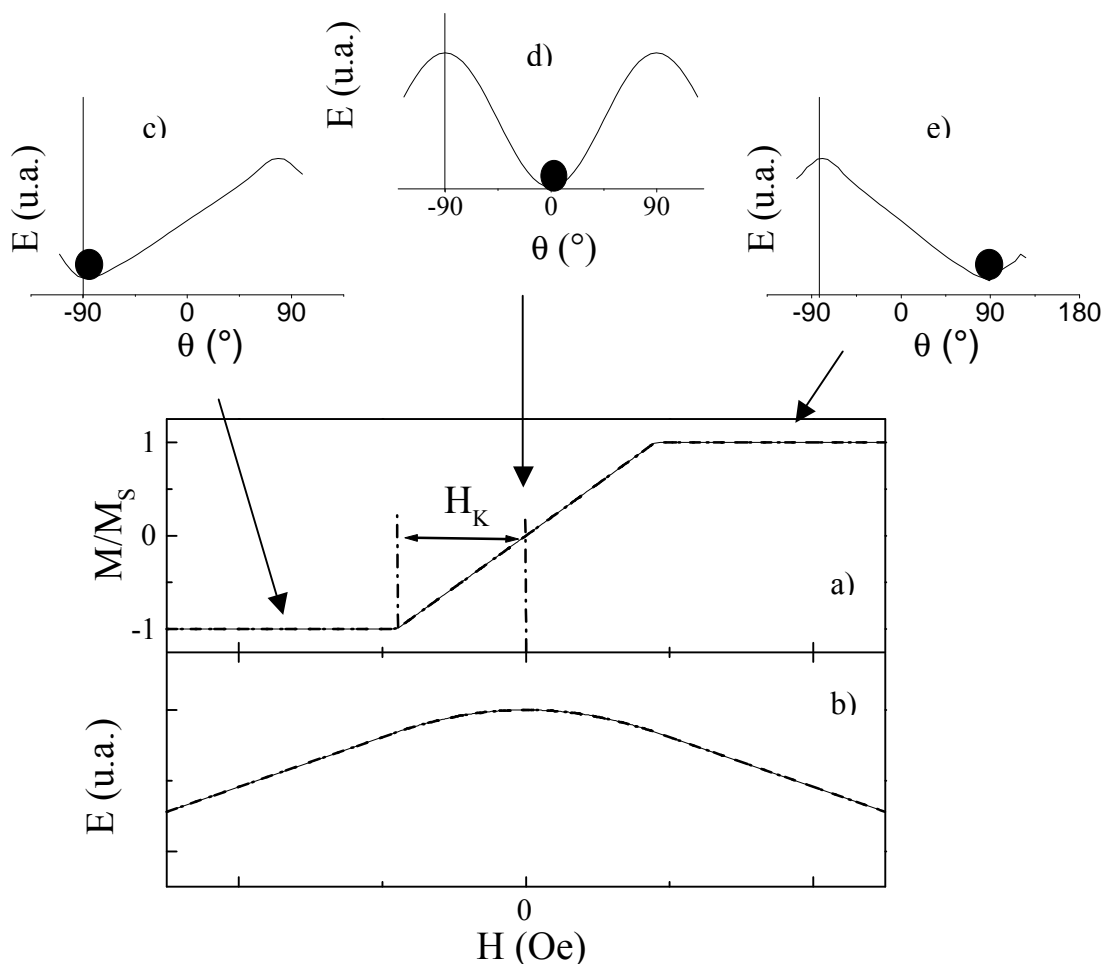


Figure I.5. a) Cycle d'hystérésis fourni par la simulation micromagnétique dans le cas d'une couche mince d'aimantation uniforme soumise à un champ magnétique appliqué perpendiculairement (dans le plan) à son axe d'anisotropie. b) Energie de ce système en fonction du champ pour deux états initiaux  $\mathbf{q} = 180^\circ$  et  $\mathbf{q} = 0^\circ$ . Le profil énergétique  $E(\mathbf{q})$  varie avec l'intensité du champ : c)  $H < -|H_K|$ , d)  $H = 0$  Oe et e)  $H > |H_K|$ .



On retrouve les résultats du modèle de Stoner-Wohlfart qui prévoit l'allure carrée des cycles d'hystérésis obtenus en appliquant le champ dans la direction facile. Dans ce modèle comme sur la figure I.4a, la hauteur de la barrière d'énergie entre les deux minima d'énergie s'annule pour une intensité de champ, appelé champ coercitif,  $H_C = H_K$  :

$$H_C = \frac{2K}{M_S} \quad (I.27)$$

où  $M_S$  est l'aimantation à saturation. On appelle champ d'anisotropie la valeur  $H_K$

Nous pouvons réaliser le même calcul dans le cas où le champ magnétique est appliqué perpendiculairement à l'axe de facile aimantation. Le résultat de ce calcul est présenté figure I.5a pour deux états initiaux différents. Quel que soit l'état initial, il existe une solution unique pour chaque intensité de champ magnétique. La variation de l'aimantation est, comme prévue par le modèle de Stoner-Wohlfart, linéaire entre les champs  $+H_K$  et  $-H_K$ , ce qui correspond à une rotation cohérente de l'aimantation (Figure I.5a). Cette évolution s'explique par la variation continue et réversible du minimum d'énergie de  $\mathbf{q} = 90^\circ$  à  $\mathbf{q} = -90^\circ$  (et vice versa) lorsque le champ passe des fortes intensités positives aux fortes intensités négatives (Figure I.5c-e).

Dans le cas d'une couche mince magnétique réelle, on observe généralement que  $H_K \gg H_C$ . En effet, le retournement de l'aimantation d'un film réel, dans le cas où le champ est appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie, se fait souvent par nucléation puis croissance d'un domaine magnétique d'aimantation renversée dont le volume initial est bien plus faible que le volume total de la couche mince : c'est à dire que l'aimantation ne reste pas uniforme et le retournement se fait d'abord localement (sur un défaut ou dans une zone de l'échantillon possédant des propriétés magnétiques différentes du reste du film mince) avant de s'étendre au reste de la couche. Cette remarque introduit la notion de domaines magnétiques que nous allons décrire brièvement dans le paragraphe suivant.

### **II.3) Limites du calcul micromagnétique et parois de domaines magnétiques**

Lorsqu'on observe une couche mince magnétique, on remarque souvent l'existence de domaines magnétiques (régions du solide d'aimantation uniforme) dont les aimantations respectives ne sont pas parallèles [Hub00]. La figure I.6 représente une image de spectroscopie Kerr de tels domaines apparaissant lors du renversement d'aimantation d'une couche cristalline de  $Gd_{40}Fe_{60}$  d'épaisseur 100 nm possédant une anisotropie uniaxiale dans son plan de croissance [Cor04]. Les zones claires et noires correspondent à des domaines d'aimantations pointant dans des directions opposées dans le plan du film. Le programme micromagnétique que nous avons décrit au paragraphe précédent prend en compte des couches latéralement infinies et dont l'aimantation (valeur et orientation) ne dépend que de la profondeur (chaîne de spins). Il ne peut donc pas rendre compte de tels domaines latéraux.

La région séparant deux domaines magnétiques est appelée paroi de domaines magnétiques. Dans cette région, l'aimantation évolue continûment de la direction d'aimantation du premier domaine à la direction d'aimantation du second domaine. Quelle que soit son origine, on appelle paroi de Bloch, un ensemble de spins, de moments ou de plans parallèles d'aimantation uniforme dont les directions d'aimantations évoluent de manière monotone

d'un site à l'autre le long d'un axe ( $Oz$ ) perpendiculaire à ces aimantations (Figure I.7). Lorsque la paroi de Bloch sépare deux domaines aimantés antiparallèlement, elle est appelée paroi à  $180^\circ$ .

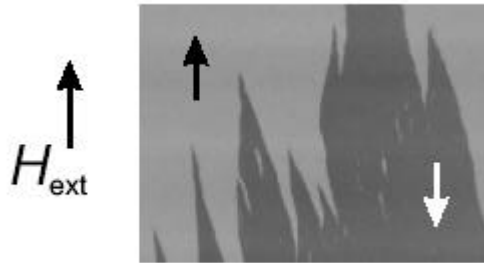


Figure I.6. Image de microscopie Kerr ( $200 \mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$ ) prise, à  $20 \text{ K}$ , sur un film mince de Verre/ $\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  ( $50 \text{ nm}$ )/ $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  ( $100 \text{ nm}$ )/ $\text{Al}$  ( $5 \text{ nm}$ ) à un instant du renversement de l'aimantation de la couche de  $\text{GdFe}$ . Le champ est appliqué le long de l'axe d'anisotropie de la couche de  $\text{GdFe}$  observée.

Dans les systèmes en couches très minces, les champs démagnétisants sont très importants dans la direction de l'épaisseur de la couche ; c'est pourquoi, en l'absence d'anisotropie perpendiculaire, l'aimantation des domaines s'oriente généralement dans le plan de cette couche. Considérons deux domaines adjacents séparés par une paroi à  $180^\circ$  au sein de ce matériau. Une paroi de Bloch amène des composantes de l'aimantation hors du plan, ce qui engendre du même coup une augmentation de l'énergie magnétostatique (Figure I.7a). Cette énergie magnétostatique est d'autant plus importante que le rapport épaisseur des couches sur largeur de paroi diminue. Par conséquent, pour des faibles épaisseurs de films magnétiques (inférieures à quelques dizaines de nanomètres typiquement), une autre structure de paroi, dite de Néel, est favorisée, dans laquelle les moments tournent autour de l'axe perpendiculaire au plan de la couche (Figure I.7b). Dans un cas de film mince magnétique d'épaisseur intermédiaire, on peut noter l'existence d'une structure formée de parois de Bloch et de parois de Néel appelé paroi Cross-tie.

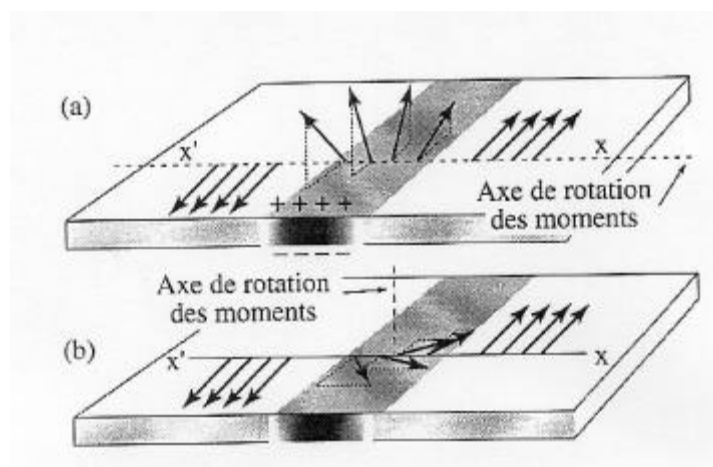


Figure I.7. Schémas d'une paroi de Bloch (a) et d'une paroi de Néel (b) dans un film mince magnétique.

Les parois les plus répandues sont certainement les parois à 180°, toutefois, elles ne sont qu'un cas particulier d'une zoologie beaucoup plus étendue. Diverses formes de parois magnétiques seront abordées plus loin dans ce chapitre lorsque nous traiterons le phénomène de magnétorésistance de paroi.

### **III/ Magnétisme d'interface**

Voyons à présent les propriétés spécifiques adoptées par un système composé de deux matériaux ayant des propriétés magnétiques et/ou structurales différentes, i.e. les conséquences de la création d'une interface structurale et/ou magnétique. Une interface structurale s'étend généralement sur quelques distances interatomiques; les distances typiques à considérer sont alors les tailles de marches atomiques, de joints de grains ou de dislocations, de quelques dizaines à plusieurs centaines d'Angströms. Pour l'interface magnétique, les distances caractéristiques sont les tailles des longueurs d'échange (typiquement la taille de parois de domaines magnétiques) qui peuvent varier de quelques dizaines à quelques centaines d'Angströms. Dans ce qui suit, nous allons nous attacher à décrire deux systèmes largement étudiés : les structures « Spring-magnet » formées de deux matériaux ferromagnétiques ou ferrimagnétiques de coercitivités différentes (doux/dur) et les systèmes présentant des effets de décalage d'échange: bicouches FerroMagnétique (FM)/ AntiFerromagnétique (AF).

#### **III.1) Structures « Spring-magnet »**

##### III.1.a] Définition

Un « Spring-magnet » est un système bicouche constitué d'un matériau magnétique « dur » de forte coercitivité et d'un matériau magnétique « doux » de faible coercitivité.

##### III.1.b] Matériaux génériques pour structures « Spring-magnet »

Les « Spring-magnets » se sont développés principalement avec l'amélioration des qualités d'évaporation et de croissance des multicouches cristallines épitaxiées permettant un bon contrôle de l'interface. Ce sont majoritairement des multicouches cristallines ou polycristallines. Les matériaux généralement utilisés pour former la couche douce sont des métaux de transition (Co, Fe) ou des alliages à base de Métaux de Transition (YFe, FeCo). Ces couches ont ainsi une aimantation importante et une anisotropie relativement faible. La couche dure est composée majoritairement d'un alliage de Terres-Rares et de Métaux de Transition. L'élément de Terres-Rares permet l'obtention d'une anisotropie magnétocristalline qui devient très intense à basse température tandis que l'élément de métal de transition assure une température de Curie assez élevée.

Les principales bicouches utilisées sont : SmCo/FeCo [Oma95], PrCo/Co [Liu98a], FePt/Fe [Liu98b], SmCo/Co [Ful99], TbFe/FeCo [Cho00], Tb/Fe [Jur99], TbFe<sub>2</sub>/YFe<sub>2</sub> [Fue01], DyFe<sub>2</sub>/YFe<sub>2</sub> [Ben03][Dum02] ou encore TbFe/GdFe [Man99a][Man99b]. Ces systèmes présentent une anisotropie planaire mais plusieurs études ont également été effectuées

utilisant des matériaux à anisotropie perpendiculairement au plan de croissance des couches [Kir02][Uwa02][Lin04].

### III.1.c] Propriétés magnétiques des Spring-magnets

Des études théoriques [Got65][Sab98] ont été menées pour déterminer l'évolution de leurs configurations magnétiques sous champ magnétique. Bien que la valeur du champ de retournement des aimantations de chacune des couches dépende des paramètres intrinsèques à chaque couche, l'épaisseur de la couche douce semble être le paramètre déterminant. Il est communément admis que le comportement magnétique de la bicouche est ainsi différent selon que l'épaisseur de la couche douce est inférieure ou supérieure à une valeur critique. Celle-ci est définie comme la moitié de l'épaisseur d'une paroi de domaines magnétiques de la couche dure [Sko93] [Lie97] :

$$t_{douce}^c \approx \frac{1}{2} \sqrt{\frac{A_{dure}}{K_{dure}}} \quad (I.29)$$

où  $A_{dure}$  et  $K_{dure}$  sont respectivement les constantes d'échange et d'anisotropie de la couche dure.

Pour des épaisseurs suffisamment fines de couche douce, le système se comporte comme un macrospin unique rigide. Le retournement  $H_N$  de la bicouche s'opère alors en une seule fois et la valeur du champ de retournement macrospin est une moyenne des propriétés coercitives des couches dures et douces [Sko93] :

$$H_N = \frac{2(t_{dure} K_{dure} + t_{doux} K_{doux})}{t_{dure} M_{dure} + t_{doux} M_{doux}} \quad (I.30)$$

Ces propriétés ont été étudiées dans le but d'améliorer les caractéristiques des aimants permanents suite aux prévisions faites par Kneller et Hawing [Kne91] [Ful99].

Lorsque l'épaisseur de la couche douce est supérieure à l'épaisseur critique, le retournement de l'aimantation de cette couche a lieu pour des champs bien inférieurs à ceux nécessaires au renversement intrinsèque de la couche dure [Got65]. Un cycle d'hystérésis typique obtenu pour une bicouche Spring-magnet avec un couplage interfacial ferromagnétique est représenté sur la figure I.8. Après saturation en champ positif, le champ est renversé; lorsqu'on atteint  $H_{ex}$ , un saut d'aimantation se produit provenant d'un retournement d'aimantation dans la couche douce. La configuration magnétique du système après ce premier renversement est schématisée figure I.8b.

Le couplage d'échange à l'interface bloque, les moments interfaciaux de la couche douce dans le sens de l'aimantation de la couche dure tandis que les moments de la couche douce loin de l'interface sont entraînés par le champ [Ful99]. Une paroi magnétique se crée alors au sein de la couche douce (Figure I.8b). Une telle structure magnétique est identique à une paroi de domaines magnétiques de type Bloch (Figure I.7). En considérant que la couche dure n'est pas affectée par le renversement d'aimantation de la couche douce, la valeur du champ dit

d'échange  $H_{ex}$  est donnée par la compétition entre le couplage d'échange interfacial, le couplage d'échange dans le volume de la couche douce et l'énergie Zeeman :

$$H_{ex} = \frac{DE_{interface}}{2M_{douce}t_{douce}} \quad (I.31)$$

où  $DE_{interface}$  est l'énergie d'échange et d'anisotropie de la paroi magnétique dans la couche douce après renversement.

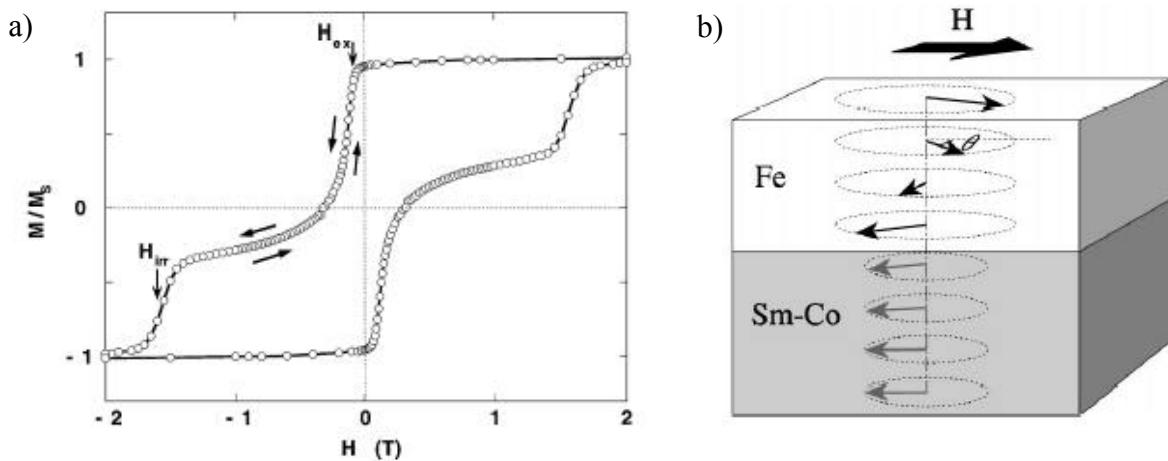


Figure I.8. a) Cycle d'hystérésis d'une bicouche « Spring-magnet » dans le cas où  $t_{douce} > t_{douce}^c$ . b) Schéma de la configuration magnétique adoptée par une bicouche Fe/SmCo, formée d'une couche supérieure douce superposée à une couche magnétiquement dure, soumise à un champ magnétique intermédiaire entre  $H_{ex}$  et  $H_R$  [Ful99].

Lorsque l'intensité du champ dépasse  $H_{ex}$ , la paroi est comprimée contre la couche dure jusqu'à ce que le champ atteigne une valeur ( $H_R$ ) suffisante pour retourner l'aimantation de la couche dure. L'évolution de la paroi avant  $H_R$  est un phénomène de compression parfaitement réversible. Il a déjà été montré que le calcul micromagnétique présenté au paragraphe « II.1 » permet de rendre compte des comportements des structures Spring-magnet [Ful99][Man98]. La figure I.9a représente la courbe d'aimantation, en fonction du champ, fournie par la simulation micromagnétique dans le cas d'une bicouche douce (50 nm)/dure (50 nm). L'aimantation de la couche dure est conservée fixe ; l'aimantation des deux couches vaut  $500 \text{ emu/cm}^3$ , le champ d'anisotropie de la couche douce est 200 Oe, la constante d'échange au sein de la couche douce vaut  $1.10^{-7} \text{ erg/cm}$  tandis que  $A' = 10 \text{ erg/cm}^2$  à l'interface. La simulation reproduit les comportements magnétiques observés expérimentalement (Figure I.8). La Figure I.9b représente l'évolution calculée de la paroi magnétique dans la couche douce en fonction du champ magnétique. La compression de la paroi lorsque l'intensité du champ augmente entre  $H_{ex}$  et  $H_R$  est bien caractérisée. Ces résultats sont en bon accord avec les résultats fournis par le calcul analytique développé par A. Bill et H.R. Braun dans le cas d'un système bicouche doux/dur auquel on applique un champ parallèlement à un axe d'anisotropie uniaxiale commun aux deux couches [Bil04]. On peut également noter que nous avons comparé avec succès les résultats obtenus à l'aide de la simulation micromagnétique aux

résultats d'un calcul analytique permettant d'obtenir l'énergie et la configuration magnétique d'une paroi semi-infinie en fonction de l'intensité du champ (Annexe III).

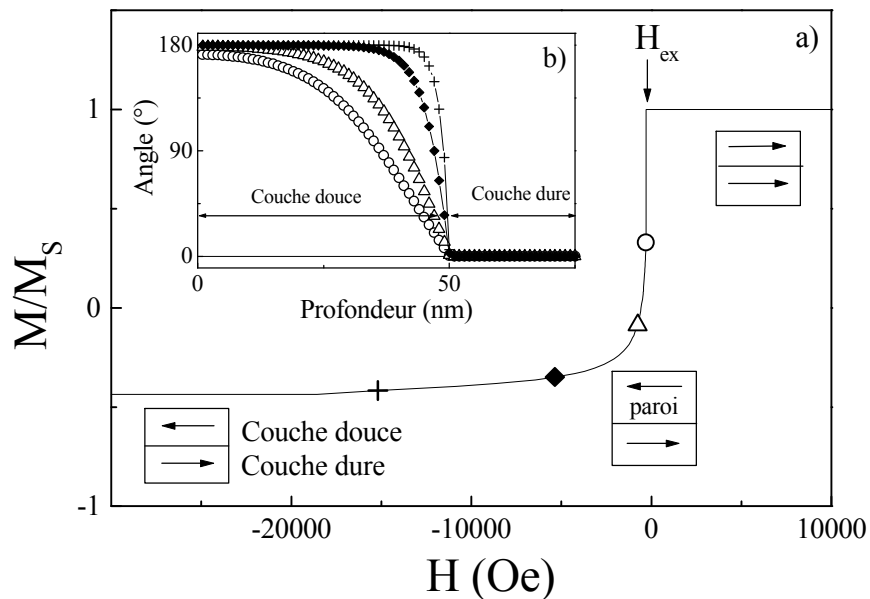


Figure I.9. a) Courbe d'aimantation simulée pour une bicouche douce (50 nm)/ dure (50 nm). L'aimantation de la couche dure est conservée fixe ; l'aimantation des deux couches vaut  $500 \text{ emu/cm}^3$ , le champ d'anisotropie de la couche douce est  $200 \text{ Oe}$ , la constante d'échange au sein de la couche douce vaut  $1.10^7 \text{ erg/cm}$  tandis que  $A' = 10 \text{ erg/cm}^2$  à l'interface. b) Angles des moments en fonction de leur profondeur dans la bicouche pour  $H = 300 \text{ Oe}$  (ronds),  $775 \text{ Oe}$  (triangles),  $5400 \text{ Oe}$  (losanges) et  $15000 \text{ Oe}$  (croix).

*L'étude des configurations magnétiques ou des modes de renversement des systèmes doux/durs [Sai03], ou encore l'étude de la coexistence des différentes chiralités de parois au sein de ce type de bicouche [Jia02][Hen04] sont toujours des sujets d'actualité. De plus, la capacité des « Spring-magnets » à créer une paroi magnétique artificielle de type Bloch dans leur volume fait de ces structures un outil modèle pour étudier les parois magnétiques et leurs influences [Man99a][Man99b]. Nous verrons plus loin dans ce chapitre que de telles bicouches s'avèrent ainsi parfaitement adaptées à l'étude de la magnéto-résistance de paroi. Enfin, le calcul micromagnétique simple développé ci-avant peut rendre compte des configurations magnétiques des systèmes « Spring-magnets » en fonction de l'intensité et de l'orientation d'un champ magnétique appliqué [Mon03].*

### **III.2) Bicouches AF/FM et phénomènes de décalage d'échange ou « Exchange-bias »**

Les systèmes bicouches formés d'une couche antiferromagnétique (AF) couplée à une couche ferromagnétique (FM) sont probablement les structures dans lesquelles les phénomènes d'interface ont suscité le plus grand intérêt ces 10 dernières années. Cet engouement est dû à l'effet de décalage d'échange observé dans de tels systèmes. Outre la motivation fondamentale, et malgré les difficultés de modélisation persistantes de ce phénomène, l'étude du couplage d'échange dans les bicouches AF/FM a été fortement accélérée depuis les années

90 grâce aux nouveaux besoins technologiques de la spintronique [Die91][Par99][Bar02]. La manifestation la plus spectaculaire de ce phénomène est le décalage du cycle d'hystérésis du matériau ferromagnétique d'un champ  $H_E$  par rapport à l'axe de champ nul (Figure I.10). Cette propriété est généralement observée après refroidissement de la bicouche en dessous d'une température critique notée  $T_B$  (pour température de blocage) sous un champ magnétique de refroidissement  $H_{cf}$ . Pour la très grande majorité des systèmes FM/AF, l'amplitude du champ d'échange,  $H_E$ , dépend peu ou pas de l'intensité de  $H_{cf}$  et son signe est systématiquement opposé au champ de refroidissement  $H_{cf}$  ( $H_E < 0$ ). Comme nous le verrons, un petit nombre de systèmes F/AF, tels que Fe/FeF<sub>2</sub> et Fe/MnF<sub>2</sub>, se distinguent. Pour ces systèmes en effet, le champ d'échange varie avec  $H_{cf}$  et il peut passer d'une valeur négative pour de faibles valeurs de  $H_{cf}$  à positive à fort  $H_{cf}$ . Ces effets sont accompagnés d'une évolution du champ coercitif avec  $H_{cf}$ , ainsi qu'un décalage du cycle d'hystérésis le long de l'axe des aimantations ; on notera  $M_{Shift}$  le décalage en aimantation

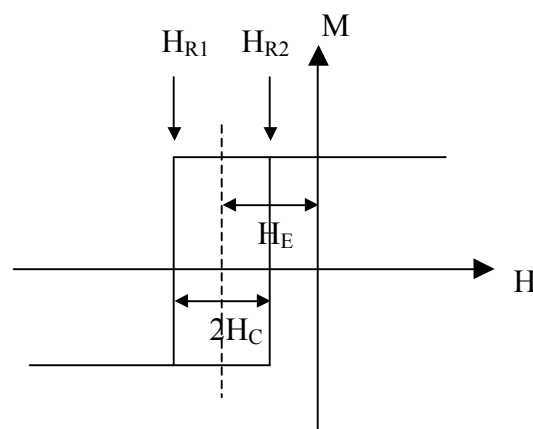


Figure I.10. Schéma du cycle d'hystérésis d'une couche ferromagnétique décalé par échange.  $H_E$  est nommé décalage d'échange ou champ de décalage,  $H_C$  est le champ coercitif,  $H_{R1}$  et  $H_{R2}$  sont les champs de retournement des branches descendante et ascendante.

Les propriétés particulières liées au couplage d'échange dans les systèmes FM/AF ont donné lieu à une multitude de résultats expérimentaux, expliqués par de nombreux modèles théoriques. Un grand nombre d'entre eux sont rapportés dans les publications de revue suivantes [Ber99], [Nog99], [Sta00] et [Kiw01]. Celles-ci permettent d'avoir une vision d'ensemble des connaissances et des questions au commencement de notre thèse. Les difficultés inhérentes à l'étude des AF, la diversité des matériaux (AF mais aussi FM) utilisés, ainsi que les très nombreuses procédures expérimentales pratiquées ont souvent mené à des résultats divergents. Il devient clair que la prise en compte des propriétés intrinsèques à chaque système est nécessaire pour décrire l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus. Le but n'est alors plus de trouver un modèle universel mais plutôt de trouver un modèle adapté à chacun des systèmes.

Dans ce qui suit, nous allons nous attacher à décrire brièvement la découverte et le modèle originel utilisé pour décrire l'effet d'Exchange-bias. Nous distinguerons ensuite deux grandes familles de modèles: l'une considérant la formation de domaines latéraux, l'autre la formation d'une paroi d'interface.

### III.2.a] Découverte et modèle originel de l'effet de décalage d'échange

Le couplage d'un matériau antiferromagnétique avec un matériau ferromagnétique FM change les valeurs du champ de retournement de l'aimantation du matériau FM. Cette manifestation spectaculaire du couplage d'échange interfacial FM/AF a été observée pour la première fois en 1956 par Meiklejohn et Bean [Mei56] sur des particules de Co oxydées en surface. L'expérience fut la suivante. A température ambiante, un champ magnétique est appliqué sur les particules de Co oxydées. Les particules sont ensuite refroidies à 77 K ( i.e. en dessous de la température de Néel du CoO , environ 293 K pour le matériau massif) sous un champ de 10 kOe. Un cycle d'hystérésis de l'ensemble des particules est alors réalisé et comparé au résultat de la même mesure opérée après refroidissement sous champ nul. Deux différences apparaissent entre elles. La première est la valeur du champ au centre du cycle, i.e. le cycle d'hystérésis des particules refroidies sous champ est décalé par rapport au champ zéro; la seconde est la coercitivité du retournement de l'aimantation des particules, i.e. la coercitivité des particules refroidies sous champ est supérieure à celle des particules refroidies sous champ nul. La même comparaison est réalisée sur des particules non oxydées ; aucune différence n'apparaît entre les deux modes de refroidissement. Le couplage magnétique entre le Co de cœur et la pellicule de CoO (matériau AF) le recouvrant est donc clairement responsable de ces changements de comportements magnétiques.

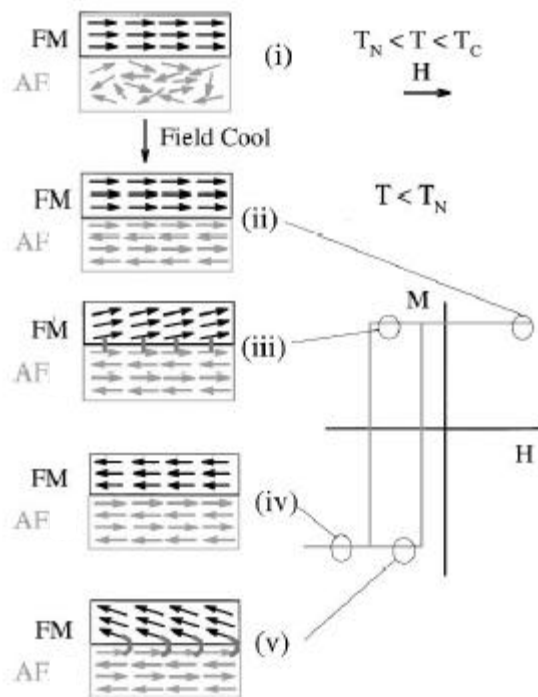


Figure I.11. Représentation schématique des configurations magnétiques adoptées à l'interface d'une bicouche FM/AF pour  $T > T_N$  (i) et à différents champs du cycle d'hystérésis du FM couplé par échange avec l'AF mesuré à  $T < T_N$  (ii-v) dans le modèle de Meiklejohn et Bean [Nog99].

L'explication originelle du phénomène de décalage d'échange, détaillée dans la figure I.11, est directement reliée aux propriétés intrinsèques de la couche AF. (i) Au dessus de la température de Néel, la couche de CoO est paramagnétique ; l'application d'un champ permet d'orienter les spins de la couche FM, sans agir directement sur l'orientation des spins de la couche AF



qui porte une aimantation résultante nulle. Toutefois, il existe un couplage magnétique (ferromagnétique dans le cas CoO/Co) qui tend à aligner les spins de la couche FM aux spins de l'AF à l'interface entre les deux couches. Donc, on peut considérer que, majoritairement, les spins de la couche AF d'interface, au-dessus de la température de Néel, tendent à s'orienter parallèlement à l'aimantation de la couche ferromagnétique donc parallèlement au champ. (ii) Lorsque l'on refroidit la bicouche sous ce champ magnétique, l'orientation des spins de la couche AF est bloquée à l'interface dans la direction dans laquelle ces spins pointaient au-dessus de la température de Néel. (iii et iv) L'augmentation de l'anisotropie des spins de l'AF en dessous de  $T_N$  (dans la suite nous ne distinguerons pas la température de Néel et la température de gel par souci de clarté), ainsi que son aimantation macroscopique nulle, font que, lorsque le champ est orienté dans la direction négative, il y a compétition entre l'énergie Zeeman qui pousse les spins FM à suivre le champ et le couplage ferromagnétique avec les spins d'AF bloqués. Par conséquent, il faut une valeur de champ négative plus importante pour retourner l'aimantation de la couche FM que celle nécessaire dans le cas de la même couche FM seule. (v) La seconde branche ascendante du cycle est également décalée du fait de la même compétition.

Ce modèle s'applique au cas d'une couche AF dont l'interface parfaite (plane) est totalement non compensée, i.e. le dernier plan de spins en contact avec la couche FM est uniformément aimantée. Le volume d'un tel AF est par conséquent composé d'une succession de plans magnétiques portant une aimantation identique et couplés antiparallèlement entre eux. **Meiklejohn et Bean**, dans leur modèle, considèrent plusieurs approximations simplificatrices [Mei56][Mei62]. La première est que l'anisotropie de l'AF en dessous de  $T_N$  est très nettement supérieure à celle de la couche FM et qu'il est par conséquent possible de considérer l'aimantation de l'AF comme gelée (fixe) le long de son axe d'anisotropie. Ceci permet de supprimer le terme d'anisotropie dans la couche AF. Ils considèrent également le cas le plus simple où le champ est appliqué le long de l'axe facile unique des couches FM et AF. Ces larges approximations conduisent à une expression simplifiée de l'énergie prenant en compte l'énergie Zeeman due à l'aimantation de la couche FM et le terme de couplage d'échange interfacial.

Le champ d'échange obtenu par Meiklejohn et Bean s'exprime alors comme :

$$H_E = \frac{J_{AF/FM}}{M_{FM} t_{FM}} \quad (I.32)$$

Dans ce modèle, le décalage d'échange est donc dû à la compétition entre l'interaction Zeeman et le couplage d'interface FM/AF. Le premier tend à aligner l'aimantation FM parallèle au champ. Le couplage d'échange entre l'aimantation fixe de la dernière couche AF et l'aimantation FM tend à aligner les moments FM parallèlement aux moments AF lorsque le couplage est ferromagnétique [Mei56]. Il met également en avant l'aspect uniquement interfacial de ce phénomène. On comprend en effet que, lorsque l'épaisseur de la couche FM croît, l'énergie Zeeman au sein du volume de la couche FM contrebalance l'échange d'interface, jusqu'à le dominer pour les fortes épaisseurs. Ce modèle permet donc une explication qualitative du décalage d'échange [Mei62]. Toutefois, les valeurs du champ de décalage trouvées par ce modèle sont de deux à trois ordres de grandeur supérieures aux valeurs expérimentalement observées.

Afin de résoudre cette difficulté, il est nécessaire de considérer un ordre magnétique non uniforme au sein du matériau AF. Deux grandes familles de modèles ont été proposées ; la première considère la formation de domaines latéraux tandis que la seconde prend en compte la formation d'une configuration magnétique non uniforme dans l'épaisseur de type paroi d'interface. Enfin, si certaines rares théories prévoient un phénomène de décalage d'échange pour des AF parfaits, i.e. totalement compensés [Koo97], un nombre croissant d'expériences tend à montrer que les matériaux antiferromagnétiques réels possèdent une aimantation résultante non nulle et à relier celle-ci aux phénomènes de décalage d'échange [Kuc06].

### III.2.b] Domaines latéraux

L'un des modèles permettant de donner une valeur de champ de décalage d'échange en accord avec certains résultats expérimentaux est le modèle dit « random field model » proposé par **Malozemoff** [Mal87][Mal88]. Ce modèle considère la formation de domaines magnétiques dans la couche AF justifiés par la présence de marches atomiques à l'interface de la bicouche AF/FM (Figure I.12). Il considère une interface AF compensée avec une rugosité représentée par l'incursion de moments AF dans la couche FM et fait l'hypothèse que la couche FM est magnétiquement monodomaine. Ces domaines apparaissent en dessous de la température de Néel et sont alors séparés entre eux par des parois magnétiques dont l'axe de rotation est dans le plan des couches. Malozemoff montre que l'énergie de la bicouche est minimisée lorsque la taille latérale de ces domaines est maximum. La limitation de l'extension de ces domaines est alors conditionnée par la taille minimum possible des parois magnétiques qui dépend des caractéristiques intrinsèques du matériau AF ( $K_{AF}$  et  $J_{AF}$ ) [Mal88]. De nombreux travaux démontrent l'existence de domaines latéraux dans des systèmes variés comme Co/LaFeO<sub>3</sub> [Sch04], Fe/IrMn [Cor04], Co/NiO [Ohl01a], etc. [Nog99]. Il faut toutefois noter que la rugosité n'est pas le seul défaut susceptible de créer des domaines latéraux.

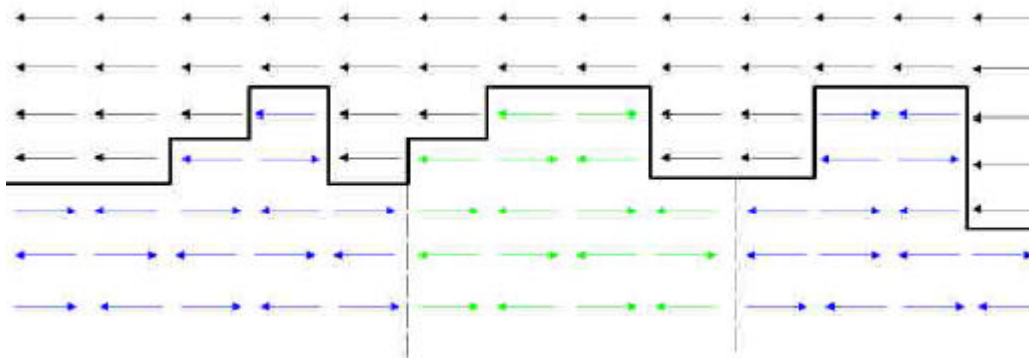


Figure I.12. Représentation de la division de la couche AF en domaines proposée par le modèle de Malozemoff.

Les cas d'insertion d'impureté ou de désordre atomique sont deux exemples de défauts de volume pouvant exister au sein d'une couche magnétique et capables d'y générer des domaines magnétiques. Différents modèles théoriques ont été avancés pour comprendre l'influence de ces défauts. **Nowak et al.** ont réalisé des calculs numériques (simulation Monte Carlo) pour étudier l'effet d'impuretés non magnétiques insérées dans une couche AF sur les

phénomènes d'échange [Now02][Kel02]. Ils démontrent que la présence de ces impuretés induit la création de domaines magnétiques de volume ainsi que l'existence de spins AF non compensés. Les résultats de ces calculs sur l'effet de dilution ont été vérifiés dans des systèmes tels que CoO [Hon06][Mil00], IrMn [Ali03] ou LaFeO<sub>3</sub> [Sch00]. Enfin, lorsqu'on sort du cas simple des matériaux cristallins dans lequel nous nous étions implicitement placés jusque-là, et que nous envisageons le cas des matériaux polycristallins, un nouveau type de défauts s'ajoute à ceux précédemment cités. Les joints entre les grains d'un tel matériau peuvent ainsi favoriser l'apparition de parois magnétiques inter-grains dans le volume du matériau AF [Sti99a][Sti99b]. La prise en compte des joints de grains amène *Stiles et al.* à des résultats assez similaires à ceux obtenus dans le cas d'impuretés.

Les défauts contenus dans la couche antiferromagnétique d'une bicouche AF/FM sont donc susceptibles d'induire, quel que soit leur type, la formation de domaines magnétiques latéraux au sein de cette couche. La taille et la forme de ces domaines dépendent de l'anisotropie et de l'épaisseur de la couche AF ainsi que de la densité de défauts. Le fait que chacun de ces domaines soit de taille finie induit mathématiquement la présence de spins non compensés en leur sein [Hon06]. Durant le refroidissement sous champ de l'échantillon jusqu'à une température inférieure à la température d'ordre du matériau AF, ces spins non compensés tendent à s'orienter parallèlement à l'aimantation de la couche ferromagnétique et par conséquent, en dessous de la température d'ordre, une aimantation résultante non-nulle apparaît au sein du matériau AF. Sa composante interfaciale est alors à la base du mécanisme de décalage d'échange. L'existence de spins non compensés dans diverses couches AF couplées à des couches ferromagnétiques a été expérimentalement démontrée dans divers cas tels que NiO/Co ou IrMn/Co [Ohl03][Eim04][Ohl01b]. Le remplacement du plan interfacial AF uniformément aimanté du modèle simple de Meklejohn et Bean par la faible densité de spins non compensés mesurée permet d'atteindre un bon ordre de grandeur du décalage d'échange [Kuc06]. Il est à noter qu'au-delà d'une certaine densité de défauts, l'interaction d'échange à l'interface devient trop faible ou l'ordre magnétique au sein du matériau AF devient insuffisant et le décalage d'échange disparaît [Par96][Soe96][Mil00].

Le modèle de Meklejohn et Bean ou le «random field model» de Malozemoff font l'hypothèse forte d'une structure magnétique AF complètement figée en dessous de la température de blocage. Pourtant, de nombreux résultats expérimentaux ont prouvé l'existence de réorganisations réversibles ou irréversibles des configurations magnétiques de la couche AF en dessous de cette température [Sch04][Cor04][Hoc02].

### III.2.c] Paroi d'interface

Une valeur du champ d'échange théorique conforme aux valeurs expérimentales peut aussi être obtenue en considérant la présence d'une paroi de domaines à l'interface FM/AF. On rejoint alors une situation proche de celle des structures Spring-magnet. *Néel* améliore le modèle de Meklejohn et Bean en subdivisant les couches AF et FM en plans d'aimantations uniformes et en autorisant la rotation de l'aimantation de chacun de ces plans en fonction de leurs propriétés d'anisotropie, d'échange et l'importance de leur aimantation [Nee67]. Cette idée est reprise de manière plus restreinte par *Mauri et al.* en 1987. Ils supposent un macrospin FM et la possibilité d'une rotation réversible des spins interfaciaux uniquement dans l'AF lorsque l'aimantation de la couche FM se retourne. Les spins AF loin de l'interface ne subissant pas l'effet du couplage d'échange ferromagnétique interfacial, ils restent bloqués [Mau87]. Il se forme une paroi magnétique dans la profondeur de la couche AF (Figure I.13).

L'introduction de ces mouvements dans l'AF permet d'obtenir des valeurs de champ d'échange proches des valeurs expérimentales dans certains systèmes [Mau87].

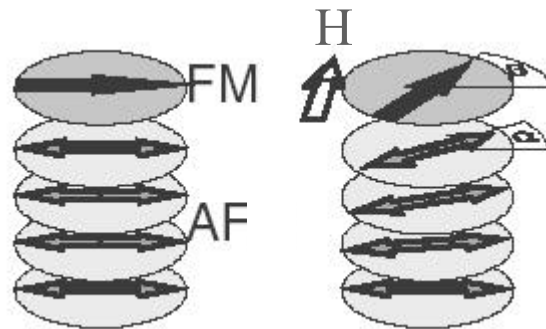


Figure I.13. Evolution de la configuration magnétique des spins AF d'une couche de NiO couplés à une couche ferromagnétique (FM) en fonction de l'orientation du champ magnétique externe et de l'aimantation FM [Sch04].

L'évolution très récente des moyens de visualisation des spins AF a permis de pouvoir confirmer les prévisions de Mauri sur un système à faible anisotropie uniaxiale : NiO (Figure I.13). Les techniques XMLD (X-ray Magnetic Linear Dichroism), X-PEEM (X-ray PhotoEmission Electron Microscopy) ou SEM polarisé en spin (spin-polarized Scanning Electron Microscopy) ont démontré la création d'une paroi dans la profondeur de la couche de NiO lorsque l'aimantation de la couche FM s'aligne sur le champ magnétique appliqué dans une direction différente de celle du champ de refroidissement [Ohl01a][Sch04].

Il est toutefois clair que le modèle de Mauri n'est utilisable que dans des cas très particuliers. D'une part, il suppose que la couche de FM ne peut accepter la création de cette paroi dans son propre volume. Ceci est vrai si l'épaisseur de la couche FM est très faible ou si son anisotropie est très grande devant celle de la couche AF. Dans les cas contraires, le modèle plus général développé par Néel est mieux adapté et la paroi s'établit dans la profondeur des deux couches [Kim05][Mil96]. D'autre part, le modèle de Mauri comme celui de Néel ne considèrent qu'une paroi magnétique s'étendant dans la profondeur de la bicouche AF/FM en ignorant l'existence possible de domaines latéraux comme décrit dans les paragraphes précédents. Enfin, il faut bien noter que ces deux derniers modèles ne considèrent que des évolutions réversibles de la configuration magnétique AF tandis qu'un grand nombre de résultats expérimentaux nécessitent la prise en compte de processus irréversibles [Cor04][Ali03][Hoc02].

### **III.3) Système atypique FeF<sub>2</sub>/Fe**

En 1996 est introduit un nouveau type de structure FM/AF constituée d'une couche antiferromagnétique FeF<sub>2</sub> superposée à une couche ferromagnétique de fer. Dans ce système, de nouveaux effets de décalage d'échange sont observés. Bien que ceux-ci compliquent, dans un premier temps, un peu davantage la compréhension des phénomènes de couplage d'échange dans les bicouches AF/FM, les bicouches type FeF<sub>2</sub>/Fe offrent aujourd'hui un éclairage nouveau sur l'ensemble des études concernant le phénomène de décalage d'échange.

### III.3.a] Premières observations expérimentales

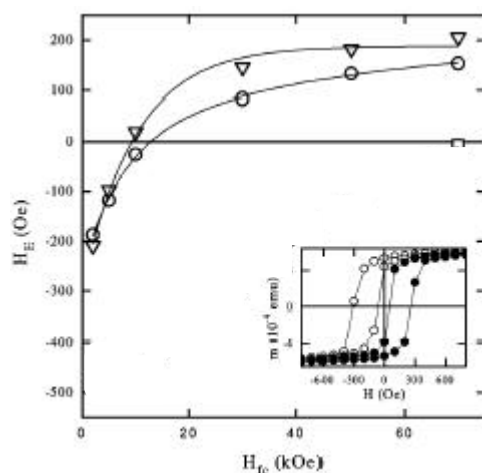


Figure I.14. Valeur du champ échange  $H_E$ , à 10 K, en fonction du champ de refroidissement d'une bicouche  $FeF_2/Fe$  pour 2 bicouches élaborées à des températures différentes. Insert : Cycles d'hystérésis obtenus à 10K après refroidissement sous 2kOe (ronds vides) et sous 70 kOe (ronds noirs)[Nog96].

Lorsqu'une bicouche  $FeF_2/Fe$  est refroidie en dessous de 80 K sous un champ magnétique de 2 kOe, un décalage d'échange négatif est observé (Figure I.14). Lorsque  $H_{cf}$  vaut 70 kOe, le champ d'échange obtenu est positif et sa valeur est l'opposée de celle obtenue pour un refroidissement sous champs proches de 0 Oe. La figure I.14 représente l'évolution de  $H_E$  en fonction de l'intensité  $H_{cf}$  du champ de refroidissement. Une transition continue de négative à positive apparaît lorsque  $H_{cf}$  augmente [Nog96a]. Quelle que soit la valeur de  $H_E$  à 10 K, sa valeur absolue décroît de manière monotone jusqu'à 0 Oe lorsque la température augmente jusqu'à 80 K (température de Néel de  $FeF_2$ ). Associé au décalage en champ  $H_E$ , **Noguès et al.** observent un décalage en aimantation  $M_{shift}$  des cycles d'hystérésis de la couche de fer couplée à la couche  $FeF_2$  en dessous de 80 K [Nog00]. Les valeurs absolues des plateaux d'aimantation avant et après renversement des moments de fer ne sont plus égales et ce décalage en aimantation varie en fonction du champ de refroidissement (Figure I.15).

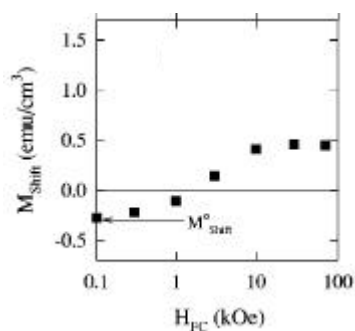


Figure I.15. Evolution du décalage en aimantation du cycle d'hystérésis, mesuré à 10 K, d'une bicouche  $FeF_2$  (200 nm)/  $Fe$  (15 nm) en fonction du champ de refroidissement [Nog00].

Enfin, une évolution non monotone du champ coercitif du cycle d'hystérésis du Fe avec  $H_{cf}$  est mesurée [Lei00][Lei02]. Il semble que le maximum de coercitivité apparaisse lorsque le champ de décalage au niveau de la transition positif à négatif, i.e. lorsque  $H_E$  devient nul (Figure I.16).

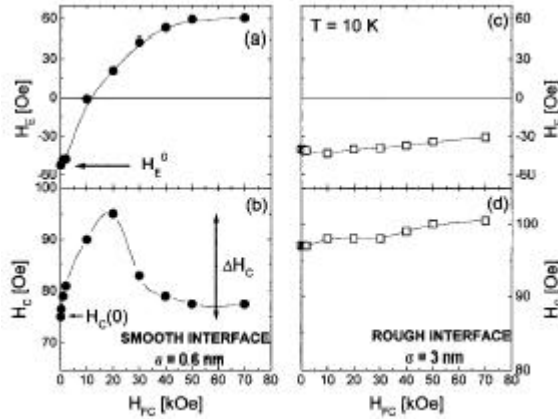


Figure I.16. Champs de décalage d'échange  $H_E$  et champ coercitif  $H_c$  des cycles d'hystérésis de la couche de fer d'une bicouche  $FeF_2/Fe$ , mesurés à 10 K en fonction du champ de refroidissement pour un échantillon d'interface plane (a et b) et pour un échantillon avec une interface rugueuse (c et d)[Lei00].

### III.3.b) Propriétés structurales et magnétiques générales

Suite à ces résultats, de nombreuses études structurales ont été menées dans le but de comprendre les propriétés d'interface des bicouches type  $FeF_2/Fe$  ainsi que les différentes anisotropies au sein de la couche AF [Mor98][Fit02]. Dans la suite, nous nous contenterons de décrire brièvement les propriétés du système bidomaine originel dont nous venons de décrire les propriétés particulières de décalage d'échange [Nog96b].

Le réseau des atomes de Fe d'une couche de  $FeF_2$  déposée sur  $MgO(001)$  est constitué de deux phases cristallographiques d'orientation perpendiculaire dans le plan de croissance (Figure I.17). En effet, la maille de  $FeF_2$  est rectangulaire tandis que la maille de  $MgO$  est carrée ; pour satisfaire à l'épitaxie, le film de  $FeF_2$  doit alors se scinder en deux types de domaines cristallographiques. Cette dualité structurale induit également deux types de domaines antiferromagnétiques. Chaque domaine possède un axe d'anisotropie, tous les deux dans le plan et perpendiculaires l'un à l'autre [Nog96b]. Le couplage antiferromagnétique au sein de  $FeF_2$  (ou de  $MnF_2$ ) est dû à un couplage de type super-échange entre les atomes de fer (de manganèse) par l'intermédiaire des atomes de fluor. La température de Néel d'une telle couche antiferromagnétique est environ 80 K.

La couche de fer déposée sur  $FeF_2$  est polycristalline. Des études Mössbauer montrent que les moments de fer à l'interface, en dessous de 80 K, sont répartis dans un angle dont les extrémités correspondent aux deux axes faciles des domaines de  $FeF_2$  avec une aimantation moyenne pointant dans la direction du champ (Figure I.17). La quantité de spins en fonction de la direction dans ce cône n'a pu être définie mais cette aimantation moyenne de Fe est supérieure lorsque l'échantillon est refroidi sous champ nul après saturation en champ positif ou sous champ nul à rémanence [Mac04].

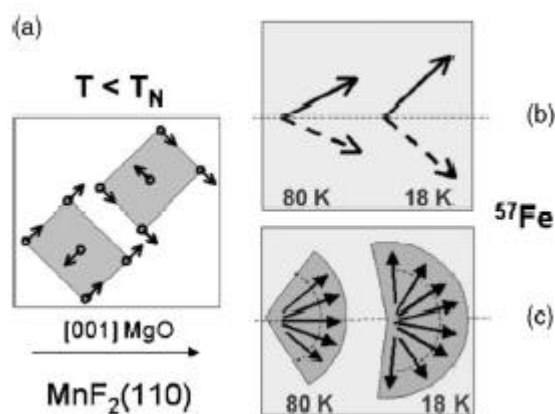


Figure I.17. a) Schéma d'organisation magnétique des domaines de MnF<sub>2</sub> ou FeF<sub>2</sub> déposés sur MgO (001). Les points correspondent aux ions Fe<sup>2+</sup>. Le champ de refroidissement et le champ de mesure sont généralement appliqués le long de la bissectrice des deux axes d'anisotropie [Shi02]. b) et c) Représentation des orientations possibles pour les spins de Fe dans une couche de Fe polycristalline déposée sur MnF<sub>2</sub> [Mac04].

### III.3.c] Tentatives d'explications des propriétés de décalage d'échange du système FeF<sub>2</sub>/Fe

L'existence du décalage en aimantation ainsi que son évolution avec l'intensité  $H_{cf}$  tendent à prouver qu'il existe des spins non compensés au sein de la couche FeF<sub>2</sub> et donc une aimantation résultante [Nog00]. De plus, Noguès et al. font l'hypothèse d'un couplage antiferromagnétique à l'interface de la bicouche. Ces deux hypothèses permettent d'expliquer, de manière qualitative, l'évolution du décalage d'échange avec le champ de refroidissement. Lorsqu'on refroidit l'échantillon en dessous de 80 K sous un fort champ de refroidissement, l'énergie de couplage antiferromagnétique à l'interface devient « négligeable » devant l'énergie Zeeman des deux couches, et l'aimantation macroscopique non nulle de la couche de FeF<sub>2</sub> s'oriente parallèlement au champ, indépendamment de son couplage avec la couche de fer. En dessous de la température de blocage de FeF<sub>2</sub>, sa configuration est considérée figée et un décalage d'échange positif du cycle d'hystérésis du fer est observé. En revanche pour de faibles  $H_{cf}$ , le couplage interfacial domine l'effet du champ externe et les moments non compensés de la couche de FeF<sub>2</sub> se bloquent antiparallèles à l'aimantation du Fe et donc aux champs magnétiques positifs. Le décalage d'échange est alors négatif [Nog00]. Cette explication a été récemment vérifiée grâce à des mesures couplées de XMCD et de réflectivité de neutrons polarisés [Roy05][Ohl06]. Comme discuté précédemment, l'existence de spins non compensés peut avoir plusieurs origines. L'influence de fautes d'empilements extrinsèques, la présence d'impuretés ou encore les frustrations magnétiques à l'interface sont envisagées [Lei00]. La rugosité, faisant disparaître la transition d'échange négatif à positif [Lei00], ne doit pas en être la cause (Figure I.16c et d). En revanche, les zones inter-domaines et tous les effets cristallographiques intrinsèques à la relaxation de la structure FeF<sub>2</sub> sur MgO (dislocations, etc...) sont fortement pressentis pour être l'origine principale de l'aimantation résultante de FeF<sub>2</sub>.

De nombreuses études ont été menées pour tester les différents paramètres susceptibles d'influencer les phénomènes de décalage d'échange dans les bicouches FeF<sub>2</sub>/Fe ( $H_E$ ,  $H_C$  et  $M_{shift}$ ): l'épaisseur de la couche de Fe [Lei02] ou de celle de FeF<sub>2</sub> [Lun02], la valeur

d'anisotropie magnétocristalline de la couche AF [Lun02], l'orientation du champ de refroidissement [Fit00], la diminution des tailles latérales de l'échantillon [Hof03][Eis05]. Malgré cela, le manque d'information sur la configuration magnétique adoptée par la couche antiferromagnétique reste, comme d'ailleurs dans le cas général des bicouches AF/FM, la difficulté principale en vue d'une compréhension globale de ces effets de couplage d'échange. Les mécanismes à la base de la coercitivité ou des variations de coercitivité en fonction du champ de refroidissement et en fonction de la température n'ont toujours pas été clairement établis [Lei00][Lei02]. La symétrie et l'intensité de l'anisotropie magnétocristalline sont des notions primordiales en terme de blocage des configurations AF à basse température [Fit00][Hof03][Lun02]. De récents résultats sur des bicouches Co/FeF<sub>2</sub> ou Ni/FeF<sub>2</sub>, dans lesquelles la couche FeF<sub>2</sub> est monodomaine, le confirment [Ohl06]. Dans ce dernier cas, la transition de H<sub>E</sub> de négatif à positif n'est plus observée et des cycles d'hystérésis doubles sont obtenus [Ros05][Pet05][Ola05].

*En résumé, des propriétés de décalage d'échange atypiques ont été observées dans des bicouches formées d'une couche antiferromagnétique de FeF<sub>2</sub> couplée à une couche ferromagnétique de Fe. D'abord une transition continue du décalage d'échange H<sub>E</sub> de valeurs négatives à positives s'opère lorsque le champ de refroidissement H<sub>cf</sub> croît ; une évolution non monotone de la coercitivité est mesurée en fonction de H<sub>cf</sub> ; enfin, en dessous de la température de Néel du FeF<sub>2</sub> apparaît un décalage en aimantation du cycle d'hystérésis du fer dont le signe et l'amplitude varient continûment lorsque le champ de refroidissement augmente. Comme le soulignent Noguès et al. [Nog96][Nog00], ces phénomènes ne peuvent avoir lieu que si trois conditions sont vérifiées : (1) existence d'un couplage antiferromagnétique à l'interface de la bicouche FeF<sub>2</sub>/Fe, (2) insensibilité de la configuration magnétique de FeF<sub>2</sub> vis-à-vis d'un champ magnétique extérieur en dessous d'une température de blocage, (3) maintien de spins non compensés au sein du matériau AF en dessous de cette température de blocage. Toutefois, les difficultés pour sonder les configurations magnétiques adoptées par la couche FeF<sub>2</sub> n'ont pas permis jusqu'alors d'atteindre des explications quantitatives plus précises des résultats expérimentaux [Kiw04][Led04].*

## **IV/ Résistance et magnétorésistances dans les métaux**

Le chapitre IV de notre thèse est dédié à l'étude de l'influence de la présence d'une paroi d'interface sur les propriétés de transport électronique dans un système bicouche formé de matériaux ferrimagnétiques amorphes. Le but de cette dernière partie du chapitre I est d'introduire quelques notions générales sur les propriétés de transport électronique des métaux. Nous nous attarderons sur les effets de magnétorésistance et plus particulièrement sur les effets de magnétorésistance de paroi. Nous étudierons les effets plus spécifiques aux matériaux ferrimagnétiques et amorphes dans le chapitre II.



## **IV.1) Résistance dans les métaux cristallins**

### **I.1.a] Résistance d'un matériau non magnétique**

#### **Origines et calcul de la résistance des métaux normaux**

Dans le cadre de la théorie des électrons presque libres [Ash02][Ger97], suffisante pour expliquer la majorité des phénomènes que nous présentons dans la suite de ce chapitre, la conductivité électrique d'un métal s'exprime comme :

$$\sigma = \frac{1}{3} |e|^2 v_F^2 \tau N(E_F) \quad (I.33)$$

où  $e$  est la charge de l'électron,  $v_F$  la vitesse des électrons au niveau de Fermi,  $N(E_F)$  la densité d'état électronique au niveau de Fermi et  $\tau$  est le temps moyen nécessaire aux électrons pour retrouver leur distribution d'équilibre après perturbation.

D'après la loi phénoménologique de Matthiessen [Ash02][Ger97], le temps de relaxation total, utilisé pour le calcul de la conductivité, doit représenter l'ensemble des modes de diffusion existant dans le matériau étudié.  $\tau$  est alors calculé comme :

$$\frac{1}{t} = \frac{1}{t_{\text{défauts}}} + \frac{1}{t_{\text{insertions}}} + \frac{1}{t_{\text{phonons}}} + \dots \quad (I.34)$$

On définit le libre parcours moyen comme la distance parcourue par une onde électronique entre deux collisions. Les diffusions peuvent conserver ou non l'énergie de l'onde électronique incidente ; par conséquent on définit un libre parcours moyen élastique (pour caractériser les chocs avec conservation d'énergie) et un libre parcours moyen inélastique (pour caractériser les chocs avec variation d'énergie). Lorsqu'on parlera de transport d'électrons polarisés, on pourra également utiliser le terme de longueur de cohérence de spin  $l_{sf}$  représentant la distance entre deux diffusions avec renversement de spin.

#### **Effet de la température sur la résistance d'un métal non magnétique**

Dans un métal normal, l'évolution de  $t$ , i.e. du nombre de diffusions, avec la température est liée à l'excitation du réseau atomique due à l'énergie thermique [Koh38]. Ce déplacement des atomes, généralement cohérent dans un cristal (phonons), par rapport à leur position initiale est susceptible d'amener des diffusions inélastiques (collisions électron-phonon). Ces diffusions génèrent par conséquent une résistance au courant électrique. On peut distinguer deux régimes dans l'évolution du temps de relaxation, liés aux interactions électrons-phonons, donc de la variation de résistance, en fonction de la température. A haute température, la résistivité est proportionnelle à  $+T$  tandis qu'à basse température, elle est proportionnelle à  $+T^5$  [Ger97]. On peut noter que ce phénomène apparaît également dans les matériaux magnétiques [Sch70][Fer70].

## **Effet d'un désordre structural faible à très basse température**

Il a été démontré dans les années 70, que tout désordre structural, même faible, induit à basse température (typiquement pour  $T < 10$  K) des effets d'interférences (cohérentes ou non) d'ondes électroniques d'extension réduite ; on est alors dans le régime de localisation faible [Abr79]. Dans ce régime, le libre parcours moyen reste bien supérieur à la longueur d'onde électronique ( $\lambda \ll l$ ) ; les états électroniques sont étendus mais évoluent dans un régime de diffusion aléatoire. Il existe alors une probabilité non nulle pour que les ondes visitant les mêmes diffuseurs dans l'ordre inverse continuent à interférer de façon constructive. Ce phénomène contribue à l'augmentation cohérente de la probabilité de retour à l'origine qui se traduit par une diminution de la transmission dans le sens du courant. Ce régime n'a été jusqu'alors observé que pour des températures inférieures à 10 K. Toute perturbation du système générant une perte de phase entre les ondes qui interfèrent de manière constructive supprime l'effet de localisation faible. Dans un matériau magnétique ou non, la température [And79], l'application d'un champ magnétique extérieur [Ber83], l'introduction d'atomes à fort couplage spin orbite [Dug01] ou encore d'impuretés porteuses d'un moment magnétique [Vav03] vont détruire la cohérence entre les électrons et donc faire varier l'amplitude de l'effet de localisation faible.

## **Magnétorésistance des métaux normaux**

Lorsqu'un champ magnétique est appliqué sur un métal, une force de Lorentz est exercée sur les électrons de conduction modifiant leur trajectoire. Les électrons, déviés de la direction du courant, commencent à précesser autour du champ à la fréquence cyclotron. Cet effet allonge leur trajectoire totale par rapport à celle parcourue parallèlement au champ électrique. Ainsi, les électrons vont subir plus de collisions avec les impuretés et les phonons de l'échantillon. La magnétorésistance obtenue est donc positive et son amplitude augmente lorsque l'intensité du champ augmente. En champ faible, la dépendance de la magnétorésistance au champ magnétique externe est en  $+H^2$  alors qu'en champ fort, cette dépendance devient linéaire [Cam70]. L'amplitude de cette magnétorésistance dite de Lorentz augmente fortement lorsque la température diminue [Zim60]. Cet effet est observé sur des métaux normaux comme dans des métaux magnétiques [Wag68].

### I.1.b] Résistance et magnétorésistance des métaux aimantés

## **Origines et calcul de la résistance des métaux magnétiques cristallins**

Pour décrire les effets résistifs des métaux cristallins (ou polycristallins) magnétiques, nous allons nous intéresser au cas le plus couramment étudié des métaux de transition. Dans de tels matériaux, les électrons de type s ont un comportement de type électrons presque libres ; ce sont eux qui conduisent majoritairement le courant électrique. Les électrons de type d sont plus internes ; ce sont eux qui dominent le magnétisme. Pour représenter les densités d'états de ces deux types d'électrons en fonction de leur énergie, il est possible de se placer dans un modèle de bandes rigides [Harr89][Mot36]. On observe une bande s allongée avec de faibles densités d'états et une bande d étroite avec de fortes densités d'états, notamment au niveau de Fermi (figure I.18). Le magnétisme provient alors de la différence de remplissage entre les électrons de spins parallèles ou antiparallèles à l'axe dirigé de quantification du système ( $d\uparrow$  et  $d\downarrow$ ).

Nous avons vu que la résistance d'un matériau métallique cristallin a pour origine la diffusion des électrons de conduction sur des défauts du réseau atomique. La probabilité de diffusion dépend alors de la densité d'états au niveau de Fermi des états récepteurs. Etant donné que la densité d'états au niveau de Fermi de la bande d est nettement supérieure à celle de la bande s, les électrons de conduction vont être beaucoup plus diffusés vers les états d que vers les états s [Mot64].

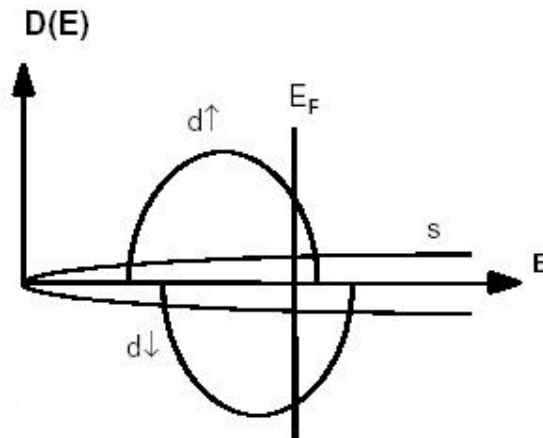


Figure I.18. Représentation schématique de la densité d'état en fonction de l'énergie d'un métal de transition magnétique.

Le décalage des demi-bandes  $d_{\uparrow}$  et  $d_{\downarrow}$  entraîne des probabilités de diffusions s-d différentes pour les deux directions de spin. En se basant sur cette dépendance en spin des transitions s-d et en considérant uniquement des processus de diffusion conservant le spin, Mott introduit en 1964 [Mot64] la notion d'indépendance entre 2 courants de spins opposés au sein du courant électrique dans un corps ferromagnétique. A basse température, lorsqu'on peut négliger les processus de renversement de spin, le courant est ainsi conduit en parallèle par deux canaux d'électrons ayant des spins opposés [Fer68][Fer69]. On écrit alors la conductivité et la résistance :

$$\mathbf{s} = \mathbf{s}_{\uparrow} + \mathbf{s}_{\downarrow} \quad (I.35)$$

$$\mathbf{r} = \frac{\mathbf{r}_{\uparrow} \mathbf{r}_{\downarrow}}{\mathbf{r}_{\uparrow} + \mathbf{r}_{\downarrow}} \quad (I.36)$$

où  $\mathbf{s}_{\uparrow}(\mathbf{s}_{\downarrow})$  et  $\mathbf{r}_{\uparrow}(\mathbf{r}_{\downarrow})$  sont respectivement la conductivité et résistivité pour le canal de spin  $\uparrow(\downarrow)$

Comme nous l'avons déjà signalé, la différence de densité d'états au niveau de Fermi entre les deux orientations de spins fait que les résistivités des deux canaux ne sont pas égales. On note  $\mathbf{a}$  l'asymétrie en spin :

$$\mathbf{a} = \frac{\mathbf{r}_{\downarrow}}{\mathbf{r}_{\uparrow}} \quad (I.37)$$

## Anisotropie de magnétorésistance

L'expérience montre que  $\mathbf{r}$  dépend de l'angle entre la direction du courant et la direction de l'aimantation dans le ferromagnétique. On nomme cet effet anisotropie de magnétorésistance (AMR). Il ne dépend pas de l'intensité du champ appliqué. La dépendance angulaire de la résistivité s'écrit :

$$\mathbf{r}(\mathbf{q}) = \mathbf{r}_{//} + (\mathbf{r}_{\perp} - \mathbf{r}_{//}) \cdot \sin^2 \mathbf{q} \quad (I.38)$$

où  $\mathbf{q}$  est l'angle entre l'aimantation et le courant ;  $\mathbf{r}_{//}$  est la résistivité lorsque le courant circule parallèlement à l'aimantation et  $\mathbf{r}_{\perp}$  celle lorsque le courant circule perpendiculairement à l'aimantation.

Pour expliquer ce phénomène, il faut reprendre le modèle de conduction à deux courants et introduire la notion de couplage spin-orbite, qui induit une interaction entre le moment cinétique de spin d'un électron et son mouvement cinétique orbital [Smi51][Cam70][Gui75]. Ce terme de couplage est représenté par :

$$\begin{aligned} A_{SO} \cdot L \cdot S &= A_{SO} \cdot [L_z S_z + L_x S_x + L_y S_y] \\ &= A_{SO} \cdot [L_z S_z + \frac{1}{2}(L_+ S_- + L_- S_+)] \end{aligned} \quad (I.39)$$

où  $A_{SO}$  est la constante de couplage spin-orbite,  $L$  est l'opérateur de moment cinétique orbital et  $S$  l'opérateur de moment cinétique de spin.  $Z$  représente l'axe de quantification, i.e. la direction de l'aimantation.

Dans le cas d'un métal de transition, le premier terme lève la dégénérescence des cinq orbitales  $d$  d'un spin donné. Le second terme transforme les fonctions d'onde de ces orbitales atomiques monospin en nouvelles fonctions d'onde, combinaisons linéaires des fonctions d'ondes initiales des deux spins. Cette transformation permet le mélange des états  $d_{\uparrow}$  et  $d_{\downarrow}$ . Cela induit également la possibilité pour des électrons  $s_{\uparrow(\downarrow)}$  de passer dans un état  $d_{\uparrow(\downarrow)}$ . Les deux canaux de conduction ne sont plus totalement indépendants. On redéfinit alors la résistivité totale du conducteur ferromagnétique en ajoutant un nouveau terme  $\mathbf{r}_{\uparrow\downarrow}$  caractéristique du mélange de spin:

$$\mathbf{r} = \frac{\mathbf{r}_{\uparrow} \mathbf{r}_{\downarrow} + \mathbf{r}_{\uparrow\downarrow} (\mathbf{r}_{\uparrow} + \mathbf{r}_{\downarrow})}{\mathbf{r}_{\uparrow} + \mathbf{r}_{\downarrow} + 4\mathbf{r}_{\uparrow\downarrow}} \quad (I.40)$$

Le mélange des courants de spin, dont le couplage spin-orbite est à l'origine, augmente donc la résistance totale du matériau [Fer71]. Or, ce couplage n'est généralement pas isotrope et il est alors susceptible de créer un déficit de mélange dans le plan perpendiculaire à l'aimantation. On obtient ainsi des expressions différentes pour les résistivités dans la direction parallèle et dans les directions perpendiculaires à l'aimantation. L'effet d'anisotropie de magnétorésistance a été largement utilisé dans les premiers capteurs magnétorésistifs. La variation relative de ce phénomène,  $\frac{d\mathbf{r}}{\mathbf{r}} = (\mathbf{r}_{//} - \mathbf{r}_{\perp}) / \left( \frac{\mathbf{r}_{//}}{3} + \frac{2\mathbf{r}_{\perp}}{3} \right)$ , est généralement de l'ordre du % (ou inférieur) mais peut atteindre des valeurs de 20 % dans certains cas particuliers [Dor76].

Nous utiliserons les propriétés de cet effet d'anisotropie de magnétorésistance tout au long de notre thèse pour caractériser les configurations magnétiques adoptées par nos échantillons.

### Excitation thermique : phonons et magnons

Dans les métaux normaux, nous avons vu que l'augmentation de la température génère des phonons susceptibles d'amener des diffusions inélastiques augmentant la résistance électrique du matériau. Dans les ferromagnétiques, Manari a montré que la contribution résistive des phonons était faible devant les excitations magnétiques cohérentes nommées magnons [Man59].

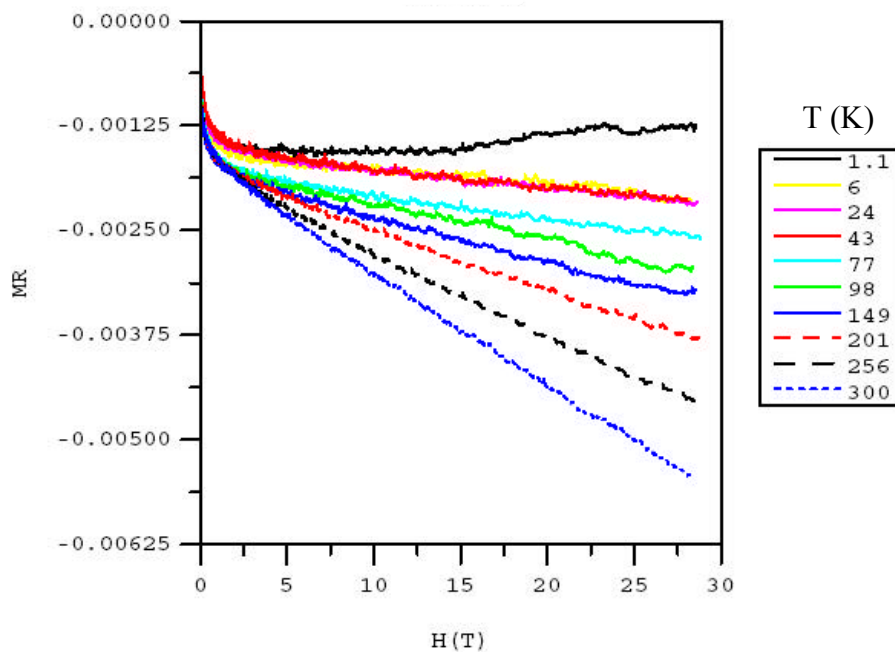


Figure I.19. Magnétorésistance d'une couche de cobalt (7 nm) en fonction du champ pour différentes températures comprises entre 1.1 et 300 K [War99].

En effet, lorsque la température s'élève dans un ferromagnétique, il se crée des excitations de basse énergie responsables de l'écartement local de la direction d'aimantation par rapport à la direction du moment magnétique global du matériau. Du point de vue classique, il apparaît donc une composante transverse de l'aimantation. Celle-ci se comporte d'un atome à l'autre comme une onde de spins. Des chocs électrons-magnons entraînent un transfert de moment entre les 2 canaux de spin des électrons de conduction, impliquant une relaxation dite magnétique du courant. Le mélange des canaux de spin engendrant une augmentation de résistivité globale (cf. effet d'anisotropie de magnétorésistance), l'existence de magnons a un effet direct sur la résistance du matériau. Il est intéressant de remarquer que l'application d'un champ magnétique de l'ordre du Tesla a tendance à faire disparaître les magnons. On pourra donc observer expérimentalement une diminution linéaire de la résistance lorsque le champ augmente, du fait de cette disparition de magnons [Man59][Kas59][Goo63]. Plus la température est grande, plus le nombre de magnons augmente et par conséquent plus la pente de cette magnétorésistance négative à fort champ augmente (Figure I.19) [War99]. Ce comportement est caractéristique de matériaux ferromagnétiques cristallins ou polycristallins.

Nous verrons au chapitre II que le comportement à haut champ des matériaux amorphes est différent.

### I.1.c] Cas de multicouches Ferromagnétique/ Non magnétique/ Ferromagnétique

La division du courant électrique en deux canaux de spins distincts donne naissance à des phénomènes résistifs dans le cas où plusieurs matériaux magnétiques sont visités successivement par un même courant électrique [Bar02][Gru86]. Le cas certainement le plus étudié est celui d'une tricouche formée d'une couche de matériau non magnétique métallique placée en sandwich entre deux couches ferromagnétiques d'aimantations  $M_1$  et  $M_2$  [Bai88][Ehr01][Die94][Cam93]. Plaçons-nous dans le cas limite de diffusions sans renversement de spin et dans le cas où on ne considère que des diffusions d'interfaces. Si l'un des deux courants de spin est beaucoup plus résistif que l'autre, lorsque les aimantations  $M_1$  et  $M_2$  sont parallèles, les électrons du premier canal (nommé majoritaire) sont peu diffusés dans toutes les couches magnétiques alors que les électrons minoritaires sont fortement ralentis (Figure I.20b); il y a un effet de court-circuit par un des deux canaux de spins engendrant une faible résistance. En revanche, lorsque les aimantations  $M_1$  et  $M_2$  des couches sont antiparallèles, chacun des deux canaux de spins est alternativement fortement puis faiblement diffusé (Figure I.20a). La résistivité moyenne est alors plus élevée que dans le cas précédent.

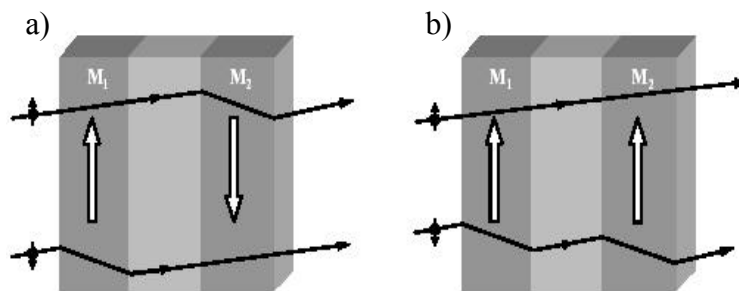


Figure I.20. Mécanisme de conduction dans une multicouche Ferromagnétique/ Non magnétique/ Ferromagnétique pour des aimantations antiparallèles (a) et parallèles (b). Les flèches noires correspondent aux trajectoires électroniques au sein de cette multicouche pour les deux directions de spin. Les flèches blanches représentent les directions d'aimantation des deux couches.

Dans la limite où le libre parcours moyen de l'électron est grand devant les épaisseurs des couches, on définit une valeur de magnétorésistance dite géante (MRG) :

$$MRG = \frac{r_{AP} - r_p}{r_p} = \frac{(r_{\uparrow} - r_{\downarrow})}{4r_{\downarrow}r_{\uparrow}} = \frac{(a - 1)^2}{4a} \quad (I.41)$$

Cette magnétorésistance dépend de l'asymétrie en spin des couches ferromagnétiques (considérées ici comme identiques). L'effet des diffusions avec renversement de spin lorsque la température augmente tend à diminuer la valeur MRG par mélange des deux canaux de spins. De manière générale, lorsqu'on réalise des mesures de transport électrique dans des multicouches, le courant peut être appliqué perpendiculairement au plan des couches (Figure I.20) ou parallèlement au plan des couches. Ces deux géométries, que l'on nommera dans la

suite de ce manuscrit respectivement CPP et CIP, peuvent favoriser différents effets magnétorésistifs, d'interface ou de volume, selon le parcours des électrons dans la multicouche [Vou98].

## **IV.2) Magnétorésistance de paroi**

### IV.2.a] Traitements théoriques des magnétorésistances de paroi

#### **Evolution d'un courant polarisé traversant un milieu de polarisation différente**

Avant de décrire la notion de résistance intrinsèque de paroi de domaines magnétiques, nous allons étudier le cas particulier d'une bicouche formée de deux matériaux ferromagnétiques (notés FM1 et FM2, dans lesquels par définition la direction de spin majoritaire est parallèle à l'aimantation) ayant des aimantations décalées d'un angle  $\theta$  [Gro03]. Ce système est schématisé par la figure I.21.

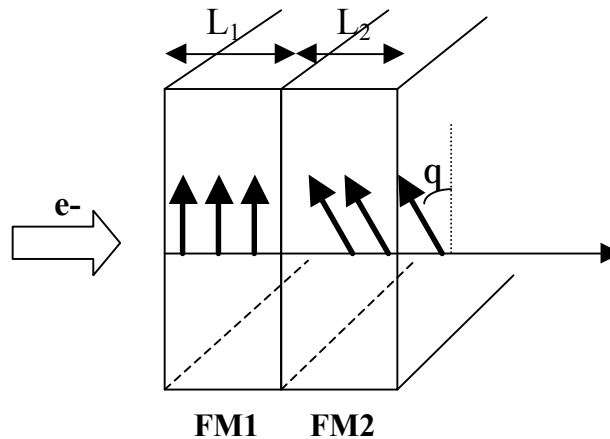


Figure I.21. Système bicouche formé de deux métaux ferromagnétiques, d'épaisseurs  $L_1$  et  $L_2$ , et de directions d'aimantation différentes.

Lorsque les électrons sortent de la couche  $L_1$ , ils ont une polarisation (asymétrie en spin et direction) imposée par la structure de bandes du matériau 1. Les spins ( $S$ ) peuvent être dans deux directions préférentielles, parallèles ou antiparallèles à l'aimantation  $M_1$  de FM1. Au-delà de l'interface FM1/FM2, ces électrons polarisés ne sont plus dans un état de minimum d'énergie puisque leur polarisation est « décalée d'un angle  $q$  » par rapport à la direction de polarisation de la couche FM2. Par conséquent, une relaxation a lieu au cours de leur déplacement au sein de FM2. On peut séparer deux types de relaxations : une liée à la composante de  $S$  perpendiculaire à  $M_2$  et une liée à la composante de  $S$  parallèle à  $M_2$  (figure I.22a).

Deux mécanismes contribuent principalement à la perte de la composante perpendiculaire [Sti02a]. Tout d'abord, du fait de la dépendance en spin des coefficients de transmission/réflexion à l'interface entre les deux métaux ferromagnétiques, la composante

transverse des spins transmis est réduite en amplitude, i.e. ces spins transmis ont subi une rotation par rapport aux spins incidents. Ce qui reste de la composante transverse disparaît ensuite par précession de spin dans le champ d'échange du matériau FM2. En effet, l'existence d'un angle  $\theta$  entre le spin électronique ( $S$ ) et  $M_2$  entraîne la précession de  $S$  autour de  $M_2$  comme un moment magnétique pourrait le faire dans un champ magnétique  $B$  (Figure I.22b) [Web01][Web02]. La disparition de la composante transverse macroscopique des spins incidents dans FM2, due au déphasage progressif entre les différents spins, s'effectue sur une longueur de l'ordre du nanomètre : c'est la longueur de décohérence [Sti02a][Sti02b][Alb02].

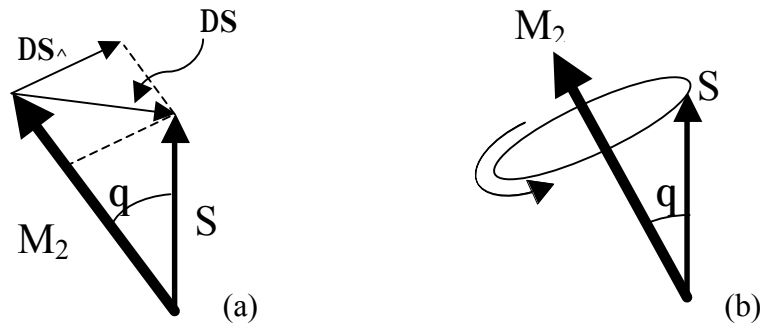


Figure I.22. Schémas représentant les composantes vectorielles de  $S$  sur  $M_2$  (a) et la précession de  $S$  autour de  $M_2$  dans le champ local créé par ce dernier (b).

En ce qui concerne la composante longitudinale de l'ensemble des spins, c'est à dire sa projection sur l'aimantation  $M_2$ , celle-ci va évoluer d'abord durant la perte de cohérence des électrons entre eux à cause de la précession. Puis, au-delà de la longueur de décohérence, le rapport entre la densité de spins va alors évoluer au fur et à mesure des diffusions inélastiques que subiront les électrons jusqu'à atteindre le rapport d'asymétrie de spins propre au matériau ferromagnétique FM2. Le retournement d'un spin se fait par création ou annihilation d'un magnon d'énergie  $\hbar\omega$  égale à la différence entre  $\epsilon_{\uparrow}$  et  $\epsilon_{\downarrow}$ , énergies des parallèles et antiparallèles à  $M_2$  dans FM2 respectivement [Fer95]. D'après les calculs et expériences dans les systèmes à MRG CPP [Pir94][Pra91], la relaxation de la composante longitudinale du courant polarisé en spin s'effectue sur une longueur d'échelle égale à la longueur de diffusion de spin  $l_{sf}$  (de valeur supérieure à celle du libre parcours moyen). D'après les résultats expérimentaux  $l_{sf}$  (Co, Fe, Ni) vaut environ 60nm.

Ayant défini les évolutions d'un ensemble de spins polarisés dans un matériau magnétique de polarisation différente, nous pouvons désormais nous intéresser au cas du transport de spins dans une paroi magnétique. On peut dissocier deux cas différents selon que l'épaisseur de la paroi est supérieure ou inférieure à la longueur de décohérence.

### **Résistance dans une paroi de domaines magnétiques de faible épaisseur**

Dans le cas d'une paroi très fine devant la longueur de décohérence, il y a très peu de transfert de spin vers l'aimantation de la paroi [Wai03] puisque les spins n'ont pas le temps de relaxer. Les spins ne suivent pas adiabatement la direction de l'aimantation mais au contraire gardent après la paroi une direction de spin globale quasi-inchangée par rapport à son état



d'origine (avant de traverser la paroi) [Dug03]. Ils relaxent alors uniquement dans la zone d'aimantation colinéaire après la paroi, comme dans le cas simple étudié précédemment de deux couches ferromagnétiques de directions de polarisation différentes. La paroi peut dans ce cas être représentée dans un régime balistique, i.e. sans diffusion, comme une simple barrière de potentiel caractérisée par des coefficients de transmission et de réflexion dépendants ou non du spin selon les théories [Hoo99][Tag01][Tag02]. Le calcul de conductivité liée aux valeurs de coefficient de transmission dans le cas de parois « irréalistes » suffisamment fines de fer, cobalt et nickel donne des valeurs de magnétorésistance de paroi faibles et positives de 0.1 à 0.5% [Hoo99]. D'autres études théoriques considérant les mêmes phénomènes balistiques dans des constrictions prévoient des magnétorésistances énormes de l'ordre de 200 % ou plus [Bru99][Vev04][Gar99][Tat99].

### Résistance dans une paroi de domaines magnétiques épaisse

Intéressons-nous maintenant au cas de parois épaisses (de taille supérieure à quelques nm), pour lesquelles l'angle entre « deux aimantations successives » reste petit. Dans ce cas, contrairement aux effets d'interfaces observés ci-avant, on peut montrer que la réflexion sur une paroi d'épaisseur supérieure à quelques nanomètres est largement négligeable et n'apporte pas de contribution supplémentaire à la résistance [Cab74].

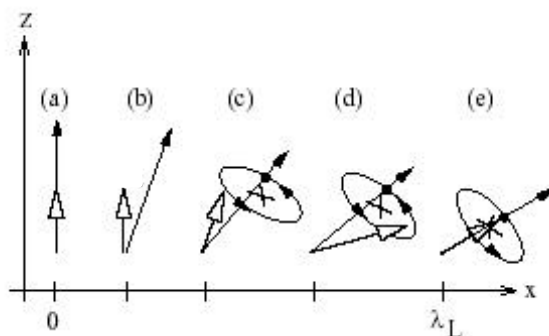


Figure I.23. Schéma représentant l'effet de précession subi par le spin d'un électron de conduction (flèches claires) autour de l'aimantation locale (flèches sombres) durant la traversée d'une paroi de domaines magnétiques [Wai03].

Comme nous venons de le voir, lorsqu'un spin est soumis à un champ magnétique local faisant un angle  $\mathbf{q}$  avec la direction du spin, le spin subit un mouvement de précession de fréquence  $\omega$  autour du champ local. Etudions le cas idéal d'un courant se propageant parallèlement à l'axe de rotation d'une paroi de Bloch (ce qui permet, par ailleurs, de ne pas tenir compte de l'effet d'anisotropie de magnétorésistance puisqu'alors les moments composants le système sont tous perpendiculaires au courant). Les spins électroniques évoluent au sein de cette paroi de façon à suivre les changements locaux de direction d'aimantation (Figure I.23) ; toutefois, un suivi purement adiabatique n'est possible que si la fréquence de précession du spin autour du champ local est plus grande que la fréquence de rotation de l'aimantation [Vir96][Gre96]. Lorsque cette condition n'est pas vérifiée, on peut définir un degré de décalage  $\xi = \omega / 2\omega_e$  où  $\omega$  est la fréquence de rotation de l'aimantation. Ce décalage entre la direction de spin et l'aimantation

locale augmente la probabilité de diffusion avec renversement de spin donc induit une contribution supplémentaire à la résistance. La résistivité au sein de paroi est alors composée d'un terme provenant des diffusions élastiques dans les deux courants de spin indépendants et d'un second terme représentant la résistance due au mixage de ces deux courants [Lev97]. La magnétorésistance de paroi est portée par ce dernier terme qui dépend du degré de décalage  $\xi = k_F^2 / (m\delta_{\text{paroi}}J)^2$ . Dans le cas de couches de Co, Fe et Ni, i.e. pour une épaisseur de paroi de l'ordre de  $d_{\text{paroi}} = 15$  à  $100$  nm, des magnétorésistances de paroi de 0.3 à 1.8% (resp. 2 à 11%) pour un courant circulant dans (resp. perpendiculairement au) le plan de rotation de la paroi sont prévues. On peut noter que ce modèle donne une dépendance de la magnétorésistance de paroi en  $1/d_{\text{paroi}}^2$  [Lev97][Vir96]. Cette dépendance est due au fait que plus la paroi est fine, plus l'angle entre deux moments successifs augmente ce qui génère l'augmentation du degré de décalage et donc celle de la quantité de mélange des canaux de spin. De manière opposée, lorsque l'épaisseur de la paroi devient très épaisse, le degré de décalage devient très faible et l'augmentation de résistance due à la présence de la paroi devient négligeable [Ber78].

Nous avons ici volontairement simplifié notre description en traitant le transport diffusif en fonction de la direction locale de l'aimantation. Nous verrons, au chapitre IV, que le paramètre déterminant n'est pas la rotation de l'aimantation mais la variation à la direction de polarisation.

### **Effet de délocalisation et magnétorésistance de paroi négative**

En parallèle aux effets magnétorésistifs décrits précédemment, différentes études ont été menées pour comprendre l'effet que pourrait avoir une paroi magnétique sur la résistance de systèmes particuliers tels que des systèmes mésoscopiques [Lya98] ou des matériaux cristallins désordonnés [Jon99]. L'interaction avec la paroi est alors exprimée comme un champ agissant sur les électrons et est examinée dans la théorie de la localisation faible. Nous avons vu précédemment qu'à suffisamment basse température, dans le cas de matériaux métalliques désordonnés, la résistance électrique provient d'un phénomène d'interférence électronique rétro-diffusif appelé localisation faible. Nous savons que la destruction de ces interférences permet d'augmenter la conductance du matériau. Les diffusions inélastiques avec renversement de spin générées par le désordre structural dans la zone de rotation de l'aimantation de la paroi suppriment les interférences entre électrons [Tat97][Dug05]. Cette perte de localisation faible entraîne donc une diminution de résistance. C'est à notre connaissance le seul effet expliquant une magnétorésistance intrinsèque de paroi négative dans les matériaux cristallins ou polycristallins. Il est attendu que cette contribution magnétorésistive augmente lorsque l'épaisseur de la paroi diminue, puisque, alors, la probabilité de diffusion avec spin flip au niveau de la paroi augmente [Kud01].

#### **IV.2.b] Résultats expérimentaux**

### **Couches magnétiques à forte aimantation perpendiculaire**

Les premières mises en évidence d'un effet résistif supplémentaire lié à la présence d'une paroi de domaines magnétiques ont été faites sur des films minces à aimantation perpendiculaire au plan des films [Gre96]. A rémanence, apparaissent dans ce type de système des parois magnétiques pour minimiser l'énergie dipolaire. En appliquant un champ magnétique, les

parois, présentes sous champ nul, disparaissent progressivement et l'aimantation tend à saturer dans la direction du champ. En comparant les valeurs de résistance à bas champ et à haut champ, on aboutit à une différence de résistivité due uniquement à l'existence de parois de domaines magnétiques [Dan02][Rav99][Mar04]. L'un des problèmes de cette technique est la difficulté pour contrôler la direction de conduction des électrons par rapport à l'orientation des parois pour éviter une contribution d'AMR difficile à quantifier et donc difficile à séparer de la contribution intrinsèque des parois [Rud99]. Ce problème peut être supprimé en sélectionnant certaines zones des films minces étudiés à l'aide de techniques lithographiques classiques. Ainsi, à l'aide d'images MFM, couplées à des mesures électriques dans le plan des couches, Danneau et al. [Dan02] observent, sur des couches épitaxiées de FePd  $L_0$  à anisotropie perpendiculaire au plan de la couche, des paliers de résistance en fonction du nombre de parois traversées par le courant (Figure I.24).

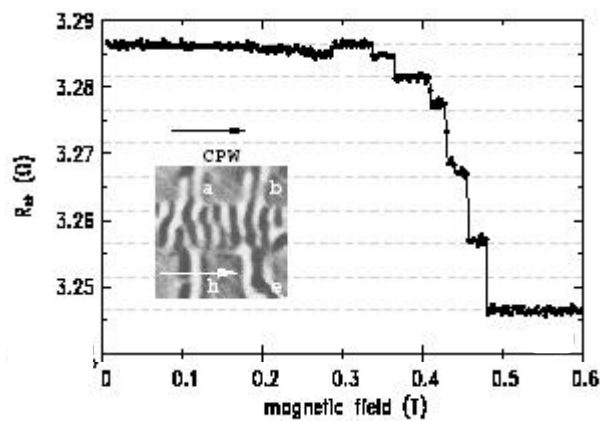


Figure I.24. Mesure de la résistance d'un motif lithographié dans une couche de FePd en fonction du champ magnétique appliqué. Une image MFM des domaines magnétiques est présentée en encart, montrant les différents domaines magnétiques séparés par des parois magnétiques et la direction du courant (flèche blanche)[Dan02].

Les magnétorésistances de paroi mesurées dans ce type d'expériences (e.g.  $\Delta R/R = +10\%$  et de  $+3\%$  dans des couches FePd pour un courant circulant respectivement perpendiculairement et parallèlement à la paroi) sont en bon accord avec les valeurs théoriques obtenues dans le cas de parois épaisses [Lev97]. Des mesures en température ont également été réalisées sur des couches de SrRuO<sub>3</sub> mettant en évidence une augmentation de l'effet lorsque la température diminue de 300 K jusqu'à 5 K [Kle00][Kle01][Kle03]. Le gros désavantage de l'utilisation de films uniques à aimantation perpendiculaire est l'impossibilité de faire varier la taille de la paroi puisque celle-ci ne dépend que des valeurs d'aimantation, d'anisotropie et d'échange propres à chaque matériau utilisé (15 nm pour le Co, 8 nm pour l'alliage FePd ou 3 nm pour SrRuO<sub>3</sub>). Ce système ne permet donc pas d'étudier la magnétorésistance en fonction de la taille de la paroi pour une même polarisation en spin.

### Objets lithographiés et anisotropie de forme

Les méthodes de lithographie permettent de limiter les mesures sur une région particulière de l'échantillon comme dans les cas précédents mais elles permettent également d'imposer la formation d'une paroi de géométrie donnée. Cette géométrie est alors imposée par l'anisotropie de forme du motif lithographié. Des fils [Ebe00], des lignes en zigzag [Tan99a] (Figure I.25) ou encore des motifs en forme de croix [Xu00] ont été testés dans le but d'obtenir des parois de formes non conventionnelles. Le micromagnétisme et les distributions de courant sont malheureusement difficiles à contrôler et à prévoir dans le cas où le système étudié n'est pas exactement parfait (rugosité, défauts, etc.) [Zha03]. De plus, pour des formes du type de celle présentée figure I.25, la contribution d'AMR joue un rôle non négligeable et, à moins de connaître parfaitement le micromagnétisme du système, est souvent peu dissociable de la résistance intrinsèque de paroi recherchée.

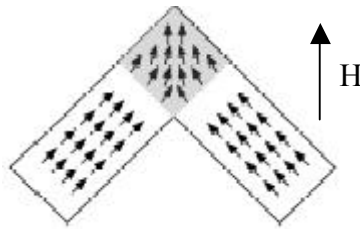


Figure I.25. Schéma de la configuration magnétique dans un motif coudé réalisé par lithographie sur un film mince de Co [Tan99a].

Les très fortes magnétorésistances de paroi prévues dans des nano-constrictions ont motivé de nombreuses expériences [Lep04][Tat99][Rus03]. Toutefois, il est difficile de s'appuyer sur les résultats actuels de nano-constrictions pour vérifier les lois théoriques. En effet, l'emplacement et la forme de la paroi sont obtenus uniquement par des modélisations informatiques et diffèrent souvent de la réalité [Lac04][Bru99].

### **Multicouches magnétiques**

Nous avons vu dans ce chapitre qu'il est possible de créer une paroi artificielle dans des bicouches « Spring-magnet ». Les premières mesures de magnétorésistance sur ce type de systèmes utilisent une bicouche NiFe/CoSm composée d'une couche douce NiFe et d'une couche dure CoSm possédant des aimantations planaires et couplées ferromagnétiquement à l'interface [Mib98]. Dans ce système, la paroi atteint une épaisseur minimale de 40 nm. En effet, comme nous l'avons vu durant notre description des « Spring-magnets », cette paroi apparaît au retournement de la couche douce mais disparaît après renversement de la couche dure. Or, d'après les modèles théoriques développés, la magnétorésistance de paroi est inversement proportionnelle à la taille de la paroi. Ils n'observent qu'un très faible signal provenant certainement d'une contribution d'AMR, le courant circulant dans le plan des aimantations de la paroi.

L'importante épaisseur des parois formées dans des systèmes à couplage ferromagnétique est un problème limitant que l'on peut éviter en utilisant des systèmes multicouches dans lesquels les couches sont couplées antiferromagnétiquement. En effet, comme nous le discuterons tout au long de cette thèse (chapitre III et IV), il est possible d'introduire une paroi magnétique, à

l'interface de ce type de bicouche, dont l'épaisseur va diminuer lorsque l'intensité du champ magnétique augmente. Il est ainsi possible d'étudier la magnétorésistance de paroi en fonction de l'épaisseur de la paroi (Figure I.26). Des travaux ont été réalisés dans cette optique dans des systèmes bicouches polycristallines  $\text{GdCo}_{1.6}/\text{Co}$  [Weg00] ou multicouches épitaxiées  $[\text{DyFe}_2/\text{YFe}_2]_{40}$  [Gor99]. Dans les deux cas, une magnétorésistance positive est observée dont l'amplitude augmente lorsque le champ magnétique croît, i.e. lorsque l'épaisseur de la paroi est réduite (Figure I.26). Dans le premier cas, le courant est appliqué perpendiculairement au plan de rotation de la paroi ; l'effet est très faible devant la valeur prévue théoriquement. En revanche dans le second cas, pour lequel le courant passe dans le plan des couches (i.e. dans le plan de rotation de la paroi), des magnétorésistances de l'ordre du % pour un champ de 1 T jusqu'à 12% à 23 T sont mesurées. La taille de la paroi est alors estimée à 2 nm et les valeurs de magnétorésistance théoriques prévues sont en bon accord avec les valeurs expérimentales [Lev97]. Des valeurs équivalentes ont été obtenues sur des tricouches  $\text{NiFe}/\text{Gd}/\text{NiFe}$  dans lesquelles l'épaisseur de la paroi est cette fois-ci contrôlée par l'épaisseur de la couche de Gd [Pri03].

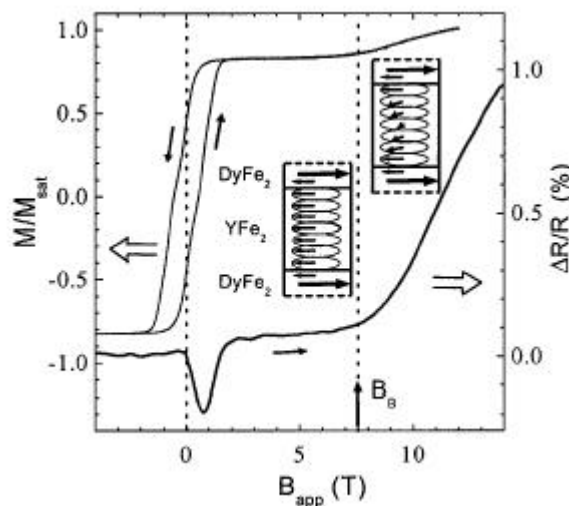


Figure I.26. Comparaison des courbes d'aimantation et de résistance en fonction du champ magnétique pour des tricouches épitaxiées  $\text{DyFe}_2/\text{YFe}_2/\text{DyFe}_2$  ; l'apparition d'une paroi puis la diminution de son épaisseur semblent générer une augmentation de la résistance. [Gor99]

*Après avoir décrit les différents systèmes envisagés pour l'étude de la magnétorésistance de paroi, il apparaît que les multicouches couplées par échange semblent être un système possédant les caractéristiques nécessaires à ce travail. Premièrement, contrairement aux formes de parois mises en jeu dans les objets lithographiés, les configurations des parois artificiellement créées dans de telles multicouches sont facilement accessibles par des mesures magnétiques macroscopiques usuelles (ce qui permet notamment dans une géométrie CIP de pouvoir calculer la contribution d'AMR afin de s'en affranchir). Ces systèmes sont d'autre part les seuls à pouvoir permettre une mesure de la magnétorésistance d'une paroi unique en fonction de la taille de la paroi, dont la valeur ne dépend alors que de l'intensité du champ magnétique externe. Ceci est impossible dans le cas de couches simples à aimantation perpendiculaire dont les tailles de parois sont fixées par leurs propriétés magnétiques des films minces étudiés. On peut remarquer que les propriétés d'échange*

*particulières entre les éléments de Terres-Rares et les métaux de transition (cf. chapitre II) sont couramment utilisées pour ces expériences. Il apparaît également qu'aucune mesure n'a jusqu'alors été réalisée sur des couches amorphes. L'ensemble des mesures présentées précédemment traite en effet uniquement de matériaux épitaxiés ou polycristallins. De même, aucun résultat expérimental n'a encore confirmé la perte de localisation faible par une paroi de domaines magnétiques, théoriquement prévue.*

## **V/ Conclusion du chapitre**

Les énergies déterminant la configuration magnétique d'une couche aimantée sont l'énergie d'échange (entre les moments de la couche), l'énergie d'anisotropie magnétocristalline, l'énergie de champ démagnétisant et l'énergie Zeeman. Lorsqu'on superpose deux couches magnétiques, il faut ajouter une énergie d'échange interfacial susceptible de générer de nouvelles configurations magnétiques. Pour les décrire, une approche simple consiste à considérer que l'aimantation est uniforme dans des plans ( $O_x$ ,  $O_y$ ) parallèles à la surface du film mince et qu'elle peut varier avec l'épaisseur  $z$  en profondeur de l'échantillon [Wuc97][Ful98]. Le système est alors décrit comme une chaîne de spins unidimensionnelle et ses configurations magnétiques résultent de la compétition entre les différentes énergies décrites précédemment. Dans ce chapitre, nous avons montré l'efficacité d'un programme de ce type, développé au sein du Laboratoire de Physique des Matériaux de Nancy, dans le cas d'une couche simple d'anisotropie uniaxiale et dans le cas d'une bicouche « Spring-magnet ». Nous utiliserons ce calcul micromagnétique dans les chapitres suivants en comparaison de nos résultats expérimentaux.

L'étude des configurations d'une bicouche formée d'un matériau antiferromagnétique couplé à un matériau ferromagnétique est nettement plus ardue à décrire. La manifestation la plus spectaculaire du couplage magnétique entre ces deux couches est le décalage du cycle d'hystérésis du matériau ferromagnétique d'un champ  $H_E$  par rapport à l'axe de champ nul. Cette propriété est généralement observée après refroidissement de la bicouche en dessous d'une température critique dite de blocage sous un champ magnétique de refroidissement  $H_{cf}$ . Pour la grande majorité des systèmes FM/AF, l'amplitude du champ d'échange,  $H_E$ , dépend peu ou pas de l'intensité de  $H_{cf}$  et son signe est systématiquement opposé au champ de refroidissement  $H_{cf}$ . Cependant, des propriétés de décalage d'échange atypiques ont été observées dans des bicouches  $FeF_2/Fe$ . D'abord, une transition continue du décalage d'échange  $H_E$  de valeurs négatives à positives s'opère lorsque le champ de refroidissement  $H_{cf}$  croît ; une évolution non monotone de la coercitivité est mesurée en fonction de  $H_{cf}$  ; enfin en dessous de la température de Néel du  $FeF_2$  apparaît un décalage en aimantation du cycle d'hystérésis du fer dont le signe et l'amplitude varient continûment lorsque le champ de refroidissement augmente. Comme le soulignent Noguès et al. [Nog96][Nogg00], ces phénomènes ne peuvent avoir lieu que si trois conditions sont vérifiées : (1) existence d'un couplage antiferromagnétique à l'interface de la bicouche  $FeF_2/Fe$ , (2) insensibilité de la configuration magnétique de  $FeF_2$  vis-à-vis d'un champ magnétique extérieur en dessous d'une température de blocage, (3) maintien de spins non compensés au sein du matériau AF en dessous de cette température de blocage. Toutefois, les difficultés pour sonder les configurations magnétiques adoptées par la couche  $FeF_2$  n'ont pas permis jusqu'alors d'atteindre des explications

quantitatives plus précises des résultats expérimentaux. Des effets similaires seront étudiés dans la bicouche amorphe  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  au chapitre III de notre thèse.

Nous utiliserons également ce système, ainsi que d'autres bicouches ferrimagnétique-ferrimagnétique amorphes afin d'étudier les phénomènes magnétorésistifs générés par une paroi de domaines magnétiques (cf. chapitre IV). Dans ce chapitre I, après avoir rappelé quelques notions générales concernant la conduction électronique dans les métaux non magnétiques et magnétiques, nous avons rapidement décrit les différentes théories utilisées pour décrire les phénomènes de magnétorésistance de paroi ainsi que les différents systèmes utilisés expérimentalement pour les caractériser. Les multicouches couplées par échange semblent être un système idéal pour cette étude du fait de leur capacité à créer artificiellement une paroi unique dont il est possible de contrôler la taille en fonction de l'intensité d'un champ magnétique externe. On peut remarquer que les propriétés d'échange particulières entre les éléments de Terres-Rares et les métaux de transition (cf. chapitre II) sont couramment utilisés pour ces expériences. Il apparaît enfin qu'aucune étude sur les magnétorésistances de paroi n'a jusqu'alors été réalisée sur des couches amorphes.

# Chapitre II

Magnétisme et propriétés de transport  
des alliages amorphes GdFe et TbFe





Dans le chapitre précédent, nous avons présenté quelques notions générales sur le magnétisme et les effets de couplage d'échange liés à la création d'une interface magnétique. Nous avons ensuite rappelé les grands phénomènes résistifs et magnétorésistifs observés dans les métaux cristallins, en soulignant en particulier les effets de magnétorésistance induits par une paroi de domaines magnétiques sur le transport de spins électroniques. Dans ce chapitre nous nous concentrerons sur les propriétés des alliages amorphes Terres-Rares – Métaux de Transition (TR–MT) et plus spécifiquement les films minces d'alliages  $Gd_xFe_{1-x}$  et  $Tb_xFe_{1-x}$  à la base des systèmes bicouches étudiés dans cette thèse. Notre description se placera dans l'hypothèse de moments localisés traitée au chapitre I. S'il est possible de trouver un grand nombre d'études sur le magnétisme de tels alliages amorphes TR-MT [Moo84][Han91], en revanche, les mesures de résistance et de magnétorésistance sur de tels composés sont plus rares. De manière plus générale, les modèles théoriques traitant les mécanismes de résistance et de magnétorésistance dans les matériaux amorphes restent majoritairement phénoménologiques et ne permettent généralement qu'une description qualitative des résultats expérimentaux. Après avoir rappelé quelques généralités sur les propriétés magnétiques et de transport dans les matériaux amorphes et plus particulièrement dans les alliages TR-MT, nous décrirons les méthodes d'élaboration et les propriétés structurales des échantillons étudiés durant notre thèse. Les caractéristiques magnétiques de films minces  $Gd_{40}Fe_{60}$ ,  $Gd_{10}Fe_{90}$  et  $Tb_{12}Fe_{88}$  seront ensuite présentées. Enfin, nous étudierons les propriétés de transport de ces mêmes couches.

## **I/ Les alliages amorphes TR-MT**

### **I.1) Echange dans les alliages à base de Terres-Rares et Métaux de Transition**

Dans les alliages amorphes TR-MT, trois interactions d'échange sont à considérer : l'interaction d'échange entre deux moments portés par deux atomes de Terres-Rares  $J^{TR-TR}$ , par deux atomes de Métal de Transition  $J^{MT-MT}$  ou entre un atome de Métal de Transition et un de Terres-Rares  $J^{MT-TR}$  [Coq77]. L'échange entre les Métaux de Transition se fait par recouvrement des orbitales 3d responsables du magnétisme. Pour le Fe, Co ou Ni,  $J^{MT-MT}$  est positif ; les matériaux sont ferromagnétiques. L'échange dans un composé de Terres-Rares se fait par l'intermédiaire des électrons de conduction 5d polarisés par les orbitales 4f, plus internes et responsables du moment magnétique atomique. Cette interaction TR-TR est une interaction à longue distance (oscillante amortie). Sans rentrer dans les détails, l'interaction entre moments atomiques premiers voisins est positive dans le cas du Gd et du Tb [Moo84]. Dans le cas où l'on associe un Métal de Transition et une Terres-Rares, Campbell prend en compte le mécanisme d'échange positif 4f-5d sur les sites de Terres-Rares associé à un couplage d'échange direct 3d-5d entre les deux types d'atomes [Cam72]. La figure II.1 permet d'expliquer qualitativement l'influence de ces deux couplages.

Le couplage d'échange MT-TR peut ainsi être modélisé en faisant intervenir trois couplages successifs [Cam72]:

- l'interaction d'échange négative entre les moments de spin des électrons 3d des atomes de Métal de Transition et des électrons 5d des atomes de Terres-Rares voisins.
- l'interaction d'échange intra-atomique entre les moments de spins des orbitales 5d et des orbitales 4f de la Terres-Rares. Elle est positive ( $J_{5d-4f} > 0$ ).
- Un couplage spin-orbite pour l'atome de Terres-Rares entre les moments magnétiques de spin  $S_{4f}$  et le moment orbital  $L_{4f}$ . Le couplage spin-orbite se définit comme «  $-I L.S$  ». Le signe de  $I$  différencie les cas des Terres-Rares légères et lourdes.

Le couplage entre les aimantations MT-TR est finalement positif (ferromagnétique) si c'est un élément de Terres-Rares léger (Ce, Pr, Nd, Pm, Sm et Eu) et négatif (antiferromagnétique) si c'est un élément de Terres-Rares lourd (Gd, Tb, Dy, Er, Tm et Yb).

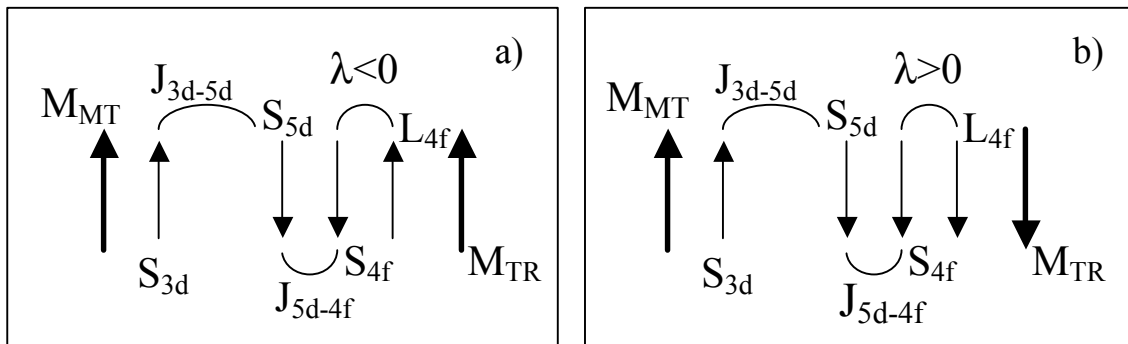


Figure II.1. Signe des couplages d'échange intra- et interatomiques entre un atome de Métal de Transition (MT) et un atome de Terres-Rares (TR) légères (a) et lourdes (b).

L'intensité du couplage MT-TR est supérieure à celle du couplage entre TR mais reste nettement inférieure à l'intensité de l'échange entre MT ( $|J^{TR-TR}| < |J^{MT-TR}| < |J^{MT-MT}|$ ). La somme de ces couplages au sein d'un alliage composé de Terres-Rares et de Métaux de Transition donne lieu, soit au ferromagnétisme lorsque les aimantations TR et MT sont parallèles (Figure II.2a), soit au ferrimagnétisme pour lequel l'aimantation résultante du sous-réseau de Terres-Rares est antiparallèle à l'aimantation du sous-réseau de fer (Figure II.2b). L'aimantation de l'alliage peut alors se calculer comme la somme algébrique des moments portés par chaque sous-réseau du matériau.

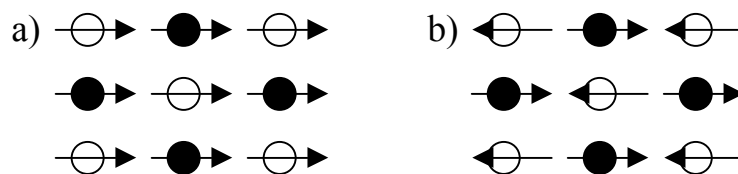


Figure II.2. Organisation des moments magnétiques atomiques dans un alliage ferromagnétique (a) et ferrimagnétique (b).

## I.2) Anisotropie aléatoire

Nous avons déjà abordé les notions générales d'échange ou d'anisotropie magnétique d'un point de vue local dans le chapitre I. Lorsque l'on considère des matériaux cristallins, i.e. possédant un ordre cristallographique à longue distance, les caractéristiques d'échange et d'anisotropie sont conservées par translation dans tout le volume du matériau cristallin ; c'est à dire que, généralement, une étude de la maille élémentaire d'un cristal suffit à déduire les propriétés de l'ensemble du cristal. Ce n'est plus le cas lorsque du désordre est introduit au sein du réseau cristallin. La non-équivalence des sites atomiques dans un amorphe génère une distribution des interactions d'échange et de l'anisotropie magnétocristalline. L'ouvrage de Moorjani et Coey [Moo84] présente une bonne synthèse des connaissances sur le sujet. Le modèle le plus courant pour décrire le comportement magnétique des matériaux amorphes à anisotropie aléatoire a été développé par Harris, Plischke et Zuckermann [Har73] en 1973. Ils considèrent le Hamiltonien suivant:

$$H = -\frac{I}{2} \sum_{i,j} J_{i,j} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j - \frac{I}{2} \sum_i D_i (\vec{n}_i \cdot \vec{S}_i)^2 - \vec{H}_{ext} \cdot \sum_i \vec{S}_i \quad (II.1)$$

Le premier terme correspond au terme général d'échange décrit au chapitre I. Le second terme est le terme d'anisotropie aléatoire. Il prend en compte une anisotropie uniaxiale d'amplitude  $D$  et dont la direction varie de site en site. Enfin, le troisième terme représente l'interaction avec un champ magnétique externe, i.e l'énergie Zeeman. L'utilisation du Hamiltonien de Harris et al. a mené à séparer trois grandes catégories de matériaux selon la valeur du rapport  $D/J$ , i.e. en fonction des influences relatives du couplage d'échange et de l'anisotropie.

Lorsque  $|D/J|$  est très supérieur à 1, le matériau est de type spémagnétique [Coe78]. Dans cette configuration, les corrélations ferromagnétiques, bien que très supérieures à la distance interatomique ( $\sim 50 \text{ \AA}$ ), ne sont pas suffisantes pour sortir les moments de leur direction d'axe facile d'aimantation. Ces axes étant positionnés aléatoirement sur l'ensemble du volume du matériau, le moment macroscopique résultant est nul à  $T = 0 \text{ K}$  (Figure II.3a). C'est le cas des matériaux à forte concentration de Terres-Rares tels que  $\text{Tb}_{75}\text{Au}_{25}$  [Had81] [Spa85]. Lorsque le couplage d'échange tend à un ordre antiferromagnétique, on dit du matériau qu'il est aspémagnétique.

Les alliages TR-MT satisfont la condition  $|D/J| = 1$ . Il est alors possible de décrire l'énergie d'un tel système grâce au Hamiltonien développé par Harris et al.:

$$H = -\frac{I}{2} \sum_{i,j} J_{i,j}^{TR-MT} \vec{S}_i^{TR} \cdot \vec{S}_j^{MT} - \frac{I}{2} \sum_{i,j} J_{i,j}^{MT-MT} \vec{S}_i^{MT} \cdot \vec{S}_j^{MT} - \frac{I}{2} \sum_i D_i^{TR} (\vec{n}_i \cdot \vec{S}_i^{TR})^2 - \vec{H}_{ext} \cdot \sum_{i,j} (\vec{S}_i^{MT} + \vec{S}_j^{TR}) \quad (II.2)$$

Dans cette expression, nous avons négligé  $J^{TR-TR}$  devant les interactions  $J^{MT-MT}$  et  $J^{MT-TR}$ . De plus, nous n'avons pas considéré  $D^{MT}$  étant donné que l'anisotropie magnétocristalline est faible pour les métaux 3d. Nous pouvons maintenant dissocier encore deux cas. Le premier, pour lequel  $|J^{MT-MT}| > |J^{TR-MT}| \gg |D^{TR}|$ , donne lieu à un ordre ferri- ou ferromagnétique selon le signe de  $J^{MT-MT}$  et  $J^{TR-MT}$ . C'est le cas du  $\text{GdFe}$  dans lequel le  $\text{Gd}$  est un ion S et donc très

faiblement anisotrope. De plus, le gadolinium étant une Terres-Rares lourde,  $J^{Gd-Fe} < 0$  et les moments des sous-réseaux de Gd et de Fe sont colinéaires et antiparallèles (Figure II.3b). Nous y reviendrons plus loin.

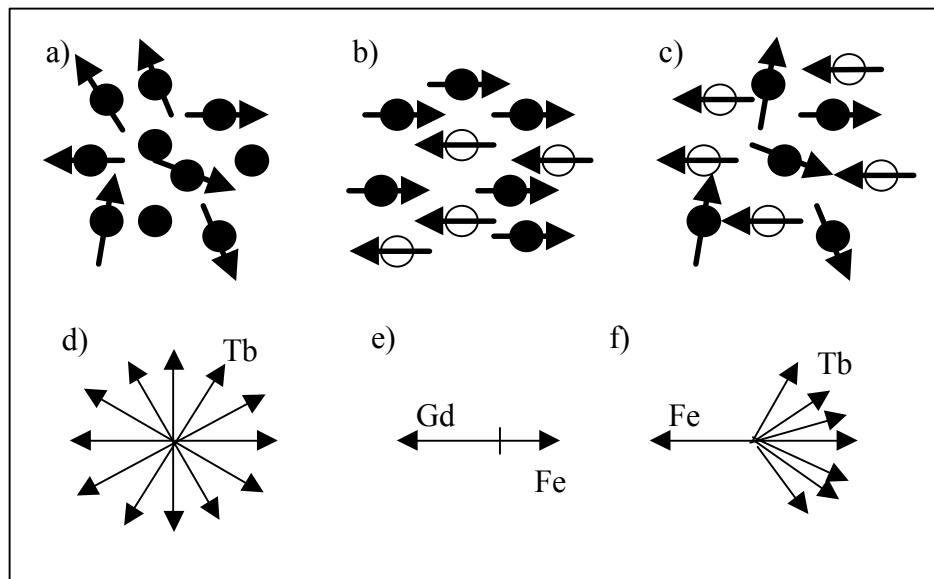


Figure II.3. Configurations magnétiques adoptées dans le cas d'un alliage aspéromagnétique (a), ferrimagnétique (b) et spéromagnétique (c) et leurs représentations macroscopiques respectives (d-f).

Le second cas correspond à un couplage fort devant l'anisotropie ( $|J^{MT-MT}| > |J^{TR-MT}| \sim |D^{TR}_i|$ ), ce qui signifie que l'orientation des moments de TR est due à la compétition entre son anisotropie locale et l'interaction d'échange avec les spins de Fe. C'est le cas du  $Tb_{12}Fe_{88}$  (également du  $DyNi_3$  ou de  $DyCo_3$ ). Sa structure magnétique est dite spéromagnétique. Elle se caractérise par deux sous-réseaux de spins magnétiques (Tb et Fe). Le couplage entre ces deux sous-réseaux est antiferromagnétique ( $J^{Tb-Fe} < 0$ ). Chaque atome de Tb porte une anisotropie uniaxiale aléatoire telle que  $|D^{Tb}_i| \sim |J^{Tb-Fe}|$ ; par conséquent contrairement au sous-réseau de fer dont tous les moments sont parallèles (ou quasi), les moments de Tb sont contenus dans un "cône" (antiparallèle à celui du Fer). L'angle de ce cône a été calculé pour les composés  $TbFe_2$  et  $DyCo_3$  à partir de mesures magnétiques macroscopiques, par des mesures de réflexion de neutrons, par des mesures XMCD ou d'effet Hall [Moo84][Coe81].

L'anisotropie aléatoire, en créant dans la couche de TbFe un cône de Tb, diminue fortement les corrélations ferromagnétiques à longue distance du sous-réseau du fer. Toutefois, cette diminution est fonction de la concentration en Tb et, pour la valeur qui nous intéresse (12%), la longueur de cohérence reste importante, supérieure à 300 Å [Moo84]. L'application d'un champ magnétique sur un matériau spéromagnétique crée un ordre à longue distance accompagné de la fermeture du cône des moments de Terres-Rares. Avec l'abaissement du champ, chaque moment de Terres-Rares se rapproche de son axe d'anisotropie propre dans la direction la plus proche de celle du champ initial (Figure II.4). La valeur de l'aimantation rémanente est directement liée à l'ouverture du cône [Pic74][Rhy 74].

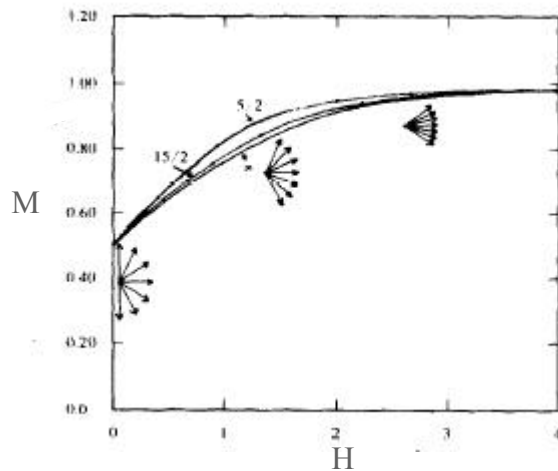


Figure II.4. Evolution de l'aimantation d'un alliage  $TbFe_2$  en fonction de l'intensité d'un champ magnétique externe et distributions correspondantes des spins de Tb antiparallèles au champ [Pic74].

### **I.3) Température de compensation**

Les alliages TR-MT ferrimagnétiques ou spérimagnétiques contiennent deux sous-réseaux de moments dont les aimantations moyennes sont antiparallèles entre elles. L'aimantation totale est la somme algébrique de ces deux aimantations. On comprend alors que, pour une concentration donnée en MT, l'évolution de l'aimantation de l'alliage  $TR_xMT_{1-x}$  en fonction de la température dépend des évolutions respectives de l'aimantation de chaque sous-réseau. L'exemple de l'aimantation d'alliages amorphes  $Gd_xFe_{1-x}$  est représenté figure II.5 pour différentes compositions. Pour des valeurs de  $x$  inférieures à 0.15, l'aimantation macroscopique de l'alliage est dominée à toutes températures par l'aimantation du sous-réseau de fer. En revanche, pour des valeurs de  $x$  supérieures à 0.3, l'aimantation moyenne est parallèle à l'aimantation du sous-réseau de gadolinium. Entre 0.3 et 0.15, l'aimantation des deux sous-réseaux est très similaire. Pour une concentration donnée, comprise dans cette gamme, les aimantations de Gd et de Fe évoluant différemment en température, il existe une température, dite de compensation, pour laquelle les aimantations des deux sous-réseaux sont égales ; l'aimantation macroscopique totale de l'alliage est alors nulle. Sur la figure II.5, est représenté le cas de l'alliage  $Gd_{0.255}Fe_{0.745}$  dont la température de compensation est 295 K.

Nous avons choisi d'utiliser l'alliage  $Gd_{40}Fe_{60}$  pour nous assurer de conserver une aimantation dominée par les spins de Gd quelle que soit la température [Han89]. De plus, la température de Curie de cet alliage est l'une des plus élevées de la gamme ; on s'attend à une  $T_C$  proche de 500 K. L'alliage  $Gd_{10}Fe_{90}$  est en revanche dominé par l'aimantation du sous-réseau de fer pour des températures comprises entre 0 K et sa température de Curie  $T_C \sim 350$  K, i.e. sur l'ensemble de la plage de température que nous étudierons dans la suite. Enfin, le composé  $Tb_{12}Fe_{88}$  à la base des propriétés de décalage d'échange observé au chapitre III porte une aimantation dominée par le sous-réseau de fer.

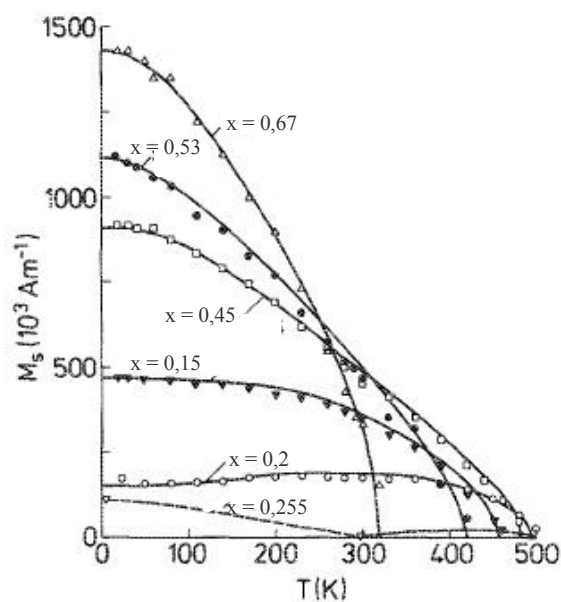


Figure II.5. Dépendance en température de l'aimantation à saturation de différents alliages amorphes  $Gd_xFe_{1-x}$  [Han89].

#### **I.4) Température de gel**

Dans le cas d'un matériau possédant une anisotropie uniaxiale, après refroidissement du film mince en dessous de sa température de Curie, seuls deux minima d'énergie sont accessibles (cf. chapitre I), correspondant chacun à une configuration magnétique dans laquelle l'aimantation est uniforme et colinéaire à l'axe d'anisotropie. Lorsque l'intensité d'un champ magnétique appliqué le long de cet axe augmente, seul un minimum d'énergie persiste. Dans le cas d'une anisotropie aléatoire, sous champ faible, de nombreux états métastables coexistent dans l'espace des configurations magnétiques. Cette multiplicité est à la base de la notion de gel dans les matériaux amorphes.

Pour comprendre ce concept, on peut reprendre l'exemple du matériau aspéromagnétique DyCu. La figure II.6 présente l'évolution de l'aimantation d'une couche de DyCu sous un champ de 5 kOe lorsque la température augmente après refroidissement sous champ nul ou sous 5 kOe [Coe81]. Lorsque l'échantillon est refroidi sous 5 kOe, la courbe d'aimantation en fonction de la température est réversible sur toute la gamme de températures représentée. De plus on observe une brisure de pente dans la courbe  $M(T)$  à une température nommée  $T_f$  (où  $f$  signifie « freezing », i.e. gel). Au-dessus de cette température, l'aimantation augmente de façon continue. En dessous de  $T_f$ , l'aimantation est quasi-constante. Dans le cas où l'échantillon est refroidi sous champ nul, i.e. dans l'état de rémanence, l'aimantation obtenue est quasi-nulle au point A (à 4,2 K). A cette température, un champ magnétique de 5 kOe est appliqué et l'échantillon est réchauffé. La valeur de l'aimantation augmente. Lorsque la température  $T_f$  est atteinte, l'aimantation est la même que celle après refroidissement sous 5 kOe. Dès lors, si on diminue à nouveau la température, l'aimantation suit le comportement décrit précédemment sous 5 kOe. L'échantillon retrouve en B son état le plus stable sous 5 kOe à 4,2 K. En revanche, lorsque, à partir du point A, la température est augmentée jusqu'à  $T < T_f$  puis diminuée à nouveau jusqu'à 4,2 K, l'aimantation atteint une nouvelle valeur en A' (Figure II.6).

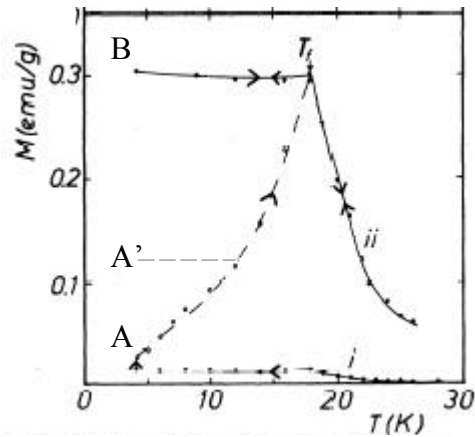


Figure II.6. Aimantation de DyCu sous 5 kOe en fonction de la température après refroidissement sous champ nul (ligne pointillée) et sous 5 kOe (trait plein). Les flèches représentent l'ordre de mesure dans chacun des deux cas [Coe81].

La première information apportée par cette expérience est que lorsqu'on applique 5 kOe, à 4,2 K, après refroidissement à rémanence, l'aimantation reste identique à celle sous champ nulle. Cela signifie que cette configuration magnétique, qui n'est plus la configuration la plus stable (à cette température et pour ce champ précis) n'est pas relaxée. On peut dire qu'elle est alors gelée. La seconde information est la possibilité d'évolution de cet état métastable vers un nouvel état métastable. En effet, la configuration magnétique du DyCu, après réchauffement (à  $T < T_f$ ) puis refroidissement sous 5 kOe, atteint un nouvel état d'équilibre intermédiaire entre son état gelé initial (en A) et l'état le plus stable (en B). Ces deux points seront repris afin d'expliquer nos résultats au chapitre III.

## **II/ Propriétés de transport dans les matériaux amorphes**

Les théories décrivant le transport électronique dans les matériaux amorphes que nous allons développer dans la suite ont été établies à l'origine pour les liquides. Dans la classification de Mott et Davis [Mot79][Aus83] sont distingués les différents régimes (métaux, semi-métaux et semi-conducteurs liquides) selon les propriétés électroniques des liquides considérés. Dans le régime I, la diffusion des électrons par les ions est faible, le libre parcours moyen est grand devant la distance interatomique. La densité d'états est voisine de celle des électrons libres; on suppose l'approximation de Born valable, i.e. les diffusions multiples sont négligées. La résistivité est alors comprise entre quelques  $n\Omega.cm$  et quelques centaines de  $\mu\Omega.cm$ . Les matériaux possédant de telles propriétés sont nommés métaux. Dans cette partie, nous allons décrire les différentes théories utilisées jusqu'à présent pour décrire les comportements résistifs et magnétorésistifs de tels matériaux magnétiques et non magnétiques. Quelques exemples expérimentaux seront ensuite étudiés.



## II.1) Résistance électrique dans les métaux normaux amorphes

### II.1.a] Modèle de Faber-Ziman et résistivité due à la structure du réseau atomique

De manière générale, la conductivité électronique dans un milieu cristallin provient d'interférences constructives entre les électrons diffusés par le potentiel électrostatique périodique de la matière. Dans le cas de matériaux amorphes, cette périodicité n'existe plus. Voyons donc, dans un premier temps, les conséquences de ce changement structural sur les diffusions électroniques à travers l'étude du facteur de structure.

### Facteur de structure

Une expérience de diffraction consiste à mesurer l'intensité  $I_N(k, k')$  d'une onde dans l'état  $|\mathbf{Y}_k\rangle$  résultant de l'interaction d'une onde incidente  $|\mathbf{Y}_k\rangle$  et un potentiel d'interaction matière-rayonnement  $W(\vec{r})$ . Pratiquement, les rayonnements incidents et diffractés, lorsqu'ils sont émis et recueillis à grande distance des centres diffuseurs, sont raisonnablement décrits par des ondes planes  $e^{i\vec{k}\cdot\vec{r}}$  et  $e^{i\vec{k}'\cdot\vec{r}}$  respectivement (Figure II.7).

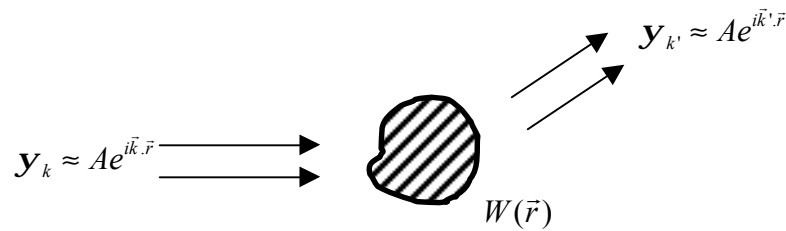


Figure II.7. Diffraction d'une onde  $|\mathbf{Y}_k\rangle$  par un potentiel  $W(\vec{r})$  créée dans la zone hachurée.

Dans l'approximation de Born, l'amplitude de probabilité pour une particule de passer de l'état  $|\mathbf{Y}_k\rangle$  à l'état  $|\mathbf{Y}_{k'}\rangle$  s'écrit :

$$\langle \mathbf{y}_{k'} | W | \mathbf{y}_k \rangle = \int \mathbf{y}_{k'}^*(\vec{r}) W(\vec{r}) \mathbf{y}_k(\vec{r}) d\vec{r} = \int W(\vec{r}) e^{-i(\vec{k}' - \vec{k})\cdot\vec{r}} d\vec{r} \quad (II.3)$$

$W(\vec{r})$  est le potentiel local auquel sont soumises les particules constituant le rayonnement.  $W(\vec{r})$  s'étend sur l'ensemble du volume de matière vu par le rayonnement et sa forme dépend du processus d'interaction rayonnement-matière. S'agissant d'une assemblée d'atomes,  $W(\vec{r})$  peut être considéré comme la superposition de potentiels atomiques  $w(\vec{r} - \vec{R}_l)$  ne dépendant que de la distance séparant le point  $\vec{r}$  de la position  $\vec{R}_l$  du l<sup>ième</sup> atome :

$$W(\vec{r}) = \sum_l w(\vec{r} - \vec{R}_l) \quad (II.4)$$

L'intensité diffractée s'écrit alors comme :

$$I_N(\vec{k}, \vec{k}') = \left| \int \sum_l w(\vec{r} - \vec{R}_l) e^{-i\vec{q} \cdot \vec{r}} d\vec{r} \right|^2 \quad (II.5) \quad \text{avec } \vec{q} = \vec{k}' - \vec{k}$$

Par un « simple » jeu d'écriture, il vient :

$$I_N(\vec{k}, \vec{k}') = N |w(\vec{q})|^2 S(\vec{q}) \quad (II.6)$$

où  $N$  est le nombre d'atomes interagissant avec l'onde incidente ;  $w(\vec{q})$  ne dépend que du processus d'interaction entre le rayonnement et un atome seul, indépendamment de la structure atomique :

$$w(\vec{q}) = \int w(\vec{r}) e^{-i\vec{q} \cdot \vec{r}} d\vec{r} \quad (II.7)$$

$S(\vec{q})$  est caractéristique de l'arrangement des atomes et de leur position ; il est indépendant de la nature du rayonnement et est appelé facteur de structure du volume de matière considéré :

$$S(q) = \sum_i \sum_j e^{-i\vec{q} \cdot (\vec{R}_i - \vec{R}_j)} \quad (II.8)$$

Dans le cas d'un matériau cristallin, le facteur de structure est constitué de pics de Dirac caractérisant la périodicité du cristal dans l'espace (Figure II.8a). En revanche dans le cas d'un matériau amorphe, il n'existe plus d'ordre (périodicité) à grande distance et par conséquent  $S(q)$  ne dépend plus que d'un ordre local. La figure II.8b représente une forme typique de facteur de structure d'un matériau amorphe [Aus83].

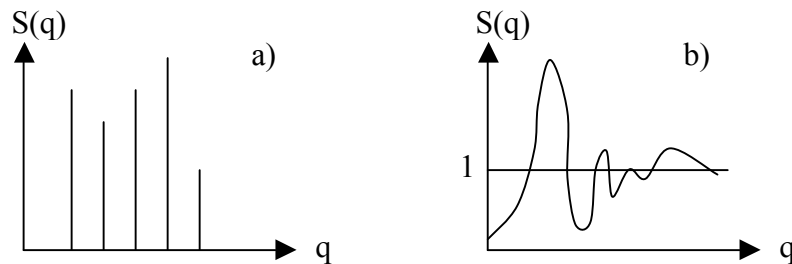


Figure II.8. Forme du facteur de structure  $S(q)$  dans le cas d'un matériau cristallin (a) et dans le cas d'un matériau amorphe (b).

### **Résistivité dans les métaux normaux liquides et amorphes**

Ziman formule en 1961 les équations décrivant le transport électronique dans les métaux liquides [Zim61]. Il utilise l'approximation des électrons presque libres et suppose que le

potentiel ionique (faible) peut être traité dans la théorie des perturbations. Pour faciliter le calcul, on remplace les potentiels liés à chaque site atomique par un pseudo-potentiel qui ne dépend pas de la position des particules mais seulement de leur énergie. Le pseudo-potentiel utilisé dans la majorité des calculs est de type « muffin-tin » considérant que chaque atome agit comme un potentiel de symétrie sphérique et que le potentiel entre chaque atome est constant.

Au premier chapitre, nous avons déjà défini la conductivité  $\mathbf{s}$  liée aux diffusions électroniques dans la matière par l'intermédiaire d'un temps de relaxation  $t$  (temps moyen entre deux diffusions successives) dans le cadre des électrons presque libres [Ash02][Ger97]. Celle-ci s'écrit sous la forme suivante :

$$\mathbf{s} = \frac{1}{3} |e|^2 v_F \mathbf{t} N(E_F) \quad (II.9)$$

où  $e$  est la charge de l'électron,  $v_F$  la vitesse des électrons au niveau de Fermi et  $N(E_F)$  la densité d'état électronique au niveau de Fermi.

Nous avons vu que dans le cas où on considère les surfaces d'énergie de Fermi sphériques, i.e. que  $v_k$  et  $k$  sont colinéaires, alors les probabilités de diffusion suite aux collisions ne dépendent que de l'angle entre  $k$  (vecteur de diffusion avant choc) et  $k'$  (vecteur de diffusion après choc). On peut alors définir une probabilité de transition différentielle  $P(k, \mathbf{q}) d\mathbf{W}$  qui est la probabilité qu'un électron d'impulsion  $k$  soit diffusé d'un angle  $\mathbf{q}$  dans un angle solide  $d\mathbf{W}$ . Par diffusion, les électrons passent donc d'un état  $|k\rangle$  à un état  $|k+\mathbf{q}\rangle$  au niveau de Fermi avec une densité  $N(E_F)$  :

$$P(\mathbf{q}) = \frac{2\mathbf{p}}{\hbar} \left| \langle \vec{k} + \vec{q} | W | \vec{k} \rangle \right|^2 \cdot \frac{N(E_F)}{2} \quad (II.10)$$

Le temps de relaxation  $t(k)$  est défini comme [Ash02]:

$$\frac{1}{t(k)} = \int (1 - \cos \mathbf{q}) \frac{P(k, \mathbf{q})}{4\mathbf{p}} d\Omega \quad (II.11)$$

Le modèle de diffraction dit de Faber-Ziman permet d'obtenir l'expression de la résistivité pour les métaux liquides [Zim61][Fab65] :

$$\mathbf{r}_{Ziman} = \frac{l}{\mathbf{s}} = \frac{12\mathbf{p}}{\hbar |e|^2} \frac{l}{v_F^2} \frac{V}{N} \int_0^l \left| \langle \vec{k} + \vec{q} | W | \vec{k} \rangle \right|^2 S(\vec{q}) \left( \frac{q}{2k_F} \right)^3 d\left( \frac{q}{2k_F} \right) \quad (II.12)$$

Il apparaît que la résistivité dépend du facteur de structure  $S(q)$ , du potentiel d'interaction électron-matière et également du vecteur de propagation des électrons au niveau de Fermi ( $k_F$ ). Cette relation, développée originellement pour la description des métaux liquides, a été largement appliquée aux cas des métaux amorphes [Aus83][Shi77][Cot81].

### II.1.b] Variations de la valeur de résistivité en fonction de la température

La variation de résistivité avec la température a été certainement le phénomène le plus étudié lors des études de transport électronique dans les milieux amorphes. Dans les métaux cristallins

non magnétiques, la température génère l'apparition de phonons. Dans ce cas, l'augmentation de la température tend à augmenter la valeur de la résistivité [Bai04] ; l'observation dans certains matériaux amorphes [Sin70] d'une diminution de la résistance lorsque la température augmente a suscité un grand intérêt qui demeure encore aujourd'hui [Bai04]. La figure II.9 représente une comparaison entre l'évolution de résistivité de l'alliage  $Zr_{48}Nb_8Cu_{12}Fe_8Be_{24}$  amorphe et cristallisé. Dans son état amorphe, ce matériau présente une variation négative de la résistance avec la température, à l'inverse de son état cristallin. La figure II.9 prouve ainsi l'importance de l'ordre structural dans les propriétés de transport électronique.

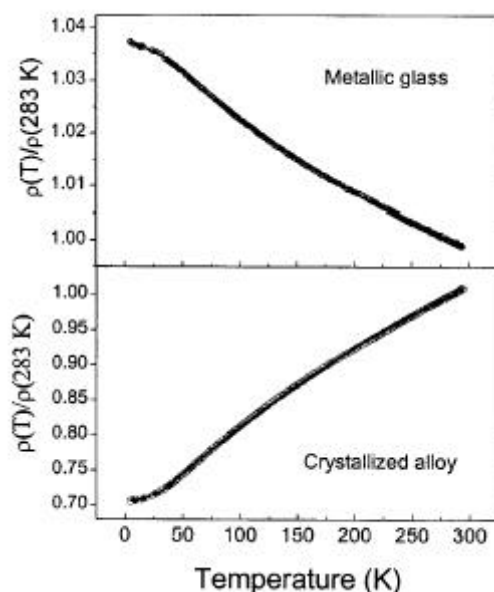


Figure II.9. Résistivité normalisée du même alliage  $Zr_{48}Nb_8Cu_{12}Fe_8Be_{24}$  amorphe et cristallin [Bai04].

Mooij a montré qu'il existe une corrélation remarquable entre le signe de la variation de résistivité avec la température et la valeur de la résistivité [Moo73]. En effet, il semble que la pente positive de résistivité en fonction de la température diminue lorsque  $r$  augmente pour devenir négative lorsque  $r$  dépasse une valeur d'environ  $150 \mu\Omega.cm$  [Aus83]. A quelques exceptions près, cette règle, dite de Mooij, est avérée pour l'ensemble des matériaux amorphes dont les propriétés électroniques intègrent le régime I de la classification de Mott et Davis [Mot79].

La dépendance en température de la résistivité des métaux normaux amorphes a été essentiellement attribuée à la variation du facteur de structure. En supposant un matériau amorphe constitué d'oscillateurs d'Einstein, Nagel [Nag77] écrit  $S(k)$  à la température  $T$  comme :

$$S_T(k) = 1 + [S_0(k) - 1]e^{-2U(T)-U(0)} \quad (II.13)$$

Le terme  $e^{-2U(T)}$  est le facteur de Debye-Waller à la température  $T$ . On peut remarquer que cette expression ne tient compte que des phonons et néglige les diffusions inélastiques. D'après l'équation de Ziman-Faber, la résistivité est l'intégrale de  $|w(q)|^2.S(q).q^3$  donc la dépendance en température de  $r$  ne provient que de  $S(q)$ .

La figure II.10 représente le facteur de structure pour deux températures. La dépendance de la résistivité en  $q^3$  induit que seules les diffusions telles que  $q \sim 2k_F$  sont importantes. On peut alors expliquer que si  $2k_F$  est proche de  $q_p$ , position du premier pic de la courbe  $S(q)$ , alors la résistance électrique, à  $T=0$  K, est maximum puisque  $q_p$  correspond à une valeur maximale de  $S(q)$ . Lorsque la température augmente,  $S(q_p)$  diminuant, la valeur de résistivité diminue. En revanche, si  $2k_F$  est très éloigné de  $q_p$ , alors la résistance est plus faible, et lorsque la température croît, la résistance augmente puisque  $S(q)$  augmente (Figure II.10). Ces résultats confirment les prévisions phénoménologiques de la règle de Mooij [Moo73]. Les travaux de Nagel [Nag77] ainsi que ceux de Meisel et Cote [Cot77] [Mei77] permettent d'expliquer qualitativement les comportements de la majorité des métaux normaux amorphes [Aus83].

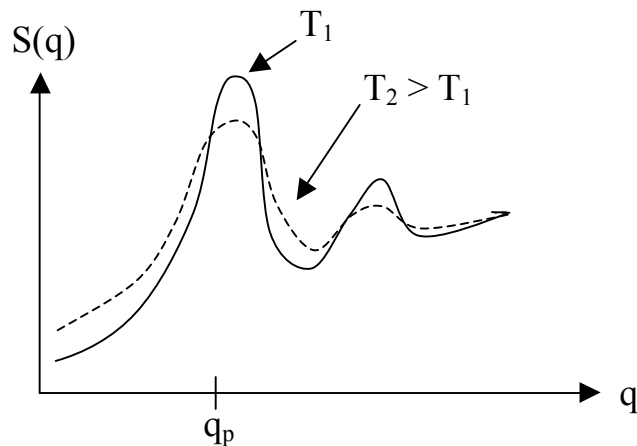


Figure II.10. Evolution du facteur de structure  $S(q)$  d'un matériau amorphe métallique en fonction de la température.  $q_p$  correspond au maximum du premier pic de  $S(q)$ .

L'effet de localisation faible a plus récemment été évoqué pour expliquer les propriétés de transport électronique des matériaux amorphes, notamment pour expliquer la diminution de résistance lorsque la température augmente dans certains amorphes très résistifs ( $r > 200 \mu\Omega.cm$ ) [Gen86][Hic86]. Toutefois, aucune théorie plus générale n'a jusqu'à présent permis d'expliquer l'ensemble des phénomènes de résistivité dans les amorphes uniquement à l'aide de la localisation faible [Bab97].

## **II.2) Résistivité dans les amorphes magnétiques**

### II.2.a] Modèle d'Asomoza et al.

Jusqu'à présent, l'interaction électron-matière n'a été considérée qu'en terme de diffusion électrostatique due uniquement à l'ordre structural. Or, dans le cas de matériaux magnétiques, il faut également tenir compte de l'interaction d'échange entre le spin des électrons de conduction et les moments magnétiques, toujours considérés comme localisés sur les atomes. Fert, Asomoza, Campbell et Meyer [Aso77] ont développé un formalisme similaire à celui utilisé par Faber et Ziman permettant de décrire, au moins de manière qualitative, la

contribution de l'ordre magnétique à la résistance ainsi qu'à ses variations avec le champ magnétique et la température.

Si on considère un matériau amorphe de densité atomique  $N$ , une concentration en atome magnétique  $C_1$ , le spin des électrons de conduction  $s$  est couplé avec les moments angulaires  $J_R$  par une interaction d'échange. Ce terme a été introduit par de Gennes et Friedel dans le cas des matériaux cristallins [Gen58] comme :

$$H_{\text{échange}} = -\Gamma \sum_R \vec{s} \cdot \vec{J}_R \mathbf{d}(r - R) \quad (II.14)$$

On peut, à partir de ce nouveau potentiel d'interaction, reprendre les mêmes équations que celles développées pour le transport dans les métaux normaux liquides.

$$\mathbf{r}_{\text{Ziman}} \propto \int_0^1 |\langle \vec{k} + \vec{q} | W | \vec{k} \rangle|^2 \left( \frac{q}{2k_F} \right)^3 d \left( \frac{q}{2k_F} \right) \quad (II.15)$$

On obtient l'expression suivante pour la résistivité :

$$\mathbf{r}_m^s = \frac{3\mathbf{p}}{\hbar|e|^2} \frac{1}{v_F^2} \frac{V}{N} \Gamma^2 \int_0^1 \langle J_i \rangle^2 S_m(q) \left( \frac{q}{2k_F} \right)^3 d \left( \frac{q}{2k_F} \right) \quad (II.16)$$

où  $S_m(\vec{q}) = \frac{1}{N} \sum_{i,j} \frac{\vec{J}_i \cdot \vec{J}_j}{\langle J_i \rangle^2} \exp[-i\vec{q} \cdot (\vec{R}_i - \vec{R}_j)]$  est le facteur de structure magnétique statique.

La contribution principale à l'intégrale précédente vient des valeurs telles que  $q \sim 2k_F$  (rétrodiffusion); une approximation très utilisée dans la théorie des alliages liquides [Zim61] consiste donc à supposer  $m(q)$  indépendant de  $q$  et égal à sa valeur pour  $q = 2k_F$ . Cela permet ici d'exprimer la résistivité sous la forme simple :

$$\mathbf{r}_m = \mathbf{r}_M [C_1 + C_1^2 m(2k_F)] \quad (II.17)$$

$$\text{avec } \mathbf{r}_M = \frac{m^2 k_F \Gamma^2 J(J+1)}{4n e^2 \hbar^2 \mathbf{p}}$$

$$\text{et } m(\vec{q}) = \frac{V}{N C_1^2 J(J+1)} \sum_{R \neq R_0} \vec{J}_R \cdot \vec{J}_{R_0} \exp[i\vec{q} \cdot (\vec{R} - \vec{R}_0)]$$

où  $n$  est le nombre d'électrons de conduction par ion,  $N$  le nombre d'atomes et  $V$  le volume du matériau.

Le premier terme ( $\mathbf{r}_M C_1$ ) correspond à la diffusion indépendante des électrons de conduction par les ions magnétiques et le second terme résulte des diffusions cohérentes entre voisins. On

peut simplifier ce dernier terme en ne tenant compte que des diffusions cohérentes entre ions premiers voisins ; lorsqu'on considère un ordre magnétique de portée supérieure à l'ordre structural (2 à 3 distances interatomiques), il est possible d'écrire :

$$\langle J_z \rangle = \mathbf{m}J \quad \text{et} \quad \langle J_x \rangle = \langle J_y \rangle = 0$$

On peut alors réécrire  $m(q)$  comme:

$$m(\vec{q}) = \frac{V J \mathbf{m}^2}{N C_1^2 (J+1)} \sum_{R \neq R_0} \exp[i\vec{q} \cdot (\vec{R} - \vec{R}_0)] \quad (II.18)$$

$\mu$  est un paramètre caractéristique de l'ordre magnétique proportionnel à l'aimantation spontanée. Il est alors possible de faire apparaître dans  $m(q)$  un facteur de structure partiel  $a(q)$  représentant la répartition des ions magnétiques à l'intérieur de l'amorphe :

$$\mathbf{r}_m = \frac{J}{J+1} \mathbf{r}_M \{C_1 + C_1^2 \mathbf{m}^2 [a(2k_F) - 1]\} \quad (II.19)$$

$$\text{avec } a(q) = 1 + \frac{1}{N C_1^2} \sum_{R \neq R_0} \exp[iq(R - R_0)]$$

On voit très clairement sur l'expression précédente que l'apparition de l'ordre magnétique se traduit par une augmentation de la résistivité si les interférences entre les ondes diffusées par des atomes voisins sont constructives, i.e. si  $a(2k_F) > 1$ , et par une diminution si les interférences sont destructives, i.e.  $a(2k_F) < 1$ . Ainsi, par exemple, dans le premier cas, dans l'état ferromagnétique, lorsque la température augmente, une décroissance de l'ordre magnétique est attendue et, par conséquent, la résistivité devrait diminuer. De même, lorsque le champ magnétique augmente, l'ordre magnétique est amélioré et on s'attend à ce que la résistivité augmente. De tels comportements ont été observés expérimentalement sur divers matériaux amorphes magnétiques.

## II.2.b] Exemples expérimentaux et autres tentatives théoriques

Des mesures de résistances menées sur des alliages  $\text{Ni}_3\text{Dy}$  ont révélé une diminution de la résistivité lorsque la température augmente, pour des valeurs inférieures à la température de Curie, puis une augmentation de la résistivité lorsque la température est supérieure à  $T_C$  (Figure II.11). L'application d'un champ magnétique tend à annuler la pente  $d\mathbf{r}/dT$  négative. L'alliage  $\text{DyNi}_3$  correspond donc au cas d'un matériau ferromagnétique amorphe avec interférence constructive, i.e. avec  $a(2k_F) > 1$  [Aso79][Fer79]. Dans l'état ferromagnétique, lorsque la température augmente, l'ordre magnétique décroît et la résistivité diminue. Lorsque le champ magnétique augmente, l'ordre magnétique est amélioré et la résistivité augmente. Battacharjee et Coqblin [Bha78] ont calculé de manière numérique ces variations de résistivité à partir du formalisme de Asomoza et al. [Aso77] dans un modèle à amas de deux spins. Dans le cas d'interactions ferromagnétiques, pour  $T < T_C$ , ils retrouvent les comportements obtenus expérimentalement sur l'alliage  $\text{Ni}_3\text{Dy}$  en supposant que les axes d'anisotropies de sites voisins sont parallèles (Figure II.12).

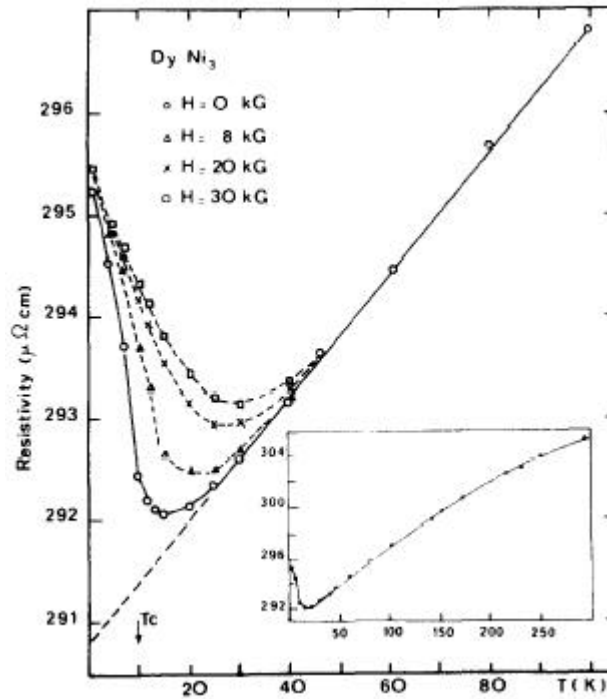


Figure II.11. Résistivité d'un film  $Ni_3Dy$  amorphe en fonction de la température et pour différentes intensités de champ magnétique [Aso79][Fer79]

Les expériences réalisées sur des matériaux amorphes ferromagnétiques sont rares ; toutefois, nous n'avons pas trouvé de contre-exemples au modèle développé ci-avant. Des résultats très similaires à ceux obtenus sur les alliages type  $DyNi_3$ , ont ainsi été observés sur divers alliages tels que  $Fe_{90-x}Mn_xZr_{10}$  [Sri94] [Sri03],  $F_{90-x}Co_xZr_{10}$  [Bab97],  $Fe_{1-x}Co_xSi$  [Man00] ou  $U_xT_{1-x}$  avec T : Fe, Ni, Gd, Tb [Fre88] [Coe90].

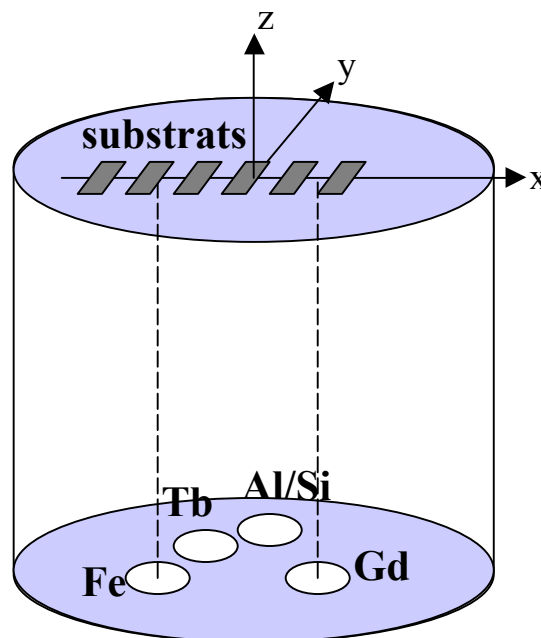
Malgré quelques essais de comparaison, les calculs théoriques obtenus sur des matériaux amorphes magnétiques sont difficilement ajustables aux résultats expérimentaux. Bien que des améliorations aient été apportées aux hypothèses de calcul faites pour définir un ordre magnétique local moyen [Bha78][Gen81], les expressions décrivant  $r(T,H)$  sont très complexes et le nombre de paramètres discutables devient rapidement très important. Il est alors quasi-impossible de les appliquer aux valeurs expérimentales. De plus, une seconde difficulté à la comparaison expérience-théorie est de séparer les contributions de résistance magnétique et non magnétique [Kau86]. Si on suit la loi de Matthiessen, il faut en effet additionner ces deux termes pour tenir compte de l'ensemble des effets résistifs du matériau étudié. Dans le cas des matériaux magnétiques cristallins, on considère généralement que le rôle des fluctuations structurales (phonons) est largement négligeable devant les fluctuations d'aimantation (magnons) [Man59][War99]. Toutefois, aucune étude n'a permis jusqu'alors de le vérifier dans le cas de matériaux amorphes magnétiques [Ket89].



### III/ Elaboration et techniques de caractérisation

#### III.1) Géométrie d'évaporation

Les échantillons étudiés durant cette thèse ont été élaborés au laboratoire de Physique des Matériaux de Nancy. Ils ont été réalisés par coévaporation dans une enceinte maintenue sous un vide de  $10^{-9}$  à  $10^{-8}$  Torr durant dépôt (Figure II.13). Le fer et l'aluminium (ou le silicium, ou le cuivre) sont évaporés à partir de deux canons à électrons. Les Terres-Rares sont évaporées à partir de deux creusets thermiques chauffés par effet Joule. Les vitesses d'évaporation sont contrôlées durant dépôt par des oscillateurs à quartz (un par source). Une lecture des quartz est faite en continu par un ordinateur relié aux alimentations de puissance des différentes sources. Cela permet de maintenir une vitesse constante d'évaporation durant le dépôt. Le fer et l'aluminium (ou Si, ou Cu) sont maintenus à des vitesses de dépôt entre 0,3 à 1,5Å/s et le terbium et le gadolinium à des vitesses de 0,4 à 1Å/s.



*Figure II.12. Schéma de l'enceinte d'évaporation des alliages GdFe et TbFe.*

Les substrats utilisés sont du verre commercial (« Float Glass ») ou du Si (290  $\mu\text{m}$  d'épaisseur). Ces substrats sont collés sur un support en cuivre chromé avec de la laque à argent afin d'obtenir un bon échange thermique entre le porte-substrat et les échantillons. Les lames (sur le porte substrat) sont localisées à la verticale de l'axe Fe-Gd (sur l'axe des x). Comme décrit sur la figure II.12, six échantillons différents peuvent être élaborés successivement à l'aide d'un système de cache mobile. Le porte-substrat peut être porté durant dépôt à des températures comprises entre 77 K et 400 K. Pour cela, un bloc de cuivre, en contact avec le porte substrat, est refroidi par un flux d'azote liquide régulé grâce à une résistance chauffante et un thermocouple. L'élaboration sous 77 K nous permet d'obtenir des alliages Terres-Rares/ Métaux de Transition d'amorphicité bien contrôlée, ce type d'alliage ne

crystallisant qu'à 350 K [Lee75]. Ces alliages sont recouverts de silicium, d'aluminium ou de cuivre pour éviter l'oxydation à l'air.

Une description plus complète de l'enceinte d'évaporation est proposée dans l'annexe I de ce manuscrit.

### **III.2) Techniques expérimentales de caractérisation magnétique**

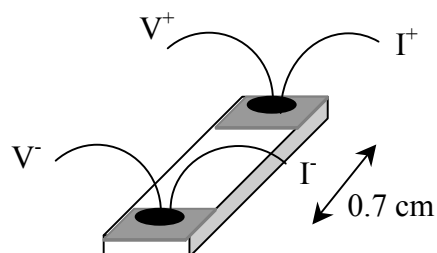
Les études des propriétés magnétiques réalisées lors de cette thèse ont nécessité l'utilisation de diverses techniques expérimentales:

- Les mesures d'aimantations macroscopiques ont été réalisées grâce à un VSM (Vibrating Sample Magnetometer) à température ambiante et un SQUID (Superconducting Quantum Interference Device) commercial (Quantum Design) permettant des mesures dans une gamme de températures de 5 K à 400 K.
- Les mesures de susceptibilité ont été réalisées dans un susceptomètre P.P.M.S. (Physical Properties Measurement System).
- Les mesures de réflectométrie de neutrons polarisés ont été réalisées sur la ligne NG1 au centre du N.I.S.T. (National Institute of Standards and Technology) à Washington DC aux Etats-Unis [Nis06] (Annexe II).
- Les mesures XRMS (X-Rays Magnetic Scattering) ont été faites sur la ligne SIM du centre synchrotron S.L.S de Villigen en Suisse [Sls06].

### **III.3) Techniques expérimentales de mesures de transport électrique**

#### **III.3.a) Elaboration des substrats**

Les alliages utilisés pour les mesures de résistance ont été réalisés dans les mêmes conditions que celles décrites précédemment. La spécificité des échantillons utilisés pour nos mesures résistives provient des substrats sur lesquels sont faits les dépôts. Ces substrats sont formés d'une lame de verre ( $0.5 \times 1.5 \text{ cm}^2$ ) sur laquelle ont été déposés préalablement deux plots [Cr (45 nm)/Au (550 nm)] sur lesquels des fils de Cu sont collés (Figure II.13). La taille des plots devant les épaisseurs des couches déposées permet d'espérer une injection latérale du courant.



*Figure II.13. Schéma d'un substrat utilisé pour nos mesures de résistance.*

### III.3.b] Montage expérimental des mesures de transport électrique

Les mesures de résistance concernant le couplage d'échange ont été en partie réalisées à Strasbourg en collaboration avec Y. Henry. Les autres mesures ont été effectuées à l'aide d'une canne PPMS (Physical Properties Measurement System) à Nancy. Dans les 2 cas, le courant circule dans le plan de croissance des couches (géométrie CIP). La résistance est obtenue par une mesure 4 pointes standard. Dans le cas des mesures effectuées à Strasbourg, les mesures sont réalisées avec un courant continu tandis que, dans le cas du PPMS, le courant est alternatif avec une fréquence de 1Hz jusqu'à 1 kHz. Le courant est délivré avec une précision de 0.02  $\mu$ A jusqu'à un maximum de 2 A et la précision sur la tension est équivalente. Chaque valeur de résistance est obtenue en intégrant sur plusieurs mesures pour diminuer le bruit. La température d'étude est comprise entre 5 K et 350 K tandis que l'intensité du champ magnétique peut atteindre 7 T (12 kOe et de 20 K à 350 K pour les mesures réalisées avec Y. Henry).

### III.3.c] Utilisation de la simulation micromagnétique pour le calcul d'AMR

Pour expliquer les résultats expérimentaux obtenus lors de ces mesures de magnétorésistance, nous avons utilisé une extension de la simulation micromagnétique décrite au chapitre I. Le programme de simulation, décrit au premier chapitre, nous renseigne sur l'angle  $\mathbf{q}$  entre l'axe d'anisotropie et le moment de  $n$  sous plans fictifs divisant le système simulé en fonction de l'intensité du champ et de sa direction. Connaissant l'évolution du profil magnétique au sein du système (couche unique ou multicouche) et maîtrisant l'angle entre l'axe d'anisotropie et la direction du courant circulant dans le plan des couches, il est alors possible de calculer les variations d'anisotropie de magnétorésistance attendues.

La variation macroscopique d'anisotropie de magnétorésistance est calculée en faisant la somme des conductivités de chaque sous-plan fictif (d'épaisseur  $Dt$ ) définie par la simulation micromagnétique (cf. chapitre I) :

$$\frac{1}{R} = \sum_n \frac{1}{R_n^{\parallel} + (R_n^{\perp} - R_n^{\parallel}) \sin^2 \mathbf{q}} \quad (II.20)$$

$R_n^{\parallel}$  et  $R_n^{\perp}$  sont respectivement les résistances de la  $n^{\text{ième}}$  sous-couche fictive lorsque le moment qui lui est associé est parallèle et perpendiculaire au courant.

## IV/ Caractéristiques structurales des couches de GdFe et TbFe

### IV.1) Empilement et désordre atomique

Les matériaux amorphes possèdent une longueur d'ordre structurale proche de la distance interatomique. Ils sont décrits généralement par des empilements continus de sphères dures [Car75]. Les alliages amorphes constitués de TR-MT sont particulièrement stables en raison notamment de la différence de taille des constituants entre de gros atomes de TR ( $Z > 56$ ) et

des atomes MT de petit rayon ( $Z < 28$ ). Leur structure atomique a été étudiée lors de différentes expériences de diffraction des rayons X ou de neutrons [Car75]. Elle a été déterminée, soit en utilisant la transformée de Fourier de la fonction d'interférence et en déterminant la fonction radiale de distribution [Car74], soit par comparaison avec des modèles d'empilements d'atomes. En raison des différences assez importantes entre les distances interatomiques  $d_{TR-TR}$ ,  $d_{MT-MT}$  et  $d_{TR-MT}$ , chacune des liaisons donne naissance à son propre pic (Figure II.14).

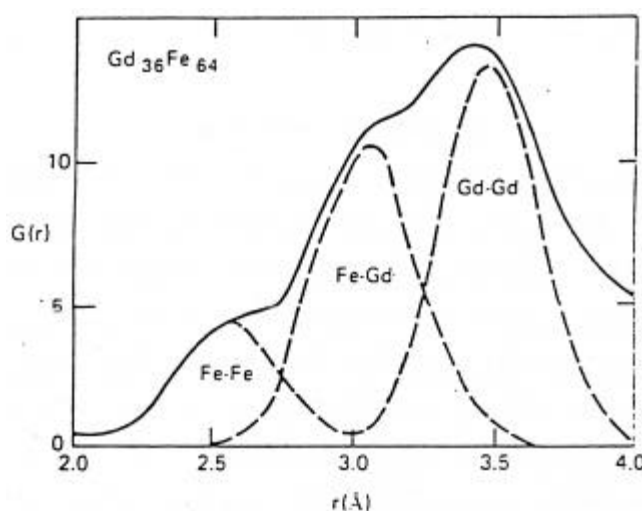


Figure II.14. Premier pic de la fonction de distribution radiale d'un alliage amorphe  $Gd_{36}Fe_{64}$  [Car74].

Il est admis que les distances interatomiques restent proches de celles des sphères dures avec des diamètres de Goldschmidt qui sont de 2.53 Å pour le fer et 3.59 Å pour le gadolinium. Les distances interatomiques trouvées par Cargill et al. [Car74] et Mergel et al. [Mer93] dans les cas de GdFe et TbFe sont :

$$\begin{aligned}
 d_{Fe-Fe} &= 2.55 - 2.6 \text{ \AA} \\
 d_{Fe-Gd} &= 3 - 3.10 \text{ \AA} \\
 d_{Gd-Gd} &= 3.5 - 3.6 \text{ \AA} \\
 d_{Tb-Tb} &= 3.4 - 3.45 \text{ \AA} \\
 d_{Fe-Tb} &= 3 - 3.05 \text{ \AA}
 \end{aligned}
 \quad \text{avec des précisions de } \pm 0.05 \text{ \AA}$$

La coordinence généralement admise pour le fer est 9 - 9,5 et de 12 - 13 pour la Terres-Rares qui, plus grosse, peut loger davantage de premiers voisins. La compacité est voisine de 0,7 très proche de celle d'une structure compacte (0,74).

## IV.2) Epaisseurs, compositions et rugosité

### IV.2.a] Epaisseurs

Le contrôle des épaisseurs se fait d'abord durant dépôt à l'aide d'oscillateurs à quartz (précision de l'ordre de 10 %). Nous avons également réalisé des mesures SIMS (Spectrométrie de masse d'ions secondaires). Il s'agit d'une méthode de détection atomique destructive. Une zone de l'échantillon à étudier est bombardée à l'aide d'ions argon. Les

atomes de l'échantillon sont ainsi éjectés sous forme d'ions et analysés dans un spectromètre de masse. Connaissant la nature chimique des ions éjectés, il est possible de suivre en continu la destruction du film mince. Après arrêt de la gravure au niveau de l'interface film/substrat, un profil en épaisseur de la zone gravée est mesuré à l'aide d'un profilomètre. La figure II.15 représente le profil en épaisseur obtenu sur une couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$  (200 nm) dans laquelle une zone de  $0.6 \times 0.6 \text{ cm}^2$  a été gravée. La précision obtenue est de  $\pm 5 \%$  sur les épaisseurs que nous espérons (différence moyenne mesurée sur 5 échantillons différents). Nous avons également vérifié l'épaisseur de nos couches à l'aide de la réflectométrie de neutrons polarisés qui donne une barre d'erreur légèrement inférieure à 10 % par rapport aux épaisseurs de couches souhaitées.

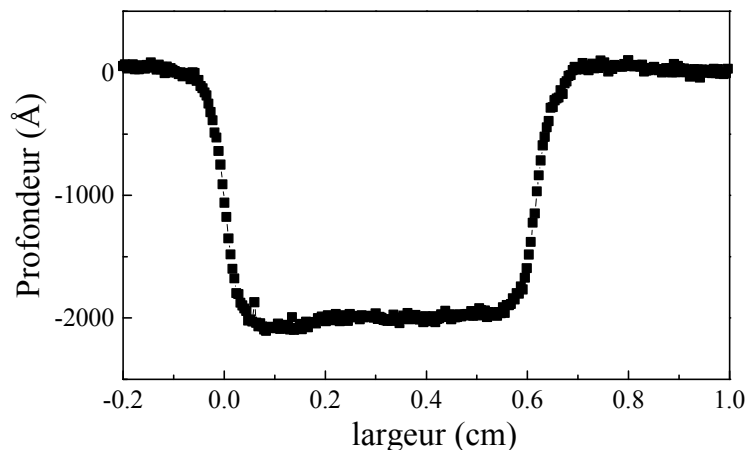


Figure II.15. Profil SIMS d'une couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$  (200 nm).

#### IV.2.b] Compositions

De la même façon que pour les épaisseurs, le premier contrôle des concentrations se fait par une mesure durant dépôt à l'aide d'oscillateurs à quartz. Des mesures de microsonde ont été réalisées pour tester les concentrations de nos alliages. Un faisceau d'électrons fortement accélérés irradie une faible surface (1 micron carré) de l'échantillon. Les rayonnements induits par l'excitation due au bombardement électronique sont analysés dans un spectromètre afin d'identifier les différentes radiations caractéristiques qui les composent et de connaître ainsi les éléments présents dans le volume d'échantillon irradié. Il est possible d'obtenir la concentration relative des différents éléments en comparant les intensités des rayons X caractéristiques de chaque élément présent dans l'échantillon.

Dans le cas du  $Tb_{12}Fe_{88}$ , les résultats donnent des valeurs de 85% de Fe pour 15% de Tb avec une précision de  $\pm 5\%$  (Figure II.16a). Les mesures microsondes sur des échantillons de  $Gd_{40}Fe_{60}$  donnent des valeurs de 45% de Gd et 55% de Fe avec une précision de  $\pm 5\%$  (Figure II.16b).

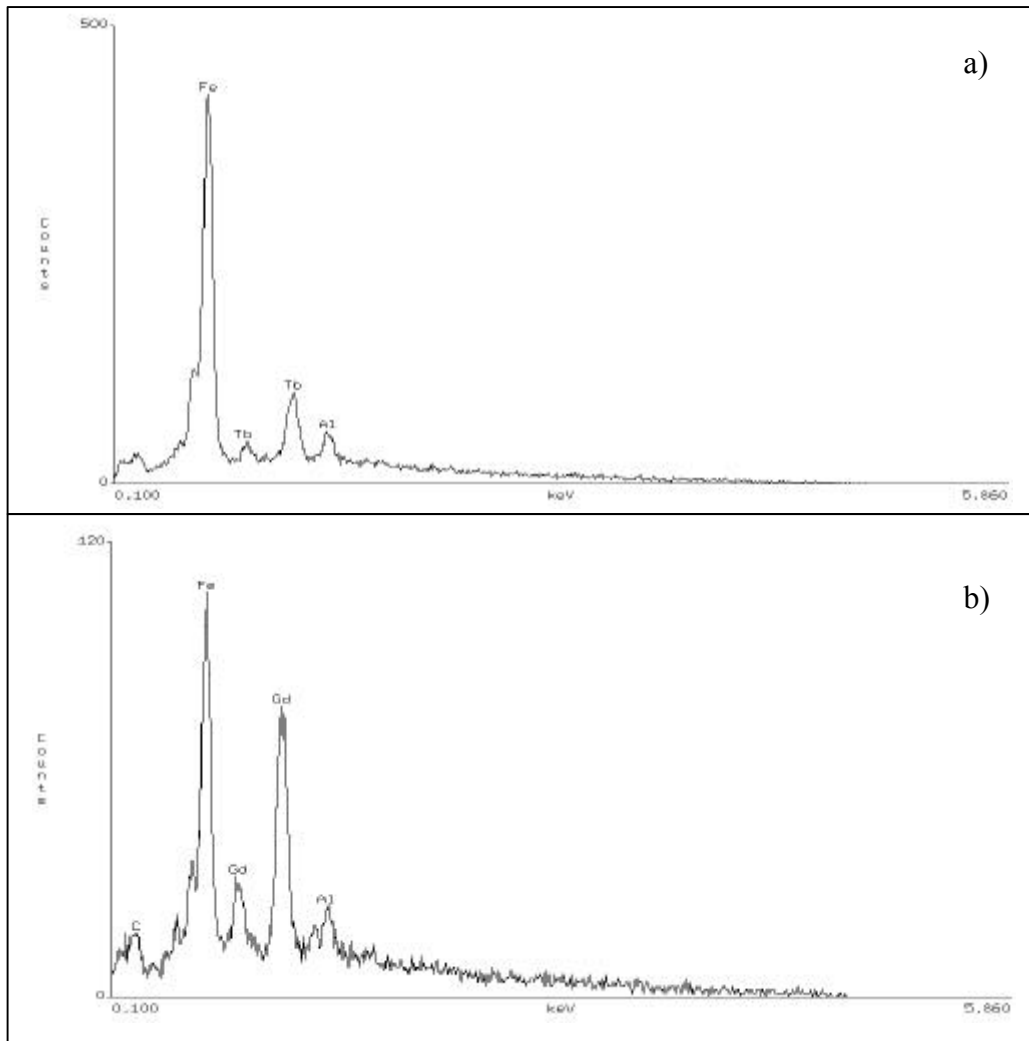


Figure II.16. Spectre en énergie des rayonnements émis lors d'une mesure microsonde sur un échantillon de a) Verre/  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm)/ Al (5nm) et b) de Verre/  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm)/ Al (5nm).

#### IV.2.c] Rugosité

Les études décrites dans cette thèse concernent les propriétés d'interface entre deux couches amorphes. La rugosité de ces couches est, par conséquent, un paramètre important à contrôler. Cette grandeur est généralement obtenue à partir de mesures de réflectométrie de rayons X. Toutefois, cette technique n'est absolument pas adaptée à nos systèmes pour lesquels le contraste chimique est quasi-inexistant entre les différents alliages utilisés. En revanche, les fits de réflexion de neutrons nous permettent de déduire une rugosité d'environ  $1 \pm 1$  nm. Une mesure de microscopie à force atomique (AFM) réalisée immédiatement après dépôt d'une couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$  (20 nm) non couverte permet également d'observer une rugosité pic-à-pic de l'ordre de 1 nm tandis que la rugosité moyenne vaut 0,4 nm. Ces valeurs sont typiquement celles attendues pour des couches d'alliages amorphes élaborées sur substrat porté à la température de l'azote liquide.

## V/ Comportements magnétiques et résistifs des couches $Gd_{40}Fe_{60}$ , $Gd_{10}Fe_{90}$ et $Tb_{12}Fe_{88}$

### V.1) Comportements magnétiques des couches $Tb_{12}Fe_{88}$ , $Gd_{40}Fe_{60}$ et $Gd_{10}Fe_{90}$

#### V.1.a] Comportement magnétique des couches de $Gd_{40}Fe_{60}$

##### Aimantation de l'alliage $Gd_{40}Fe_{60}$

L'évolution en température de l'aimantation de nos alliages  $Gd_{40}Fe_{60}$  est présentée sur la figure II.17 et comparée à l'évolution de l'aimantation d'un alliage  $Gd_{45}Fe_{55}$  obtenu par Hansen et al. [Han89]. Les deux courbes ont des comportements similaires. La température de Curie  $T_C$  doit être proche de 500 K [Han89].

L'aimantation à saturation | à 300 K est :  $M_S^{Gd_{40}Fe_{60}}(300K) = 500 \pm 50 \text{ emu.cm}^{-3}$ .  
| à 5 K est :  $M_S^{Gd_{40}Fe_{60}}(5K) = 950 \pm 50 \text{ emu.cm}^{-3}$ .

L'erreur sur la valeur d'aimantation provient majoritairement de l'erreur sur la mesure du volume de l'échantillon mesuré et de l'erreur sur la concentration de l'alliage.

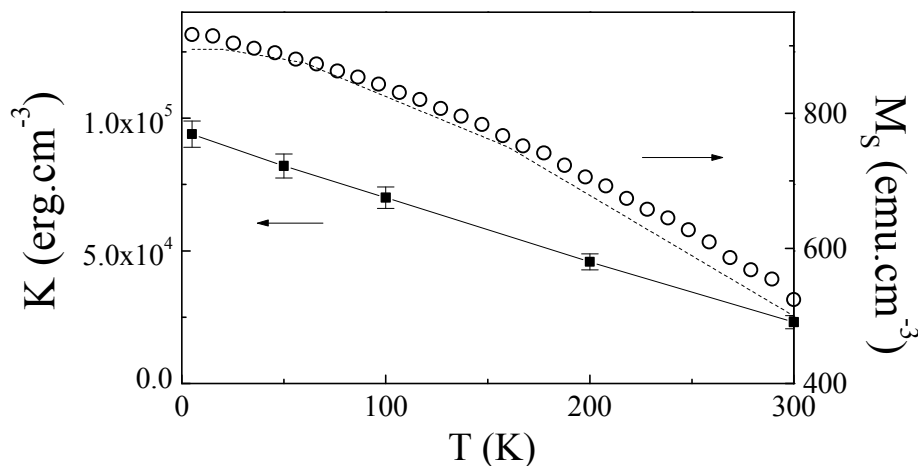


Figure II.17. Aimantation à saturation  $M_S$  et constante d'anisotropie  $K$  d'une couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) en fonction de la température. Nos mesures de  $M_S$  (ronds vides) sont comparées avec le comportement d'un film de  $Gd_{45}Fe_{55}$  décrit par Hansen et al. (trait discontinu).

##### Anisotropie et coercitivité de l'alliage $Gd_{40}Fe_{60}$

La figure II.18a présente deux courbes d'aimantation normalisées d'une couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) mesurées, à température ambiante, avec le champ magnétique appliqué pour deux

directions perpendiculaires l'une par rapport à l'autre dans le plan des couches. Bien que le gadolinium soit un ion S (il possède un moment cinétique orbital nul), pour lequel on pourrait s'attendre à observer une anisotropie faible, les cycles observés sur la figure II.18 sont typiques d'une anisotropie uniaxiale (cf. Chapitre I). On peut noter que celle-ci reste bien marquée quelle que soit la température entre 300 K et 5 K (Figure II.18b). Différentes origines et mécanismes ont été avancés pour expliquer cette anisotropie : microstructure anisotrope [Ega87][Lea79], échange anisotrope [Mei87], contraintes anisotropes [Tak79][Tsu78], pair-ordering [Tay76], structures colonnaires [Dir77], etc. Une étude sur l'apparition de cette anisotropie uniaxiale planaire a déjà été réalisée à Nancy [Man97]. En utilisant deux sortes de substrats différents (verre ou kapton) et différentes températures de dépôt, une influence non négligeable des contraintes à l'interface substrat-couche magnétique est démontrée. Il est observé que, lorsque le dépôt est réalisé à 77K, une anisotropie uniaxiale bien définie apparaît pour des couches de GdFe de 10 nm à 100 nm. La géométrie des sources d'évaporation joue un rôle important.

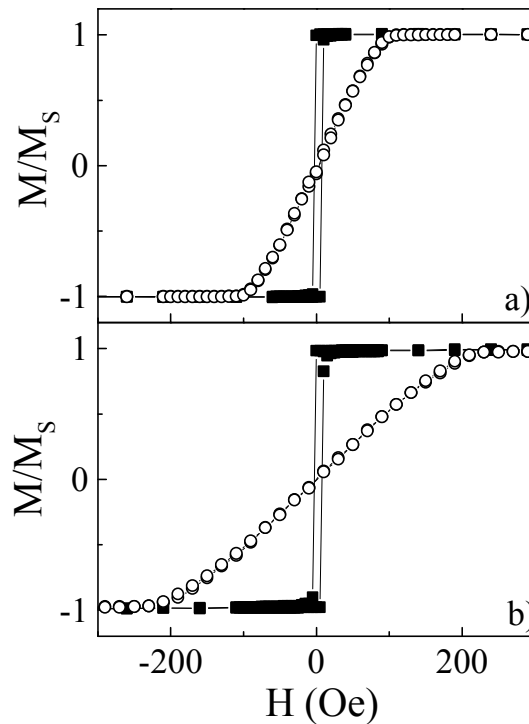


Figure II.18. Courbes d'aimantations d'une couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) en fonction de l'intensité d'un champ magnétique appliqué parallèlement (carrés pleins) et perpendiculairement (ronds vides) à l'axe d'anisotropie du film à 300 K (a) et 5 K (b).

A partir du cycle d'aimantation mesuré pour un champ planaire appliqué perpendiculairement à l'axe d'anisotropie, nous pouvons mesurer la valeur du champ d'anisotropie  $H_K$  (cf. chapitre I) puis en déduire la valeur de la constante d'anisotropie  $K$  d'après le modèle de Stoner-Wohlfarth :

$$H_K = \frac{2K}{M_S} \quad (II.20)$$



Les valeurs de  $K$  obtenues à différentes températures sont résumées dans la figure II.17. L'erreur sur ces valeurs provient à la fois de la mesure de  $H_K$  ( $\pm 5$  Oe) et de la mesure de  $M_S$  ( $\pm 50$  emu/cm<sup>3</sup>). Il faut noter que les champs coercitifs observés sur les cycles d'aimantation mesurés avec le champ parallèle à l'axe d'anisotropie sont très inférieurs aux valeurs de  $H_K$ . Ceci est dû au fait que le retournement de l'aimantation se fait par nucléation de domaines puis propagation de parois de domaines magnétiques latérales et non pas par un processus de renversement cohérent de l'aimantation (cf. chapitre I). Les champs coercitifs mesurés sur les couches de Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> (100 nm) sont inférieurs à 10 Oe pour toute la gamme de températures de 300 à 5 K.

### Couplage d'échange de l'alliage Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>

Dans l'alliage Gd<sub>x</sub>Fe<sub>1-x</sub>, trois types d'interaction d'échange Fe-Fe, Gd-Gd et Gd-Fe coexistent. Les deux premiers sont ferromagnétiques et le dernier est antiferromagnétique. Il est possible de calculer une valeur d'échange macroscopique moyenne reliée à d'autres valeurs macroscopiques telles que la température de Curie [Has74][Mim78].

Dans la théorie de champ moyen, la valeur de la constante d'échange  $A_{GdFe}$  s'écrit :

$$A = \frac{n_{Gd} J_{Gd-Gd} S_{Gd}^2 x^2}{a_{Gd-Gd}} - \frac{(n_{Gd} + n_{Fe}) J_{Gd-Fe} S_{Gd} S_{Fe} x(1-x)}{a_{Gd-Fe}} + \frac{n_{Fe} J_{Fe-Fe} S_{Fe}^2 (1-x)^2}{a_{Fe-Fe}} \quad (II.21)$$

où  $x$  est la composition en Gd,  $a_{Gd-Gd}$  (resp.  $a_{Gd-Fe}$ ,  $a_{Fe-Fe}$ ) est la distance interatomique Gd-Gd (resp. Gd-Fe et Fe-Fe),  $n_{Gd}$  correspond au nombre d'atomes de Gd premiers voisins dans le plan suivant,  $n_{Fe}$  correspond au nombre d'atomes de Fe premiers voisins dans le plan suivant,  $S_{Gd}$  au spin atomique du Gd,  $S_{Fe}$  au spin des atomes de fer et  $J$  aux différentes intégrales d'échange entre premiers voisins.

Dans le cas de l'alliage Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>, les valeurs de  $n$  et les distances interatomiques rapportées dans la littérature ont été données précédemment ; les différentes valeurs des intégrales d'échange entre les spins de l'alliage Gd<sub>x</sub>Fe<sub>1-x</sub> ont été obtenues par Hansen et al. [Han89] à partir de la variation de la valeur du spin de Fe et de l'évolution de la température de Curie avec la composition. Nous avons résumé les différents paramètres utiles au calcul de la constante d'échange dans le tableau II.1.

Tableau II.1. Caractéristiques structurales et magnétiques (valeur du spin, distances interatomiques, intégrale d'échange) pour un alliage Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>.

Nombre de voisins dans le plan (n)	Intégrales d'échange (J)	Distances interatomiques (a)	Valeur du spin « atomique » (S)
$n_{Fe} = 3$	$J_{Fe-Fe} = 55 \cdot 10^{-16}$ erg	$a_{Fe-Fe} = 2.5 \cdot 10^{-8}$ cm	$S_{Fe} = 1$
$n_{Gd} = 2$	$J_{Gd-Gd} = 2,2 \cdot 10^{-16}$ erg	$a_{Gd-Gd} = 3,5 \cdot 10^{-8}$ cm	$S_{Gd} = 7/2$
	$J_{Gd-Fe} = 20 \cdot 10^{-16}$ erg	$a_{Gd-Fe} = 3 \cdot 10^{-8}$ cm	

Ces valeurs permettent d'obtenir la constante d'échange :  $A_{Gd40Fe60} = 5,3 \cdot 10^{-7} \text{ erg.cm}^{-1}$

Cette valeur est en bon accord avec la valeur  $A_{Gd40Fe60} = 6 \cdot 10^{-7} \text{ erg.cm}^{-1}$  qui nous permettra, au chapitre III, la meilleure simulation micromagnétique de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ . Il est difficile de définir une erreur sur la valeur calculée.

### V.1.b] Comportement magnétique des couches de $Gd_{10}Fe_{90}$

#### Aimantation de l'alliage $Gd_{10}Fe_{90}$

L'alliage  $Gd_{10}Fe_{90}$  a été choisi pour obtenir une couche dont l'aimantation est dominée par celle du sous-réseau de fer quelque soit la température. Les résultats expérimentaux obtenus confirment l'absence de point de compensation, l'aimantation augmentant continûment lorsque la température décroît (Figure II.19).

L'aimantation à saturation

à 300 K est:	$M_S^{Gd_{10}Fe_{90}}(300K) = 390 \pm 50 \text{ emu.cm}^{-3}$
à 5 K est :	$M_S^{Gd_{10}Fe_{90}}(5K) = 690 \pm 50 \text{ emu.cm}^{-3}$

La valeur d'aimantation macroscopique de nos films de  $Gd_{10}Fe_{90}$  et sa variation avec la température semblent en bon accord avec les résultats de la littérature [Han89](Figure II.5).

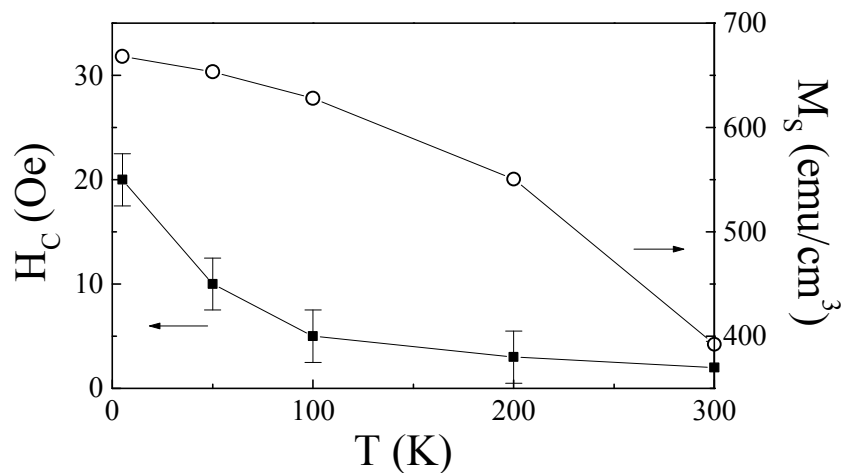


Figure II.19. Valeurs de l'aimantation à saturation (ronds vides) et de la coercitivité (carrés pleins) d'une couche de  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm) en fonction de la température.

#### Constante d'anisotropie et coercitivité de l'alliage $Gd_{10}Fe_{90}$

La figure II.26 représente les courbes d'aimantations normalisées d'un film de  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm) obtenues pour deux directions de champ planaire à  $90^\circ$  l'une de l'autre. A 300 K comme à 5 K, ces deux cycles sont sensiblement identiques, à la précision de mesure près. Il en est de même quelle que soit la direction du champ externe. Il semble donc que cette

couche ne possède pas d'anisotropie bien marquée. On peut noter que la coercitivité du cycle augmente légèrement lorsque la température diminue mais reste inférieure à 50 Oe à 5K (Figure II.25).

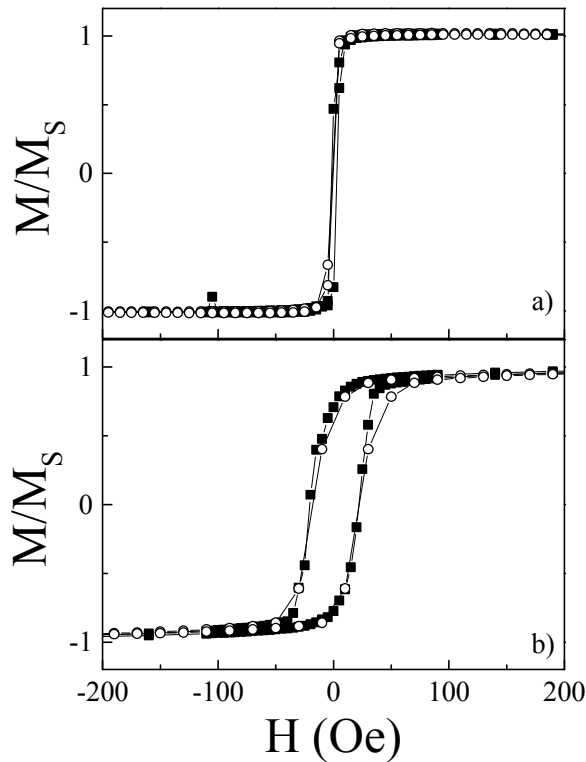


Figure II.20. Courbes d'aimantations d'une couche de  $Gd_{10}Fe_{90}$  (100 nm) en fonction de l'intensité d'un champ magnétique appliqué parallèlement (carrés pleins) et perpendiculairement (ronds vides) à l'axe d'anisotropie du film à 300 K (a) et 5 K (b).

On peut estimer de manière approximative la valeur de  $K_{Gd_{10}Fe_{90}}$  en choisissant  $H_K$  comme la valeur de champ de saturation. Cela mène, à 300 K, à  $K_{Gd_{10}Fe_{90}} \sim 1.10^4 \text{ erg.cm}^{-3}$  et, à 5 K, à  $K_{Gd_{10}Fe_{90}} \sim 6,7.10^4 \text{ erg.cm}^{-3}$ .

### Couplage d'échange de l'alliage $Gd_{10}Fe_{90}$

Pour déterminer le couplage d'échange moyen de l'alliage  $Gd_{10}Fe_{90}$ , nous pouvons reproduire le calcul déjà réalisé dans le cas du  $Gd_{40}Fe_{60}$  (eq. II.21). La valeur de  $x$ , dans ce cas, est 0,1. Les distances interatomiques rapportées dans la littérature ont été données précédemment (Tableau II.1). La valeur de  $S_{Fe}$  varie avec la concentration  $x$  ; toutefois cette variation est très faible entre  $x = 0,4$  et  $x = 0,1$ , on considère donc une valeur  $S_{Fe} = 1$  pour les deux alliages [Han89] ;  $J_{Fe-Fe} = 30.10^{-16}$  et  $J_{Fe-Gd} = 10.10^{-16}$ . Nous prendrons également les valeurs  $n_{Gd} = 2$  et  $n_{Fe} = 2$  adoptées dans les références [Has74] et [Mim78].

Ces valeurs permettent d'obtenir la constante d'échange :  $A_{Gd_{10}Fe_{90}} = 1,5 \cdot 10^{-7} \text{ erg.cm}^{-1}$

Les calculs en champ moyen sont relativement discutables lorsqu'on approche des valeurs de  $x$  proche de 1, i.e. lorsque l'alliage bicomposé tend vers un matériau composé de quelques atomes d'impureté dans une matrice monoélément. Toutefois, nous verrons dans la suite que le

comportement magnétique de nos bicouches  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30nm) est parfaitement représenté en considérant  $A_{Gd_{10}Fe_{90}} \sim 2.5 \cdot 10^{-7} \text{ erg.cm}^{-1}$ .

### V.1.c] Comportement magnétique des couches de $Tb_{12}Fe_{88}$

#### Aimantation de l'alliage $Tb_{12}Fe_{88}$

Comme dans le cas de l'alliage  $Gd_{10}Fe_{90}$ , l'aimantation du sous-réseau de Métal de Transition domine l'aimantation du sous-réseau de Terres-Rares sur l'ensemble de 400 K à 5 K (Figure II.21). La température de Curie que nous mesurons est très proche de celle obtenue par Hansen et al. qui vaut environ 375 K pour  $Tb_{12}Fe_{88}$  [Han89].

Le moment magnétique à saturation | à 300 K est :  $M_S^{Tb_{12}Fe_{88}}(300K) = 275 \pm 50 \text{ emu.cm}^{-3}$   
 | à 5 K est :  $M_S^{Tb_{12}Fe_{88}}(5K) = 500 \pm 50 \text{ emu.cm}^{-3}$

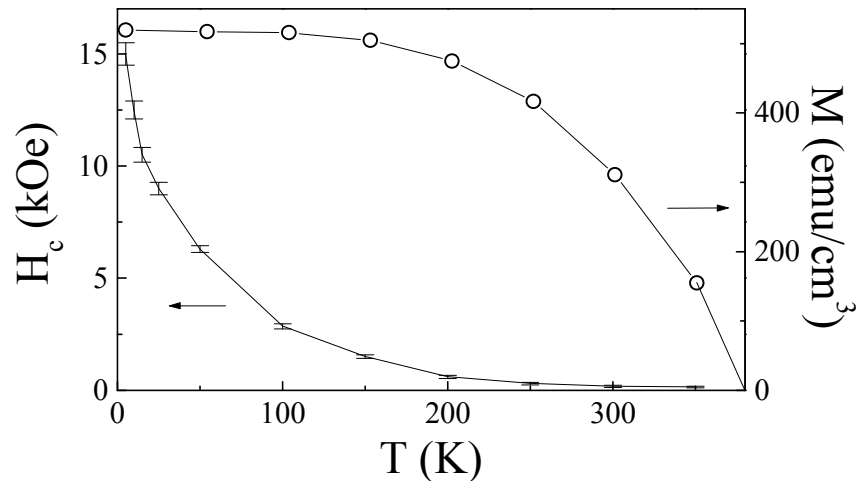


Figure II.21. Evolution de l'aimantation sous 10 kOe (ronds vides) et du champ coercitif (points avec barre d'erreur) d'une couche de  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm) en fonction de la température.

La figure II.22 présente le résultat des mesures d'aimantation en fonction de l'intensité d'un champ magnétique planaire. Les courbes d'aimantation obtenues sont identiques quelle que soit l'orientation du champ dans le plan du film mince. Cela prouve l'absence d'une anisotropie uniaxiale dans le  $Tb_{12}Fe_{88}$ , et à toutes températures. Pour nous assurer de l'absence d'anisotropie hors du plan des couches, nous avons également réalisé des cycles d'aimantation avec le champ appliqué perpendiculairement à la surface des couches (Figure II.22a). Aucune anisotropie perpendiculaire au plan n'est observée. Les courbes d'aimantation dans le plan mesurées sur l'alliage  $Tb_{12}Fe_{88}$  à 300 K ressemblent fortement à celles prévues par le modèle HPZ [Cal77]. Lorsque le champ diminue, la décroissance de l'aimantation correspond à l'ouverture du cône de Tb (Figure II.4). L'ouverture se poursuit jusqu'au champ coercitif où le retournement d'aimantation se fait par paquets de spins [Coe81]. Ce comportement caractérise l'anisotropie aléatoire de l'alliage  $Tb_{12}Fe_{88}$ .

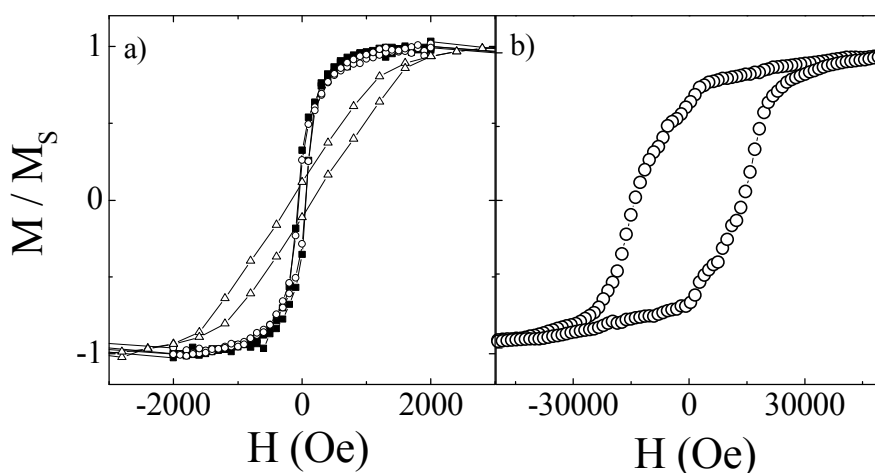


Figure II.22. a) Courbes d'aimantation en fonction du champ d'une couche de  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm) à 300K. Les symboles carrés solides et ronds vides correspondent aux résultats de deux mesures réalisées avec des champs magnétiques à  $90^\circ$  l'un de l'autre. Les symboles triangles vides représentent le cycle d'aimantation en fonction du champ lorsque ce dernier est appliqué perpendiculairement à la surface du films mince. b) Courbe d'aimantation en fonction de l'intensité d'un champ magnétique planaire de la même couche à 5 K.

### Anisotropie et coercitivité de l'alliage $Tb_{12}Fe_{88}$

Le champ coercitif de l'alliage  $Tb_{12}Fe_{88}$  est faible, environ 200 Oe, à 300 K (Figure II.22a). Le  $Tb_{12}Fe_{88}$  possédant un champ coercitif faible sans axe d'anisotropie marqué à 300 K, on peut le considérer comme un matériau doux à température ambiante. En revanche, le cycle d'hystérésis mesuré à 5 K sur une couche mince de  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm), représenté figure II.22b, possède un champ coercitif nettement supérieur à celui mesuré à 300 K, proche de 2 Tesla. La figure II.21 présente l'augmentation rapide de la coercitivité lorsque la température diminue.

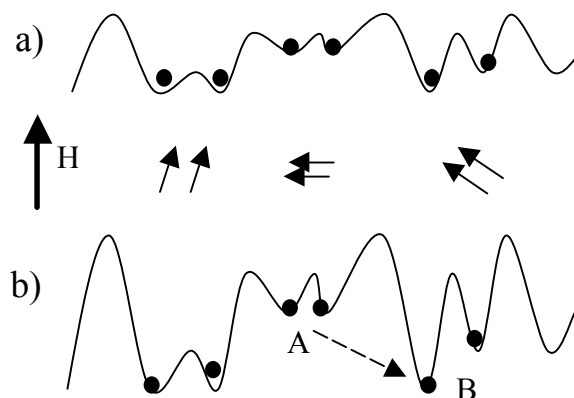


Figure II.23. Schéma représentant l'énergie locale de certains sites d'un matériau amorphe à anisotropie aléatoire en fonction de leur état de spin respectif. (a) Cas d'une température  $T = T_f$ . (b) Cas de  $T \sim 0$  K.

De manière générale, l'anisotropie aléatoire engendre un paysage d'énergie potentielle très accidenté. Lorsque la température diminue, la profondeur des puits de potentiels augmente et il devient alors de plus en plus difficile pour le système de passer d'un état métastable à un autre (Figure II.23) [Coe81]. Ce phénomène est à la base de la forte augmentation de la coercitivité du TbFe lorsque la température diminue.

On peut définir de manière approximative la valeur de  $K_{Tb_{12}Fe_{88}}$  en choisissant  $H_K$  comme la valeur de champ de saturation. Cela mène, à 300 K, à  $K_{Tb_{12}Fe_{88}} \sim 1.10^5 \text{ erg.cm}^{-3}$  et, à 5 K, à  $K_{Tb_{12}Fe_{88}} > 1.10^7 \text{ erg.cm}^{-3}$

### **Couplage d'échange de l'alliage Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>**

Pour déterminer le couplage d'échange moyen de l'alliage Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>, nous pouvons reproduire le calcul déjà réalisé pour les couches Gd<sub>x</sub>Fe<sub>1-x</sub>. [Has74][Mim78]. Nous avons résumé les différents paramètres utiles au calcul de la constante d'échange d'un alliage Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub> dans le tableau II.2. Les valeurs d'intégrales d'échange proviennent de la référence [Zou03].

*Tableau II.2. Caractéristiques structurales et magnétiques (valeur du spin, distances interatomiques, intégrale d'échange) pour un alliage Tb<sub>x</sub>Fe<sub>1-x</sub>.*

Nombre de voisins dans le plan (n)	Intégrales d'échange (J)	Distances interatomiques (a)	Valeur du spin « atomique » (S)
n <sub>Fe</sub> = 2	$J_{Fe-Fe} = 34,9 \cdot 10^{-16} \text{ erg}$	$a_{Fe-Fe} = 2.5 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$	S <sub>Fe</sub> = 1
n <sub>Tb</sub> = 2	$J_{Tb-Tb} = 2 \cdot 10^{-16} \text{ erg}$	$a_{Tb-Tb} = 3.4 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$	S <sub>Tb</sub> = 3
	$J_{Tb-Fe} = 8,6 \cdot 10^{-16} \text{ erg}$	$a_{Tb-Fe} = 3 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$	

Ces valeurs permettent d'obtenir la constante d'échange :  $A_{Tb_{12}Fe_{88}} = 1,4 \cdot 10^7 \text{ erg.cm}^{-1}$

De la même manière que dans le cas du Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub>, un tel calcul en champ moyen pour une concentration aussi faible en Tb est à la limite des cadres de cette théorie. Par la suite, nous utiliserons une valeur inférieure de l'ordre de  $8 \cdot 10^8 \text{ erg.cm}^{-1}$  pour simuler les comportements magnétiques d'une bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>.

### **V.2) Comportements résistifs des couches Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>, Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> et Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub>**

Nous venons de décrire les propriétés magnétiques des différents alliages utilisés dans cette thèse. Voyons maintenant les propriétés de résistance de ces matériaux amorphes. Dans ce qui suit, nous décrirons les résultats des mesures de transport électronique effectuées sur chacun des trois films minces, d'abord à bas champ, puis pour des champs supérieurs au millier d'Oersted. Nous essaierons de comparer ces observations aux prévisions théoriques décrites en début de chapitre afin de comprendre les phénomènes de transport impliqués dans le cas de nos alliages TR-MT.

## V.2.a] Comportements résistifs des alliages à bas champ

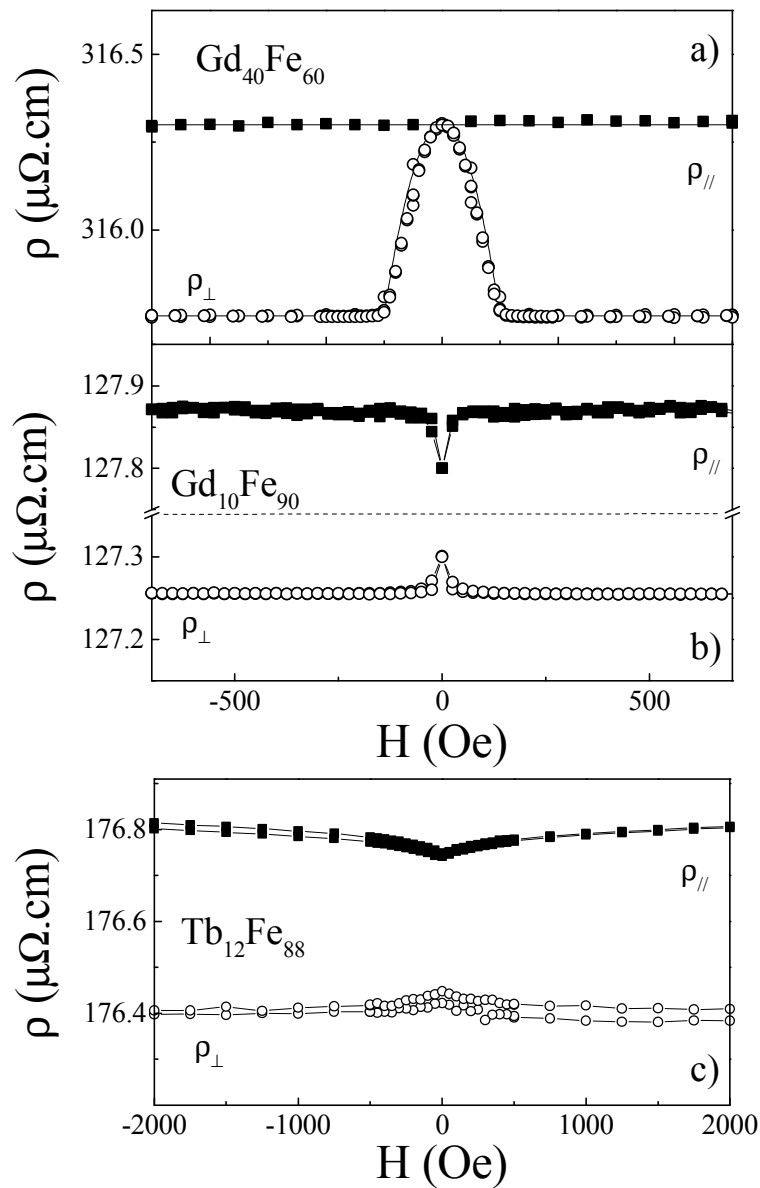


Figure II.24. Résistivités des couches de a)  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (100 nm), b)  $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  (30 nm) et c)  $\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  (50 nm) mesurées à 300 K dans le cas où le champ est appliqué parallèlement (carrés pleins) ou perpendiculairement (ronds vides) à l'axe d'anisotropie de la couche qui est également l'axe du courant. Les lignes continues en (a) correspondent aux résultats de la simulation micromagnétique.

La figure II.24a représente les courbes de résistivité en fonction du champ à 300 K d'une couche de  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (100 nm). La résistivité obtenue dans le cas où le champ est appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie est constante de -500 Oe à + 500 Oe. L'aimantation de  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  et le champ magnétique restant constamment colinéaires à l'axe du courant (cf. figure II.18a), aucun effet d'anisotropie de magnétorésistance n'est attendu (cf. figure II.24a). La résistivité mesurée dans ces conditions est nommée résistivité parallèle  $\rho_{\parallel}$ ; sa valeur (moyenne sur un ensemble d'échantillons) est  $\rho_{\parallel} = 316.3 \pm 30 \mu\Omega\cdot\text{cm}$  à température ambiante. L'erreur

sur cette valeur provient de la précision sur le volume de l'échantillon traversé par le courant et surtout de la qualité des contacts électriques. Dans le cas où le champ magnétique est appliqué perpendiculairement à l'axe d'anisotropie (le courant restant toujours le long de cet axe), pour un champ supérieur à 100 Oe, l'aimantation est fixe et parallèle au champ (Figure 18a), donc perpendiculaire à l'axe du courant. En terme d'AMR, cette résistivité doit donc être constante tant que l'aimantation de GdFe reste fixe et on nomme  $r_{\perp}$  la valeur de cette résistivité. Pour un champ inférieur à 100 Oe, nous avons vu que l'aimantation de GdFe tourne continûment dans le plan du film. A 0 Oe, l'aimantation se retrouve le long de l'axe d'anisotropie et donc du courant et par conséquent la résistance atteint la valeur maximale  $r_{\parallel}$  avant de diminuer à nouveau lorsque l'intensité du champ croît de nouveau.  $r_{\parallel} - r_{\perp}$  vaut  $0.5 \pm 0.05 \mu\Omega.cm$  à 300 K. Nous avons comparé les résultats du programme micromagnétique, ne tenant compte que de l'anisotropie de magnétorésistance, aux résultats expérimentaux. Un excellent accord est obtenu prouvant la possibilité d'une description du comportement bas champ d'une couche de Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> uniquement en terme d'AMR.

La même étude a été effectuée à 300 K sur l'alliage Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub> (Figure II.24b); un comportement différent de celui du Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> est observé. En effet, contrairement au cas précédent, les films minces de Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub> ne possèdent pas d'axe d'anisotropie uniaxial marqué (Figure II.20). Dans ce cas, on peut supposer que le renversement d'aimantation lorsque la valeur du champ magnétique change de signe se fait par un mouvement de rotation partielle de l'aimantation et/ou d'un processus de nucléation-propagation de domaines latéraux d'aimantation renversée (cf. chapitre I). Par conséquent, dans le cas où le champ est appliqué le long de l'axe du courant, tant que l'aimantation est parallèle au champ, la résistivité est constante et vaut  $r_{\parallel}$ . Lorsque le champ tend vers 0 Oe, un désalignement partiel de l'aimantation génère l'apparition d'une projection de l'aimantation non nulle le long de l'axe perpendiculaire au courant qui engendre une diminution de la résistivité. A l'inverse, lorsque le champ est appliqué perpendiculairement au courant, lorsque l'aimantation est le long du champ, la résistivité est constante et égale à  $r_{\perp}$  ( $< r_{\parallel}$ ). Lorsque le champ s'annule, l'aimantation se dévie en moyenne de son axe générant une composante d'aimantation non nulle selon l'axe du courant ce qui crée une légère augmentation de résistivité. Le même type de courbes est observé à 300 K, figure II.24c, dans le cas de l'alliage Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub> qui possède une anisotropie aléatoire. Les comportements magnétorésistif des couches de Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub> et Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub> divergent en revanche fortement à basse température du fait de la forte augmentation du champ coercitif du TbFe.

De manière générale, l'anisotropie de magnétorésistance suffit donc à expliquer les comportements magnétorésistifs mesurés à bas champ sur les trois alliages TR-MT étudiés sur toute la gamme de températures étudiée. Nous verrons dans la suite que ce n'est plus le cas pour des champs supérieurs à 500 ou 1000 Oe. Avant cela intéressons-nous aux valeurs absolues de résistivité de chaque matériau ainsi qu'à leur évolution en fonction de la température. Les caractéristiques résistives des couches Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>, Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> et Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub> amorphes présentent de nombreuses similarités. D'abord, leur résistivité est relativement élevée, supérieure à la centaine de  $\mu\Omega.cm$  (Figure II.25), de l'ordre de grandeur attendu, dans la classification de Mott et Davis [Mott79], pour des matériaux liquides ou amorphes métalliques [Aus83]. L'encart de la figure II.25a représente les valeurs de résistivité trouvées dans différents articles sur des couches à base de Gd<sub>x</sub>Fe<sub>1-x</sub> ou Gd<sub>x</sub>Co<sub>1-x</sub> en fonction de la concentration (x) en Terres-Rares [Har83][Gui77][Had80][Kas80][Gui80]. Les valeurs de résistivité que nous avons obtenues expérimentalement pour Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> et Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub> semblent cohérentes avec ces résultats. De même, la valeur de résistivité de nos échantillons Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>(50nm),  $r_{\parallel} = 186 \pm 20 \mu\Omega.cm$  (à 5 K), est similaire aux valeurs trouvées dans la



littérature sur des systèmes  $Tb_xFe_{1-x}$  ou  $Tb_xCo_{1-x}$  et résumées dans l'encart de la figure II.25c en fonction de la concentration  $x$  en composé Terres-Rares [Dov87][Cor82][Mit83]. La résistivité du  $Gd_{40}Fe_{60}$  est nettement supérieure à celle des deux autres alliages. Si la comparaison avec le  $Tb_{12}Fe_{88}$  est plus discutable, l'évolution non monotone de la résistivité avec la concentration de Fe dans l'alliage  $Gd_xFe_{1-x}$  avec un maximum proche  $x = 50\%$  provient certainement du déplacement de la position relative entre le pic du facteur de structure du composé et la valeur  $2k_F$  liée à la valence moyenne de l'alliage [Moo73][Gen86].

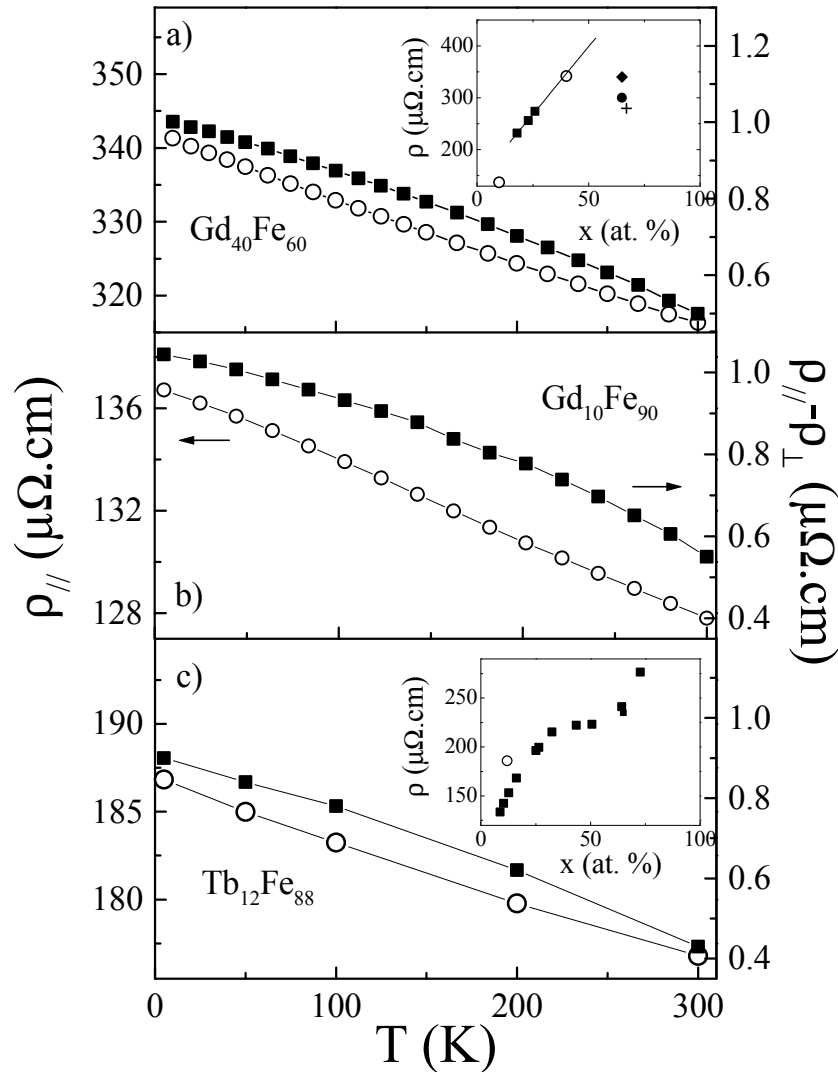


Figure II.25. a) Résistivité  $r_{\parallel}$  (ronds vides) et  $r_{\perp}$  (carrés pleins) d'une couche a)  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm),  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm) et c)  $Tb_{12}Fe_{88}$  en fonction de la température. En encart : Valeurs, trouvées dans la littérature (symboles pleins), de la résistivité  $r_{\parallel}$  de couches amorphes a)  $Gd_xFe_{1-x}$  en fonction de la valeur de  $x$  pour des températures proches de 5 K [Har83][Gui77][Had80][Kas80][Gui80] comparées à nos valeurs expérimentales (ronds vides) et b)  $Tb_xFe_{1-x}$  en fonction de la valeur de  $x$  pour des températures proches de 5 K [Dov87] [Cor82] [Mit83] (carrés pleins) comparées à notre valeur expérimentale (rond vide).

La figure II.25 représente les évolutions de  $r_{//}$  et de  $r_{//} - r_{\perp}$  d'une couche de trois alliages en fonction de la température. Les trois résistivités  $r_{//}$  diminuent lorsque la température augmente. Cette décroissance est en accord avec les règles de Mooij qui prédisent une pente négative de la courbe  $R(T)$  pour des matériaux dont la résistivité est supérieure à environ  $150 \mu\Omega.cm$  [Moo73][Cot81]. On peut noter que la résistivité de l'alliage  $Gd_{10}Fe_{90}$ ,  $r_{//} \sim 127.8 \pm 15 \mu\Omega.cm$  température ambiante, est en dessous de la limite de la règle de Mooij ; peut-être a-t-elle été sous-estimée d'autant qu'une valeur légèrement supérieure serait également en meilleur accord avec les valeurs de la littérature (encart Figure II.25c). Les évolutions en fonction de la température que nous avons mesurées pour les couches de  $Gd_{40}Fe_{60}$  sont quantitativement en parfait accord avec les résultats obtenus par Okuno et Sakurai sur une couche  $Gd_{42}Co_{58}$  [Oku82].

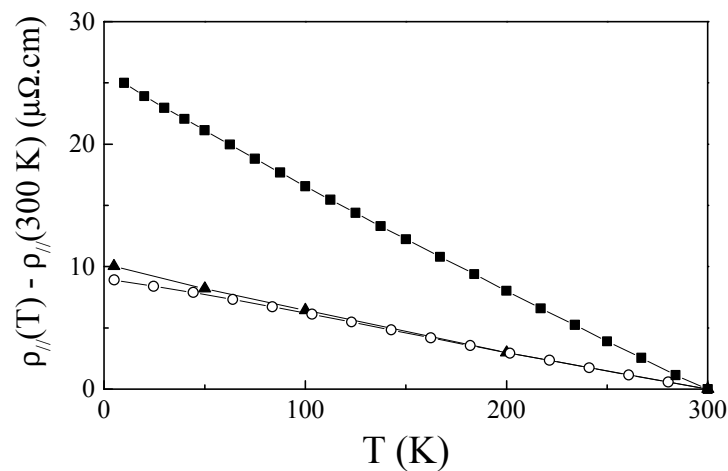


Figure II.26. Comparaison entre les valeurs  $r_{//}(T) - r_{//}(300K)$  des alliages  $Gd_{40}Fe_{60}$ , (carrés),  $Gd_{10}Fe_{90}$  (ronds vides) et  $Tb_{12}Fe_{88}$  (triangles) mesurées dans le cas où le champ est appliqué parallèlement à 300 K.

Nous avons, au début de ce chapitre, expliqué cette diminution de la résistivité lorsque la température augmente en terme de destruction d'interférences d'ondes électroniques, dans le modèle de Faber-Ziman [Cot81], à cause d'effets structuraux ou dans la théorie de Asomoza et Fert [Aso79], à cause d'effets magnétiques. Reproduire quantitativement les évolutions expérimentales de la résistivité en fonction de la température est, comme nous l'avons déjà signalé, très difficile puisqu'il faut connaître le poids relatif des contributions structurales et magnétiques. Dans le cas d'un alliage  $Gd_{42}Co_{58}$  [Oku82] ainsi que pour le film  $Ni_3Gd$  [Aso79], l'évolution en température de la résistivité serait majoritairement dirigée par le terme structural lié à la perte de cohérence due à des vibrations thermiques du réseau atomique. Nous pouvons constater que la résistivité et la variation de résistivité avec la température sont deux fois supérieures pour le  $Gd_{40}Fe_{60}$  que pour les deux autres alliages (Figure II.26). Une étude des facteurs de structure des différents alliages pourrait peut-être permettre d'expliquer ces observations.

D'autre part, la valeur  $r_{//} - r_{\perp}$  augmente également lorsque la température diminue. Cela s'explique par le fait que, plus la température est basse, plus la conduction par deux canaux de spins séparés est efficace et par conséquent plus l'importance relative de l'effet de mélange des

canaux lié à l'AMR croît. Cela est vrai dans le cas des métaux magnétiques cristallins comme dans le cas des métaux magnétiques amorphes.

### V.2.b] Comportements résistifs des alliages à fort champ

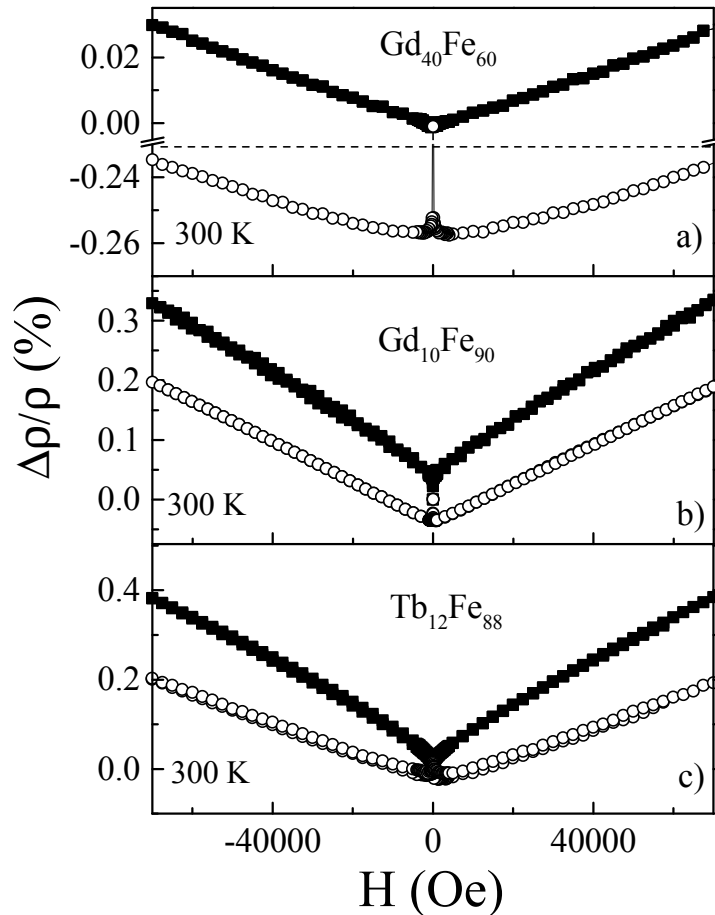


Figure II.27. Variations relatives de la résistivité d'une couche a)  $Gd_{40}Fe_{60}$ (100nm), b)  $Gd_{10}Fe_{90}$  et c)  $Tb_{12}Fe_{88}$  mesurées avec l'axe du courant parallèle à celui du champ magnétique (carrés pleins) et perpendiculaire à celui du champ (ronds vides) en fonction de l'intensité du champ magnétique à 300 K.

La figure II.27 présente les variations de magnétorésistance ( $\Delta r/r$ ), calculées comme  $[r(H) - r(H=0)]/r(H=0)$ , des alliages  $Gd_{40}Fe_{60}$ ,  $Gd_{10}Fe_{90}$  et  $Tb_{12}Fe_{88}$  à 300 K, sur une gamme de champs de  $\pm 7T$ , dans le cas où le champ est appliqué parallèlement ou perpendiculairement au courant. Une magnétorésistance quasi-linéaire et positive est observée dans les trois cas. On peut noter que les mêmes variations sont observées lorsque le courant circule parallèlement et perpendiculairement au champ magnétique. Ce phénomène ne peut donc pas s'expliquer en terme d'anisotropie de magnétorésistance puisque les diffusions donnant lieu à l'AMR dépendent en cosinus carré de l'angle entre le moment et le courant générant une symétrie à  $90^\circ$ . Cette magnétorésistance positive ne s'explique, par ailleurs, par aucun autre phénomène déjà observé dans les métaux cristallins ou polycristallins magnétiques (cf. chapitre I). Comme

nous l'avons déjà précisé, de telles augmentations de résistivité en fonction de l'intensité du champ magnétique ont déjà été observées et/ou prédites dans des matériaux amorphes ferromagnétiques ou ferrimagnétiques tels que NiGd<sub>3</sub> [Aso79][Fer79], NiDy<sub>3</sub> [Aso77], UFe<sub>x</sub> [Fre88] ou Fe<sub>90-x</sub>Mn<sub>x</sub>Zr<sub>10</sub> [Sri03] et ont été expliquées en terme de gain de cohérence magnétique [Aso77].

L'amplitude de cette variation d'un ordre de grandeur inférieure à la valeur  $r_{//} - r_{\perp}$  liée à l'AMR dans la couche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> tandis qu'elle est du même ordre de grandeur dans les deux autres. Il apparaît donc que cette pente à haut champ est largement plus importante dans le cas des alliages Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub> et Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub> que dans celui du Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> (Figure II.28).

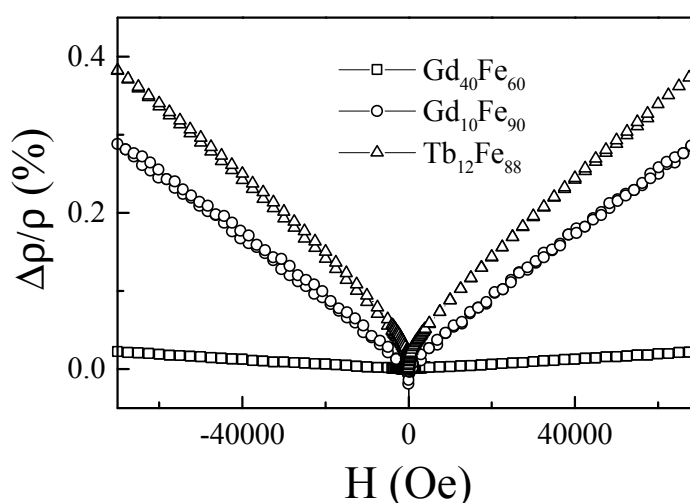


Figure II.28. Comparaison entre les variations de la magnétorésistance normalisée des alliages Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>, (carrés), Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub> (ronds) et Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub> (triangles) mesurées à 300 K.

L'amplitude de cet effet magnétorésistif semble très peu varier avec la température dans le cas de l'alliage Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> mais diminue lorsque la température diminue dans les deux autres. Sur la figure II.29, nous avons représenté les courbes de magnétorésistivité d'une couche de Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub> mesurées à 5 K pour un champ appliqué parallèlement et perpendiculairement au courant. Il apparaît que l'amplitude de l'augmentation de résistivité à haut champ est 0.1 % moins grande que celle mesurée à 300 K (Figure II.28). Il en est de même pour l'alliage Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub>.

En considérant la théorie de Asomoza et Fert [Aso77], on peut tenter de comprendre qualitativement ces résultats en étudiant la capacité de chaque système à s'ordonner magnétiquement. Ainsi on peut noter premièrement que les couches de Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>, pour lesquelles l'effet est minimum, possèdent une anisotropie uniaxiale tandis que les couches de Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>, donnant lieu à l'amplitude maximum de ce phénomène magnétorésistif, possèdent une anisotropie aléatoire. Toutefois, à 300 K, pour des champs supérieurs à 1 T, l'anisotropie des couches est largement négligeable devant l'influence du champ ; cet argument n'est alors certainement plus recevable. En revanche, le couplage d'échange moyen est nettement supérieur dans l'alliage Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>. On s'attend par conséquent à ce que l'ordre magnétique à champ nul soit bien supérieur dans le cas du Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> que dans les deux autres cas et donc que l'effet d'un champ magnétique soit moindre dans ce cas. Malgré la cohérence de ces arguments avec la théorie de Asomoza et al. [Aso77][Aso79][Fer79], ces remarques qualitatives ne

permettent bien sûr aucune conclusion définitive quant à l'origine de ces phénomènes. Une étude intégralement dédiée à ces effets serait nécessaire pour atteindre une meilleure compréhension.

### V.2.b] Remarque sur les problèmes propres à l'alliage $Tb_{12}Fe_{88}$

Contrairement aux deux autres alliages, la coercitivité du composé  $Tb_{12}Fe_{88}$  augmente rapidement lorsque la température diminue. L'anisotropie aléatoire de ce composé pose alors un problème dans l'étude des pentes magnétorésistives observées à haut champ. En effet, à basse température, il est difficile de dissocier cette augmentation de résistance, que nous avons considérée comme provenant de la structure amorphe des couches, de l'anisotropie de magnétorésistance.

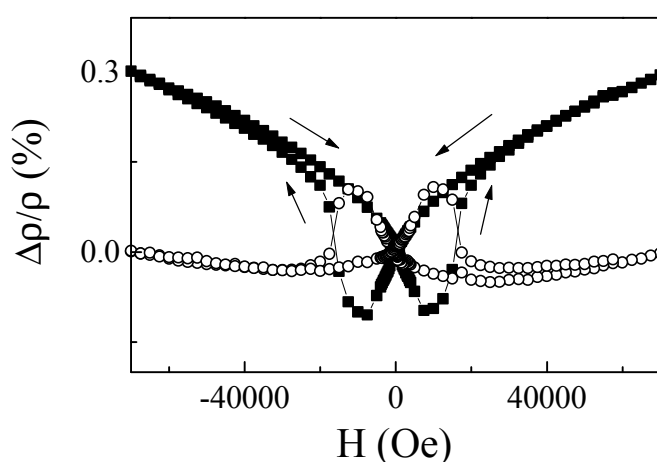


Figure II.29. Variation de la résistivité d'une couche de  $Tb_{12}Fe_{88}$ (50nm) mesurée dans le cas où le champ est appliqué parallèlement (carrés pleins) ou perpendiculairement (carrés vides) au courant à 5 K.. Les flèches indiquent le sens de lecture du premier cycle.

La figure II.29 représente les variations magnétorésistives d'une couche de  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm) à 5 K pour un champ appliqué parallèlement et perpendiculairement au courant. L'ouverture du cycle correspond au retournement progressif de l'aimantation 0 Oe et 20 kOe, déjà observé à l'aide de mesures magnétiques. Ces courbes sont d'ailleurs très similaires à celles obtenues sur l'alliage  $TbU_x$  [Coe90]. La difficulté de l'étude des résistances et magnétorésistances des couches de  $Tb_{12}Fe_{88}$  provient de la distribution à basse température des moments localisés de Tb créée par la compétition entre le couplage d'échange et une anisotropie aléatoire de site en site. Premièrement, concernant l'étude de l'anisotropie de magnétorésistance, les valeurs de  $r_{//}$  et de  $r_{//} - r_{\perp}$  sont plus difficiles à obtenir du fait de l'absence de véritable palier de saturation de l'aimantation. D'autre part, concernant l'étude de la contribution magnétorésistive positive, la pente des courbes mesurées à 5 K contient une contribution non négligeable d'AMR (à cause de la fermeture du cône de Tb très lente à basse température). Cette remarque explique notamment l'aspect non linéaire de la pente à haut champ dans le cas du  $Tb_{12}Fe_{88}$  [Aso77]. Elle permet certainement d'expliquer également la différence entre les pentes positives, quasi-identiques à 300 K, des courbes de résistivités parallèles et perpendiculaires mesurées à 5 K.

## VI/ Conclusion du chapitre

Dans ce second chapitre, nous nous sommes intéressés aux propriétés magnétiques et résistives des alliages amorphes ferrimagnétiques à base de Terres-Rares et de Métaux de Transition (TR-MT) que nous allons utiliser pour notre étude des effets de décalage d'échange (chapitre III) et des effets de magnétorésistance de paroi de domaines magnétiques (chapitre IV). Les alliages  $Gd_xFe_{1-x}$  sont des alliages ferrimagnétiques, i.e. dont les moments de chaque sous-réseau sont couplés ferromagnétiquement entre eux mais antiferromagnétiquement avec les moments de l'autre sous-réseau. En fonction de la concentration  $x$ , l'aimantation résultante peut être orientée, soit parallèlement, soit antiparallèlement aux moments de fer. Dans le cas du  $Gd_{40}Fe_{60}$ , dont l'aimantation est dominée par les moments du sous-réseau de Gd, un axe d'anisotropie uniaxial est observé dans le plan du film. Dans le cas de l'alliage  $Gd_{10}Fe_{90}$  aucune anisotropie marquée n'est visible. Ces deux alliages sont des matériaux magnétiquement doux à toute température, i.e. que leur champ coercitif reste faible à toute température (typiquement inférieur à 20 Oe). L'alliage  $Tb_{12}Fe_{88}$  est, quant à lui, spérimagnétique, i.e. que les aimantations moyennes des deux sous-réseaux sont antiparallèles mais, à cause de l'anisotropie aléatoire des sites de Tb, les moments de Tb sont distribués dans le volume d'un cône. Cette anisotropie aléatoire est due à l'organisation structurale aléatoire de l'alliage amorphe ainsi qu'au fort couplage spin-orbite des atomes de Tb. Les films de  $Tb_{12}Fe_{88}$  sont magnétiquement doux à 300 K mais deviennent très durs en dessous d'une température dite de gel, avec des champs coercitifs atteignant 15 kOe à 5 K.

Tableau II.3. Résumé des constantes d'échange, d'anisotropie et d'aimantation caractéristiques des couches  $Gd_{40}Fe_{60}$ ,  $Gd_{10}Fe_{90}$  et  $Tb_{12}Fe_{88}$  mesurées ou calculées et décrites dans ce chapitre.

Couches	Température (K)	Constante d'échange macroscopique A (erg.cm <sup>-1</sup> )	Constante d'anisotropie macroscopique K (erg.cm <sup>-3</sup> )	Aimantation macroscopique à saturation (emu.cm <sup>-3</sup> )	$r_{//}$ (μΩ.cm)
$Gd_{40}Fe_{60}$	300 K	$5,3 \pm 1 \cdot 10^{-7}$	$2,5 \pm 0,25 \cdot 10^4$	$500 \pm 50$	$316.3 \pm 30$
	5 K	$5,3 \pm 1 \cdot 10^{-7}$	$9,4 \pm 0,5 \cdot 10^4$	$950 \pm 50$	$341 \pm 30$
$Tb_{12}Fe_{88}$	300 K	$1,4 \pm 1 \cdot 10^{-7}$	$10^5$	$225 \pm 50$	$176.8 \pm 20$
	5 K	$1,4 \pm 1 \cdot 10^{-7}$	$> 1 \cdot 10^7$	$500 \pm 50$	$186 \pm 20$
$Gd_{10}Fe_{90}$	300 K	$1.5 \pm 1 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^4$	$390 \pm 50$	$127.8 \pm 15$
	5 K	$1.5 \pm 1 \cdot 10^{-7}$	$6,7 \cdot 10^4$	$690 \pm 50$	$136.7 \pm 15$

Une étude des propriétés résistives a également été réalisée sur les mêmes films minces à l'aide d'une méthode 4 pointes classique. A bas champ, les variations de résistance observées sur ces films s'interprètent parfaitement en terme d'anisotropie de magnétorésistance (AMR). En

revanche pour des champs supérieurs à 500 Oe, les variations de résistance ne peuvent plus s'expliquer en terme d'AMR uniquement. Les phénomènes de magnétorésistance intrinsèques aux matériaux amorphes doivent être pris en compte pour expliquer nos observations. Les deux modèles théoriques décrivant les propriétés de transport électronique dans les matériaux amorphes [Zim61][Fab65][Aso79][Fer79] sont basés sur la notion de diffusion (plus précisément de rétrodiffusion) cohérente des ondes électroniques diffusées par des atomes voisins. Dans un matériau magnétique, la première conséquence de ce phénomène est que l'apparition de l'ordre magnétique se traduit par une augmentation de la résistivité si les interférences entre les ondes diffusées par des atomes voisins sont constructives. Même si une comparaison quantitative est impossible, les diminutions de résistances observées lorsque la température augmente ou l'augmentation de la résistance lorsque l'intensité du champ magnétique croît peuvent s'expliquer à l'aide de ce modèle théorique. Une comparaison des amplitudes de ces variations de résistance observées sur les trois échantillons est difficilement envisageable dans l'état actuel de nos connaissances.

Les différentes caractéristiques magnétiques (aimantation à saturation, constante d'échange de volume, constante d'anisotropie) et résistives, mesurées ou calculées pour des températures de 300 K et de 5 K, des trois alliages étudiés sont rassemblées dans le tableau II.3.

# Chapitre III

Propriétés de décalage d'échange dans  
la bicouche  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$





Dans ce chapitre, nous allons nous intéresser à l'évolution des configurations magnétiques à l'interface de bicouches ferrimagnétique/ferrimagnétique formées des couches amorphes  $Gd_{40}Fe_{60}$  et  $Tb_{12}Fe_{88}$  dont les caractéristiques ont été décrites au chapitre II. Nous tenterons de lier l'évolution de ces configurations magnétiques aux phénomènes de décalage d'échange définis au premier chapitre. Nous commencerons par rappeler les évolutions du décalage en champ ( $H_E$ ), du décalage en aimantation ( $M_{shift}$ ) et de la coercitivité du cycle d'hystérèse de la couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$  à 5 K en fonction de la valeur du champ de refroidissement ( $H_{cf}$ ) mise en évidence par S. Mangin et al. [Man03] sur ce système. Celles-ci sont très similaires à celles observées pour les bicouches  $FeF_2/Fe$  [Nog96a][Nog00]. Un modèle basé sur deux hypothèses a été utilisé pour expliquer ces premiers résultats expérimentaux [Man03]. Dans la première partie de ce chapitre, nous vérifierons la validité des hypothèses de ce modèle à l'aide de diverses techniques expérimentales. Les résultats obtenus à l'aide de mesures de résistance, de mesures de diffusion magnétique résonnante de rayons X, ou encore de mesures de réflexion de neutrons polarisés, seront présentés. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous nous intéresserons aux limites du modèle. L'introduction artificielle des domaines latéraux au sein de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  à 300 K sera d'abord décrite ainsi que l'influence de ces domaines latéraux sur les propriétés de décalage d'échange de ce système. L'effet du traînage magnétique, qui ne peut en aucun cas être expliqué dans le cadre du modèle proposé précédemment, sera ensuite abordé. Les résultats d'expériences de réflexion de neutrons polarisés et de mesures magnétiques plus classiques seront alors utilisés afin de comprendre l'origine (et les mécanismes) du phénomène de traînage magnétique ainsi que ses dépendances en fonction de la température et de  $H_{cf}$ . Enfin, nous développerons une étude plus particulière concernant la coercitivité dans la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ . Des mesures de susceptibilité magnétique nous permettront notamment de mettre en évidence les différentes origines du champ coercitif dans ce système.

## **I/ Couplage d'échange dans la bicouche $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$**

### **I.1) Observations expérimentales d'avant thèse**

En 2003, peu avant le début de cette thèse, S. Mangin et al. ont commencé à étudier les phénomènes de couplage d'échange dans le système bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  [Man03]. Les résultats obtenus sont très similaires à ceux observés dans des bicouches FM/AF de type  $FeF_2/Fe$  ou  $MnF_2/Fe$  [Nog96a][Lei99][Lei00]. Comme nous le verrons, le TbFe joue dans la bicouche GdFe/TbFe un rôle similaire à celui du matériau AF dans la bicouche FM/AF. Au chapitre I, il a été indiqué que les propriétés particulières de décalage d'échange observées dans les systèmes  $FeF_2/Fe$  [Nog96a][Nog00] sont associées à 3 hypothèses : (1) existence d'un couplage antiferromagnétique à l'interface de la bicouche  $FeF_2/Fe$ , (2) la faible influence du champ extérieur sur les configurations magnétiques de  $FeF_2$  en dessous d'une température de blocage, (3) existence d'une aimantation résiduelle au sein du matériau AF en dessous de cette température de blocage.

La bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  répond à ces trois critères :

- 1) Dans la couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$ , l'aimantation de l'alliage est dominée par la contribution du Gd. A l'inverse, pour le cas du  $Tb_{12}Fe_{88}$ , l'aimantation globale de l'alliage est parallèle aux moments magnétiques du fer. Or, comme nous l'avons vu au chapitre I, le couplage d'échange dans des alliages à base de TR et de MT est dominé par les interactions MT-MT (ici Fe-Fe) ; il en résulte un couplage interfacial de nature antiferromagnétique entre les aimantations résultantes des couches de GdFe et TbFe.
- 2) L'alliage  $Gd_{40}Fe_{60}$  est un matériau magnétiquement doux, à toute température (cf. chapitre II). Il possède une anisotropie uniaxiale dans le plan du film. En revanche, le TbFe, s'il est doux à température ambiante, devient extrêmement dur à basse température, son champ coercitif excède alors 15 kOe. En dessous d'une certaine température, la configuration magnétique dans le TbFe est donc insensible à un champ faible. Il faut noter que cette insensibilité est due à une forte anisotropie magnétocristalline locale et non pas à une trop faible aimantation macroscopique comme dans le cas d'un matériau AF.
- 3) L'alliage  $Tb_{12}Fe_{88}$  possède une aimantation résultante non nulle quelle que soit la température (cf. chapitre II).

Si ces trois facteurs sont à l'origine des effets de décalage d'échange du système  $FeF_2/Fe$ , on s'attend à ce qu'ils le soient également dans le cas d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ . Les résultats obtenus par Mangin et al. [Man03] vont dans ce sens.

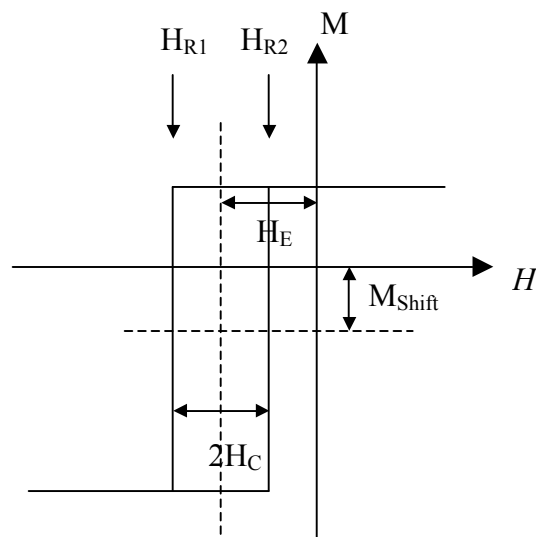


Figure III.1. Schéma du cycle d'hystérésis d'une couche ferromagnétique décalé par échange.  $H_E$  est nommé décalage d'échange ou champ de décalage ;  $H_C$  est le champ coercitif,  $H_{R1}$  et  $H_{R2}$  sont les champs de retournement des branches descendante et ascendante.  $M_{shift}$  correspond au décalage en aimantation du cycle.

La figure III.2 représente l'évolution du champ de  $H_E$  et de  $H_C$  en fonction de  $H_{cf}$ . De la même manière que dans le système  $FeF_2/Fe$ , une transition du décalage d'échange négatif à positif est mesurée lorsque  $H_{cf}$  augmente. Je rappelle que  $H_E$  et  $H_C$  sont définis (Figure III.1) comme :

$$H_E = \frac{H_{R1} + H_{R2}}{2} \quad (III.1) \quad \text{et} \quad H_C = \left| \frac{H_{R1} - H_{R2}}{2} \right| \quad (III.2)$$

où  $H_{R1}$  et  $H_{R2}$  sont respectivement les champs de retournement des branches descendante et ascendante du cycle d'hystérésis de la couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$  (Figure III.1).

En parallèle à l'évolution du champ de décalage d'échange, il apparaît un comportement non monotone du champ coercitif du cycle décalé avec un maximum lorsque  $H_E$  est nul (Figure III.2) ainsi qu'un décalage du cycle d'hystérésis (du  $GdFe$ ) le long de l'axe des aimantations ( $M_{shift}$ ) variant lui aussi avec  $H_{cf}$ . Pour comparer cette évolution à celle obtenue dans la bicouche  $FeF_2/Fe$  par Noguès et al. [Nog00], il a été décidé d'utiliser une valeur de décalage en aimantation normalisée donnée par :

$$M_{Shift}^N(H_{cf}) = \frac{M_{2kOe}(H_{cf})}{M_{2kOe}(H_{cf} = 70kOe)} \quad (III.3)$$

L'évolution de  $M_{Shift}^N$  en fonction de  $H_{cf}$  est représentée figure III.6b et on peut observer comme dans [Nog00], tout d'abord une augmentation de sa valeur pour les faibles  $H_{cf}$ , puis une stabilisation pour de fortes intensité de champ de refroidissement.

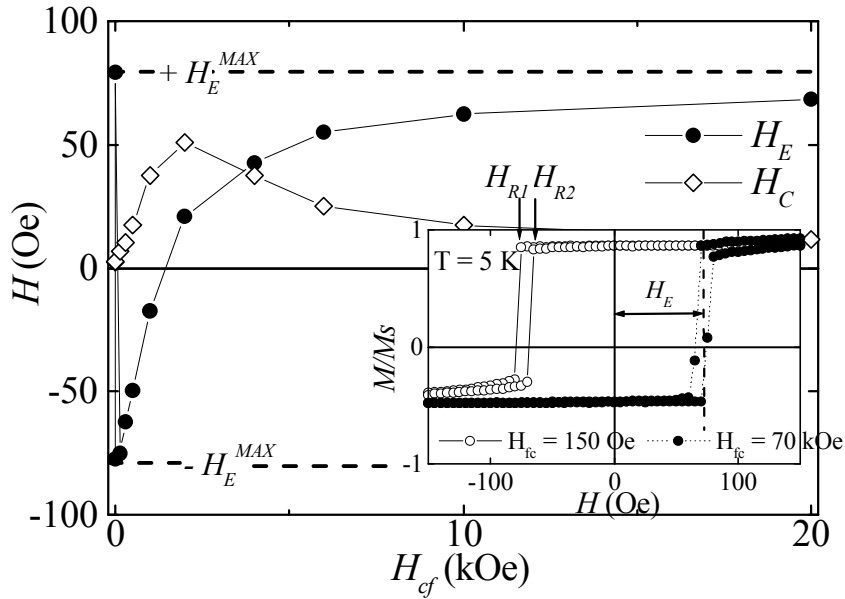


Figure III.2. Variation de la valeur du décalage d'échange  $H_E$  (ronds pleins) et du champ coercitif  $H_C$  (losanges vides) en fonction du champ de refroidissement  $H_{cf}$ . En insert sont représentés les cycles d'hystérésis normalisés obtenus à 5 K après refroidissement sous  $H_{cf} = 70$  kOe (symboles pleins) et sous  $H_{cf} = 150$  Oe [Man03].

A partir de ces premières observations, S. Mangin et al. ont proposé un modèle basé sur le gel des configurations magnétiques de la couche de  $TbFe$  en dessous d'une certaine température. A l'aide du calcul micromagnétique décrit au premier chapitre, ils ont pu rendre compte de l'évolution du champ d'échange  $H_E$ , ainsi que d'autres propriétés dépendantes du couplage

interfacial, avec l'intensité du champ de refroidissement  $H_{cf}$  et relier cette évolution à la configuration magnétique présente dans le TbFe. Dans le paragraphe suivant, nous allons nous attacher à décrire le modèle conceptuel en question ainsi que les grandes hypothèses sur lesquelles il est basé.

## I.2) Modèle et calcul micromagnétique

### I.2.a] Modèle

Le modèle utilisé est basé sur deux hypothèses principales. La première hypothèse consiste à considérer l'aimantation de la bicouche comme une chaîne unidimensionnelle de spins dont l'axe est perpendiculaire au plan de croissance des couches (Figure III.3). Cela implique un découpage en sous-couches de l'épaisseur de l'échantillon. Chaque sous couche porte une aimantation planaire latéralement uniforme. La configuration magnétique est alors donnée par l'évolution  $\mathbf{q}(z)$ , de l'angle ( $\mathbf{q}$ ) entre l'aimantation et l'axe d'anisotropie en fonction de l'épaisseur ( $z$ ). La configuration magnétique de cette chaîne de plans est obtenue à l'aide du calcul micromagnétique décrit au chapitre I. La seconde hypothèse faite dans ce modèle implique le gel de la configuration de TbFe à basse température. En d'autres termes, ce modèle impose que la configuration magnétique dans le TbFe après refroidissement à 5K sous un champ  $H_{cf}$  soit bloquée et soit identique à celle adoptée à 300 K sous un champ  $H = H_{cf}$ .

### I.2.b] Calcul micromagnétique

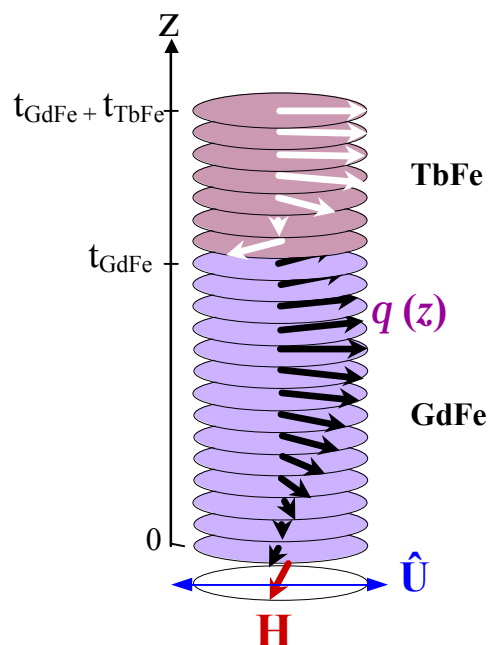


Figure III.3. Représentation en une chaîne unidimensionnelle de spins représentant l'aimantation d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) /  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm). Chaque sous-couche est caractérisée par sa profondeur  $z$  et l'angle  $\mathbf{q}$  que fait son aimantation par rapport à l'axe d'anisotropie  $U$  de la couche de  $GdFe$ .

Appliquons le calcul décrit au chapitre I au cas de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  ( $t_{GdFe}$ ) /  $Tb_{12}Fe_{88}$  ( $t_{TbFe}$ ). Le champ d'intensité  $H$  est appliqué à un angle  $\mathbf{Y}$  par rapport à l'axe d'anisotropie unique de la bicouche. L'énergie surfacique de ce système s'écrit alors sous la forme d'une somme, sur toutes les sous-couches, de l'énergie d'échange entre les plans, de l'énergie d'anisotropie et de l'énergie Zeeman :

$$E_S = \int_0^{t_{GdFe}} \left( A_{GdFe} \left( \frac{\partial \mathbf{q}}{\partial z} \right)^2 + K_{GdFe} \sin^2 \mathbf{q} - H.M_{GdFe} \cos[\mathbf{q} - \mathbf{y}] \right) dz$$

$$+ \int_{t_{GdFe}}^{t_{GdFe} + t_{TbFe}} \left( A_{TbFe} \left( \frac{\partial \mathbf{q}}{\partial z} \right)^2 + K_{TbFe} \sin^2 \mathbf{q} - H.M_{TbFe} \cos[\mathbf{q} - \mathbf{y}] \right) dz$$

$$- A'_{GdFe-TbFe} \cos(\mathbf{q}_{TbFe}^i - \mathbf{q}_{GdFe}^i) \quad (III.4)$$

Les valeurs des paramètres  $A_{GdFe}$ ,  $K_{GdFe}$ ,  $M_{GdFe}$ ,  $A_{TbFe}$ ,  $K_{TbFe}$  et  $M_{TbFe}$  utilisés dans les intégrales caractéristiques du volume des deux couches sont peu différentes de celles obtenues expérimentalement et théoriquement au chapitre II.

La valeur du terme de constante d'échange surfacique  $A'$  (en  $\text{erg}/\text{cm}^2$ ) est difficilement mesurable expérimentalement. Les valeurs de  $A'$  utilisées dans ce chapitre sont comprises entre  $-7$  et  $-10 \text{ erg}/\text{cm}^2$ . Le tableau III.1 résume les autres valeurs utilisées pour les simulations présentées dans ce chapitre.

Tableau III.1. Valeurs des caractéristiques des couches de  $Gd_{40}Fe_{60}$  et  $Tb_{12}Fe_{88}$  à 300K et 5K introduites dans notre programme micromagnétique.

Propriétés	Gd <sub>40</sub> Fe <sub>60</sub> (100 nm)		Tb <sub>12</sub> Fe <sub>88</sub> (50 nm)	
	300K	5K	300K	5K
Aimantation à saturation ( $M_S$ en $\text{emu} \cdot \text{cm}^{-3}$ )	500	1000	225	500
Couplage d'échange intra-couche ( $A$ en $\text{erg} \cdot \text{cm}^{-1}$ )	$6,07 \cdot 10^{-7}$	$6,07 \cdot 10^{-7}$	$8 \cdot 10^{-8}$	$8 \cdot 10^{-8}$
Anisotropie ( $K$ en $\text{erg} \cdot \text{cm}^{-3}$ )	$2,5 \cdot 10^4$	$1 \cdot 10^5$	$2,8 \cdot 10^4$	$>1 \cdot 10^7$

Ces différents paramètres étant définis, l'angle  $\mathbf{q}(z)$  reste alors le seul paramètre libre. La technique de minimisation de l'énergie du système décrite au chapitre I nous permet ainsi d'obtenir la configuration magnétique la plus stable en fonction de l'intensité et de la direction du champ magnétique extérieur.

I.2.c] Résultats des calculs micromagnétiques et premières explications des phénomènes liés au décalage d'échange dans la bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>

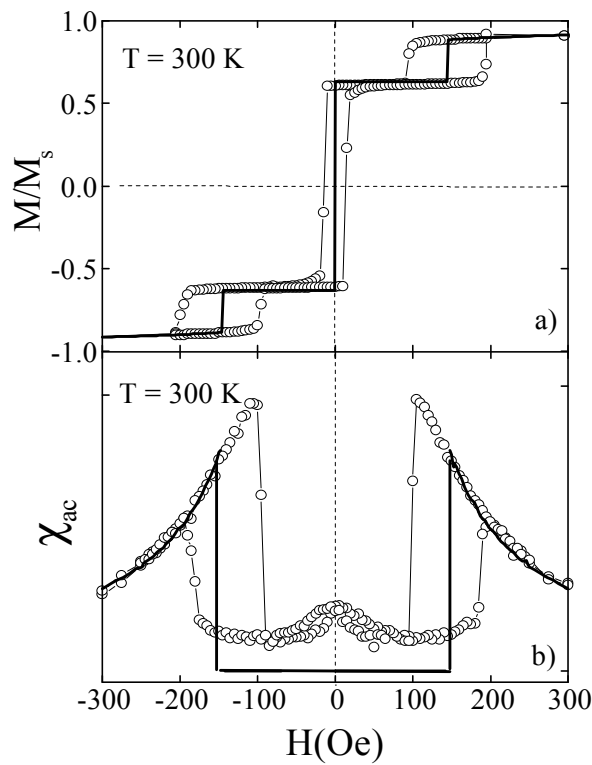


Figure III.4. Aimantation normalisée (a) et susceptibilité  $\chi_{ac}$  (b) en fonction du champ magnétique appliqué le long de l'axe facile du GdFe à 300 K. Les résultats expérimentaux (symboles ouverts) sont comparés aux courbes correspondant au minimum d'énergie calculée par le calcul micromagnétique (ligne continue).

Tout d'abord, les résultats des mesures d'aimantation et de susceptibilité en fonction de l'intensité d'un champ appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie du GdFe, obtenus à 300 K sur une bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> (100 nm)/ Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub> (50 nm)/ Al (5 nm), ont été comparés aux résultats de la simulation micromagnétique réalisée à partir des paramètres résumés dans le tableau III.1. Un très bon accord est obtenu comme le prouve la figure III.4.

L'étude des configurations fournies par le système permet de mettre en avant trois phénomènes corrélés (insert Figure III.5) :

- A partir d'une certaine valeur de champ, une paroi magnétique est introduite à l'interface de la bicouche. Cette paroi est localisée majoritairement dans la couche de TbFe ;
- La taille de cette paroi diminue lorsque l'intensité du champ augmente. C'est le phénomène de compression ;
- Cette compression engendre une rotation de l'aimantation du dernier plan de TbFe à l'interface de 180° à 0° par rapport au sens des champs positifs lorsque le champ magnétique passe de 0 Oe à 70 kOe.

A champ nul, les aimantations de TbFe et de GdFe sont antiparallèles pour satisfaire le couplage d'échange antiferromagnétique à l'interface. A 150 Oe, les deux aimantations tendent à être parallèles au champ magnétique extérieur (appliqué colinéairement à l'axe d'anisotropie de la bicouche) et une paroi d'interface est créée pour diminuer l'énergie de couplage à l'interface. Cette paroi est majoritairement incluse dans le TbFe, le dernier moment de TbFe à l'interface fait un angle  $q_i^{TbFe} = 180^\circ$  avec le sens des champs positifs. Lorsque le champ augmente d'avantage, la paroi se comprime vers l'interface entraînant la rotation du dernier moment de TbFe jusqu'à  $100^\circ$  pour  $H = 1000$  Oe et finalement quasiment  $0^\circ$  pour  $H = 70$  kOe (Figure III.5).

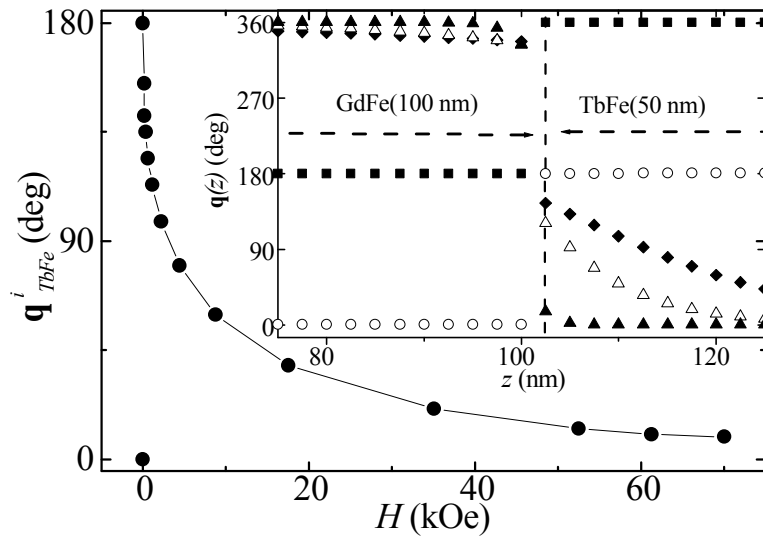


Figure III.5. Evolution de l'angle de l'aimantation interfaciale de TbFe en fonction du champ magnétique. Ces valeurs sont obtenues en minimisant l'énergie d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}(100\text{nm})/Tb_{12}Fe_{88}(50\text{nm})/Al(5\text{nm})$  dans le modèle d'une chaîne unidimensionnelle de spins à 300 K. En insert est représentée la configuration magnétique d'énergie minimum pour des valeurs de champ respectivement égales à 70 kOe (triangles pleins), 1 kOe (triangles vides), 150 Oe (losanges pleins) et 0 Oe. Pour ce dernier champ, deux configurations sont possibles (ronds vides et carrés pleins).

A partir de ces configurations magnétiques calculées à 300 K, la seconde hypothèse du modèle est utilisée pour estimer les valeurs de décalage d'échange  $H_E$  et de décalage en aimantation  $M_{shift}^N$ . Si la configuration magnétique prise par l'aimantation du TbFe à 5 K après refroidissement sous un champ  $H_{cf}$  correspond à la configuration calculée à 300 K sous un champ  $H = H_{cf}$  et si, de plus, celle-ci est considérée gelée, i.e. insensible au champ magnétique externe dans la gamme de champs utilisés, à chaque champ de refroidissement correspond une orientation de l'aimantation de la dernière sous-couche de TbFe. Cette couche étant figée, il est possible de calculer le champ  $H_{calc}$ , pour lequel le retournement de l'aimantation de la couche de GdFe devient énergétiquement intéressant, à l'aide de la simulation micromagnétique (nous reviendrons plus loin dans ce chapitre sur la définition de ce champ d'échange calculé). Une comparaison entre ces résultats et les valeurs expérimentales est présentée figure III.6. Un bon accord est obtenu entre  $H_{R1}$  et  $H_{calc}$ . En revanche, l'évolution des valeurs de  $H_{R2}$  en fonction de  $H_{cf}$  est relativement différente de celle de  $H_{calc}$ . Nous reviendrons plus loin dans ce chapitre sur ce problème. Nous pouvons



également noter que ce modèle ne permet pas d'expliquer l'origine de la coercitivité ni comprendre la variation de son amplitude en fonction de  $H_{cf}$ .

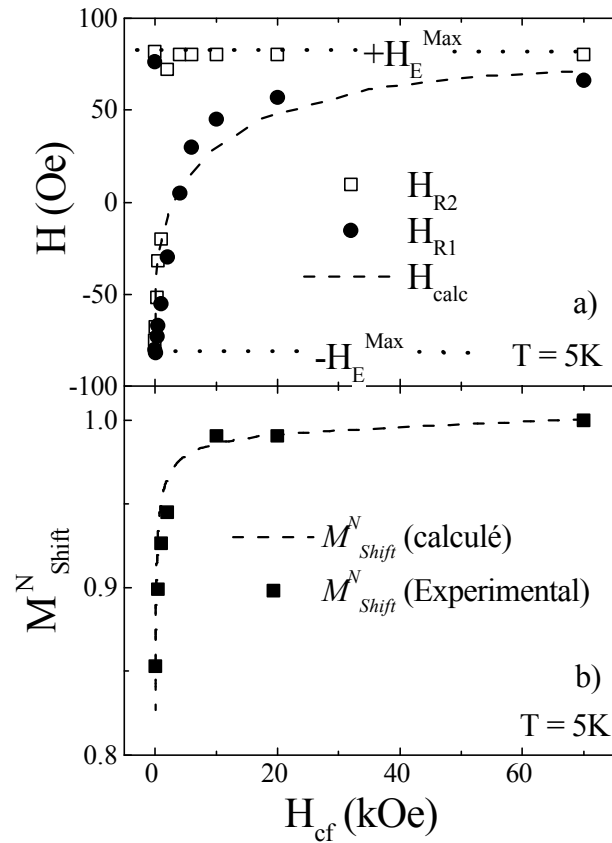


Figure III.6. a) Evolution de champ de renversement  $H_{calc1}$  (ligne pointillée) comparée à l'évolution de  $H_{R1}$  (carrés pleins) et  $H_{R2}$  (carrés vides) expérimentaux en fonction du champ de refroidissement. b) Dépendance du décalage en aimantation  $M^N_{shift}$  mesuré (carrés pleins) et calculé (ligne pointillée) vis-à-vis du champ de refroidissement.

*Des phénomènes de décalage d'échange similaires à ceux observés dans  $FeF_2/Fe$  ou  $MnF_2/Fe$  ont été mesurés pour le système  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ . Les évolutions du champ de décalage  $H_E$  et du décalage en aimantation peuvent être expliquées à l'aide d'un modèle simple basé sur deux hypothèses : 1) La bicouche peut être assimilée à une chaîne de spins unidimensionnelle ; 2) la configuration magnétique de la couche de  $TbFe$  se gèle lors du refroidissement sous champ. Avant toute autre investigation, il est nécessaire de vérifier ces hypothèses.*

## II/ Vérification des hypothèses du modèle micromagnétique

Dans le but de vérifier les hypothèses utilisées dans le modèle micromagnétique défini précédemment [Man03], nous avons réalisé diverses mesures magnétiques pour obtenir les configurations magnétiques adoptées par la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  à différents champs et températures. Dans ce qui suit, nous décrirons d'abord les résultats d'expériences de diffusion magnétique résonnante des rayons X (X.R.M.S.) permettant une sélectivité chimique et donc de suivre l'évolution de l'aimantation d'une couche indépendamment de l'autre. Puis, les résultats de mesures de réflexion de neutrons polarisés nous donnant accès au profil magnétique en profondeur de la bicouche seront présentés. Nous verrons enfin les résultats de mesures de transport électrique qui nous permettront de corréler l'orientation de l'aimantation du TbFe à l'interface avec la valeur du champ de décalage du cycle d'hystérésis de GdFe à basse température (typiquement inférieure ou égale à 20 K).

### II.1) Etude magnétique avec sélectivité chimique : Dichroïsme magnétique

Dans le but d'obtenir des profils magnétiques de chaque sous-réseau de Gd, de Tb ou de Fe, nous avons utilisé la technique de XRMS sélective en élément chimique. Cette technique a été largement développée par J.M. Tonnerre [Sev95][Ton95] et M. Sacchi [Sac98][Sac99]. Le formalisme optique appliqué à la réflectivité sur des multicouches a été développé entre autres par Eric.E. Fullerton [Ful92][Ful93]. Une description complète des effets mis en jeu est fournie dans les thèses suivantes : [Jao01] et [Che02]. Nos mesures ont été réalisées sur la ligne XIM au SLS (Suisse) en collaboration avec Jean-Marc Tonnerre et Nicolas Jaouen [Ton98][Jao02]. L'échantillon étudié est : Si/  $Gd_{40}Fe_{60}$  (50 nm)/  $Tb_{12}Fe_{88}$  (25 nm)/ Al (5 nm). Les mesures présentées ici ne sont que des résultats préliminaires, la détermination des profils magnétiques en profondeur de la bicouche demandera une deuxième série de mesures et un traitement plus approfondi des résultats. Nous nous limiterons dans ce qui suit à décrire l'évolution du signal dichroïque des sous-réseaux de Gd et de Tb en fonction du champ appliqué suivant l'axe facile.

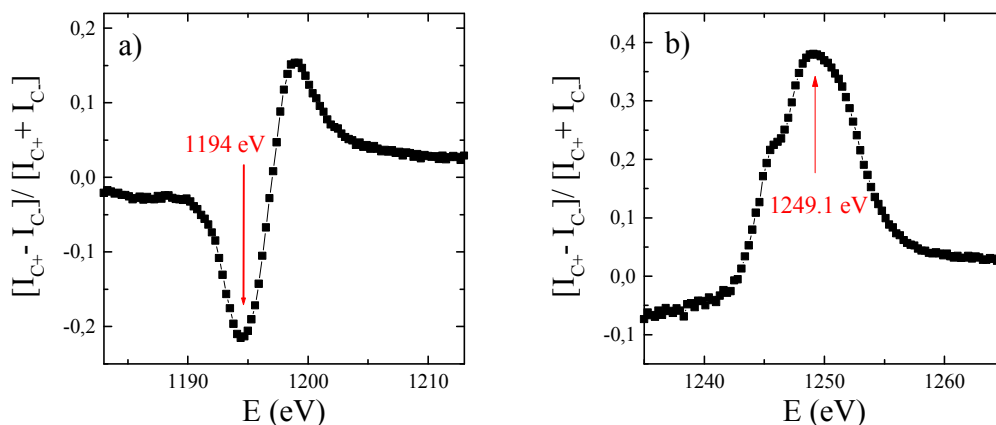


Figure III.7. a) Rapport d'asymétrie dichroïque en fonction de l'énergie des rayons X incidents à 300K, mesuré en réflectivité avec un angle d'incidence de 3,6°, autour du seuil  $M_5$  du Gd, sous 2000 Oe. b) Rapport d'asymétrie dichroïque en fonction de l'énergie des rayons X incidents à 300K, mesuré en réflectivité avec un angle d'incidence de 3,6° autour du seuil  $M_5$  du Tb, sous 2000 Oe.

La différence d'intensité réfléchie entre les faisceaux de rayons X de polarisation circulaire droite ( $C+$ ) et gauche ( $C-$ ) est maximale à une énergie de 1194 eV pour le gadolinium (Figure III.7a) [Pet03]. Cette énergie correspond au seuil  $M_5$  (transition entre les états  $3d^{5/2}$  et les états  $4f$ ) [Tho85][Goe88]. Le seuil  $M_5$  du Tb se trouve à 1249,1 eV (Figure III.7b). Cette différence normalisée entre les intensités réfléchies  $C+$  et  $C-$  à l'énergie de seuil de l'élément considéré est le rapport d'asymétrie dichroïque, proportionnel à la projection du moment moyen de l'élément mesuré le long de la direction parallèle à l'axe du faisceau de rayons X dans le plan de l'échantillon [Sch94]. Il est donc possible de suivre de façon indépendante l'aimantation de chacun des sous-réseaux de Gd ou de Tb en fonction du champ en choisissant une énergie pour les rayons incidents de 1194 eV ou 1249.1 eV respectivement.

La figure III.8 présente les cycles que nous avons obtenus à 300 K au seuil du Gd et au seuil du Tb. Ces résultats confirment que la bicouche peut adopter quatre états magnétiques différents. A fort champ positif, les deux aimantations macroscopiques de TbFe et de GdFe tendent à être parallèles au champ (une paroi d'interface est alors créée pour satisfaire le coupage antiferromagnétique d'interface). On pourra par la suite nommer cet état  $P^+$ . Un second régime apparaît à bas champ dans lequel les aimantations de GdFe et de TbFe sont antiparallèles, le GdFe restant parallèle au champ puisque son moment à saturation est supérieur à celui du TbFe. Nous nommerons cet état  $AP^+$ . Les deux derniers états sont les états symétriques : l'état  $AP^-$ , dans lequel les aimantations sont antiparallèles mais avec celle de GdFe pointant vers les champs négatifs et l'état  $P^-$  qui apparaît lorsque les aimantations des deux couches tendent à être parallèles aux champs négatifs.

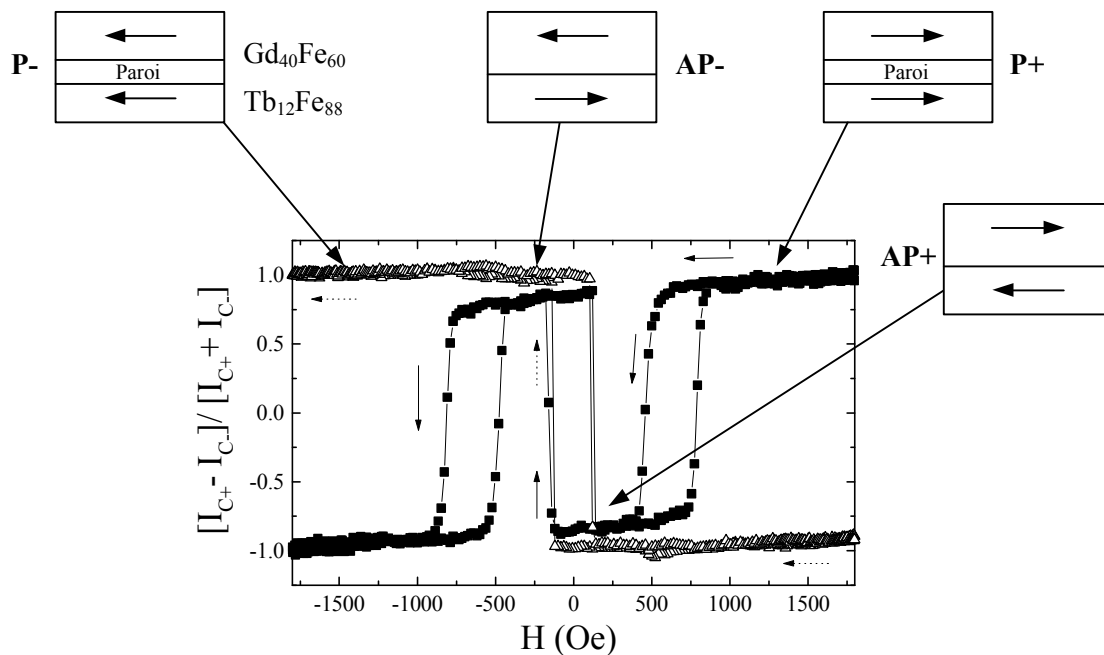


Figure III.8. Rapport d'asymétrie dichroïque en fonction de la valeur de champ magnétique à 300 K mesurée sur une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (50 nm)/  $Tb_{12}Fe_{88}$  (25 nm). Les symboles carrés pleins (resp. triangles vides) correspondent aux mesures réalisées au seuil du Tb ( resp. du Gd). Les flèches continues (resp. discontinues) indiquent le sens de la branche descendante du signal de Tb (resp. Gd).



orienté perpendiculairement à celui du champ.  $\theta$  est l'angle que fait cet axe avec la surface plane de l'échantillon. Dans cette configuration, on appelle « plus » ou « up » un neutron polarisé dans le sens des champs magnétiques positifs. On appelle « moins » ou « down » un neutron polarisé dans le sens opposé aux champs positifs. Lorsqu'un neutron polarisé subit une réflexion spéculaire sur l'échantillon, il a une certaine probabilité de repartir avec la même polarisation ou avec la polarisation opposée. Ces probabilités sont liées à la configuration magnétique au sein de l'échantillon. Lorsqu'on considère le cas d'un matériau magnétique possédant une aimantation uniforme dans le plan de croissance faisant un angle  $\alpha$  avec l'axe de polarisation des neutrons (Figure III.9), la matrice de densité d'amplitude réfléchie s'écrit :

$$\rho^{u,v} = \begin{vmatrix} \rho^{++} = \frac{\lambda^2}{4\pi} N(b + pM \cos(\alpha)) & \rho^{+-} = \frac{\lambda^2}{4\pi} N(pM \sin(\alpha)) \\ \rho^{-+} = \frac{\lambda^2}{4\pi} N(pM \sin(\alpha)) & \rho^{--} = \frac{\lambda^2}{4\pi} N(b - pM \cos(\alpha)) \end{vmatrix}$$

$\rho^{++}$  et  $\rho^{--}$  correspondent aux densités d'amplitudes réfléchies sans changement de direction de polarisation. Elles portent une information sur la composante de l'aimantation parallèle à l'axe de polarisation des neutrons (facteur  $p.M.\cos\alpha$  où  $p$  est la longueur de diffusion magnétique) ainsi que sur la structure du matériau ( par le paramètre de longueur de diffusion nucléaire  $b$ ).  $\rho^{+-}$ , respectivement  $\rho^{-+}$ , représentent les densités d'intensité des neutrons subissant une réflexion avec renversement de spin, i.e. dont la polarisation incidente « plus », respectivement « moins », avant réflexion devient « moins », respectivement « plus », après réflexion sur l'échantillon. Ces densités ne portent d'information que sur la composante d'aimantation perpendiculaire à l'axe de polarisation des neutrons (facteur  $p.M.\sin\alpha$ ) [Duf95].

Les intensités réfléchies liées à ces densités d'amplitude, i.e. les valeurs mesurées lors des expériences RNP, s'écrivent comme :

$$R^{uv} = \left| \frac{4p}{q} \int_{Volume} \mathbf{r}^{uv} e^{iqx} dx \right|^2 \quad (III.6)$$

où  $q$  est le vecteur de diffusion ;  $u$  et  $v$  correspondent à la polarisation des neutrons incidents et réfléchis respectivement (cf. Annexe II).

Dans le cas d'une couche mince magnétique possédant une aimantation non-uniforme dans le volume (évolution de l'aimantation suivant l'épaisseur  $z$ ), il est possible de remonter au profil magnétique de volume en mesurant l'évolution des 4 réflectivités  $\mathbf{r}^{++}$ ,  $\mathbf{r}^{--}$ ,  $\mathbf{r}^{+-}$  et  $\mathbf{r}^{-+}$  en fonction de l'angle de réflexion spéculaire  $q$ , puis en fittant les intensités grâce à un programme de simulation, nommé « Reflpolpack », développé au sein du NIST [Nis06]. La technique RNP a déjà montré sa capacité à décrire des structures magnétiques complexes (parois de domaines magnétiques, phases magnétiques, etc.) en profondeur de couches ou multicouches ferromagnétiques, ferrimagnétiques ou antiferromagnétiques [Bor99][Don02][Vel02][Ste02][Bor00]. Les mesures réalisées durant notre thèse en sont un nouvel exemple [Hau06].

## II.2.b] Mesures à 300 K

La figure III.10 représente la courbe d'aimantation à température ambiante de l'échantillon sur lequel ont été réalisées les expériences de réflexion de neutrons polarisés (RNP). La simulation micromagnétique obtenue en utilisant des paramètres similaires à ceux des paragraphes précédents est en bon accord avec le résultat des mesures d'aimantation.

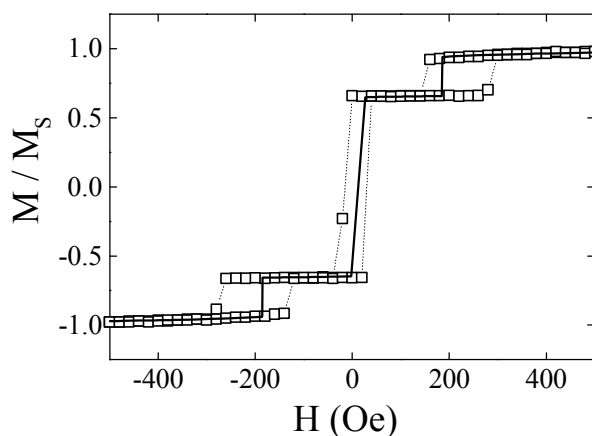


Figure III.10. Résultat d'une mesure d'aimantation réalisée à température ambiante sur la bicouche « Verre/  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm)/  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm)/ Al (5 nm) » ayant été utilisée pour les expériences de RNP. Les symboles carrés représentent les points expérimentaux tandis que la ligne continue correspond au résultat de la simulation micromagnétique.

Pour vérifier les configurations magnétiques obtenues sur notre échantillon avec la technique de RNP, nous avons réalisé des mesures à température ambiante sous différents champs magnétiques compris entre  $-200$  Oe et  $+7$  kOe. La figure III.11 présente les courbes de RNP mesurées à 300K en fonction du vecteur de diffusion sous un champ magnétique externe de 30 Oe. Les valeurs de réflectivité ont été corrigées préalablement pour tenir compte de la qualité de la polarisation des neutrons (supérieure à 96 %) ainsi que du bruit de fond. De plus, les courbes présentées ici ont été décalées les unes par rapport aux autres pour une meilleure observation. Nous avons obtenu de très bons fits de ces courbes grâce au programme de simulation développé au NIST [Nis06]. Le formalisme utilisé pour fitter les courbes expérimentales de réflectométrie est développé en annexe II. Il permet d'obtenir les différents spectres de réflexion avec et sans renversement de spin à partir des amplitudes de diffusions nucléaire ( $rb$  et  $rb_{im}$ ) et magnétique ( $rp$ ), qui correspondent simplement aux longueurs de diffusions nucléaire et magnétique multipliées par la densité du matériau considéré, la rugosité, l'épaisseur des couches, et enfin de l'angle entre les moments magnétiques et l'axe de polarisation des neutrons.

Les valeurs des différents paramètres structuraux et magnétiques ont tout d'abord été évaluées soit par le calcul soit grâce à des mesures préalables sur des monocouches (l'évaluation des paramètres est développée dans l'annexe II). Dans un deuxième temps, les valeurs des paramètres sont affinées pour ajuster les courbes simulées aux courbes expérimentales mesurées sous 30 Oe (champ pour lequel la configuration magnétique au sein de la bicouche est bien connue). Nous avons déjà vérifié, par différentes techniques que, venant des champs positifs, la bicouche adopte, sous 30 Oe, une configuration dans laquelle l'aimantation de GdFe, parallèle au champ, est antiparallèle à l'aimantation de TbFe (état  $AP^+$ ). Le tableau

III.2 reprend les valeurs évaluées théoriquement et celles tirées du fit des mesures à 30 Oe. Un bon accord entre ces deux séries de valeurs est observé.

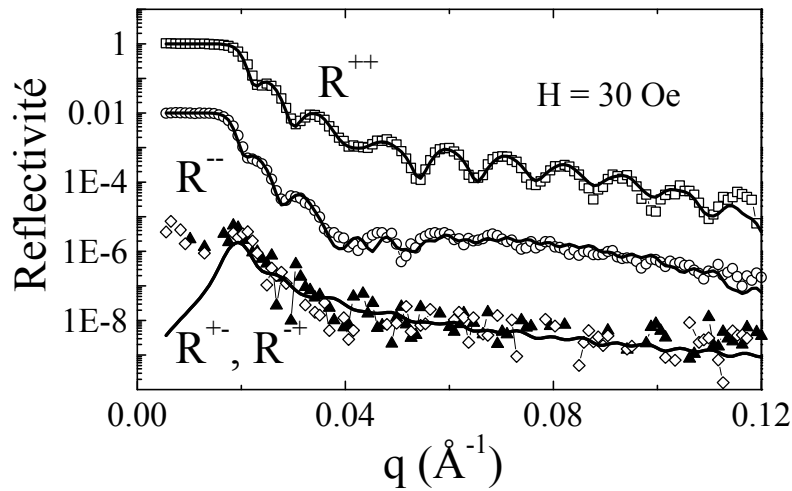


Figure III.11. Courbes de RNP :  $R^{++}$  (carrés vides),  $R^{--}$  (ronds vides),  $R^{+-}$  (losanges vides) et  $R^{-+}$  (triangles pleins) en fonction du vecteur de diffusion  $q$ . Mesures obtenues à 300 K sous un champ de 30 Oe. Les fits obtenus par le programme Reffpol sont représentés par les lignes continues.

Il est à noter que bien que les courbes de réflectivité  $R^{+-}$  et  $R^{-+}$  sont liées à l'existence d'une composante d'aimantation perpendiculaire à l'axe de polarisation des neutrons, elles ne sont pas rigoureusement nulles à 30 Oe alors que les deux aimantations sont supposées être colinéaires à l'axe de polarisation. On peut toutefois remarquer que ces intensités sont 2 à 3 ordres de grandeur plus faibles que les intensités  $R^{++}$  et  $R^{--}$ . L'existence de la réflectivité avec renversement de spins peut avoir plusieurs origines. La première est un mauvais alignement entre l'axe d'anisotropie de l'échantillon et l'axe de polarisation des neutrons. D'autre part, on peut s'attendre à un effet de la distribution des moments du cône d'aimantation présent dans la structure spémagnétique du TbFe (cf. Chapitre II). Le meilleur accord avec les courbes expérimentales et simulées est obtenu en tenant compte d'un angle de  $10^\circ$  entre l'axe de polarisation des neutrons (axe du champ) et l'axe d'anisotropie uniaxiale de la bicouche. Le paramètre de rugosité a été gardé fixe pour les couches de GdFe et de TbFe à toute température. Nous avons choisi d'utiliser une valeur de 5 Å similaire à la valeur moyenne de rugosité mesurée grâce en AFM (cf. chapitre II).

Suite à cette discussion sur la rugosité et sur l'orientation des moments par rapport à l'axe de polarisation ainsi que grâce à notre expérience acquise en ce qui concerne les fits des intensités réfléchies, on peut définir une « résolution » à cette technique. Pour ce système, on peut raisonnablement donner l'orientation de l'aimantation moyenne d'une couche de 20 Å (située dans le TbFe ou dans le GdFe au voisinage de l'interface) à  $10^\circ$  près. En revanche étant donné que le Gd est un élément très absorbant, on perd très rapidement cette précision lorsque l'on sonde l'intérieur de la couche de GdFe. Nous pouvons considérer une erreur allant jusqu'à  $40^\circ$  pour les plans de GdFe les plus éloignés de l'interface. Sur la figure III.14 sont représentées les barres d'erreurs correspondant à la précision des mesures RNP en fonction de la profondeur dans la bicouche GdFe/TbFe. Dans les figures futures concernant

les mesures RNP, nous ne représenterons plus ces barres d'erreur qui rendent difficile la lecture des configurations magnétiques.

Tableau III.2. Valeurs théoriques et tirées du fit des courbes RNP sous 30 Oe, de diffusion nucléaire ( $rb$  et  $rb_{im}$ ) et magnétique ( $rp$ ), et valeurs d'épaisseur des couches de  $Gd_{40}Fe_{60}$  et  $Tb_{12}Fe_{88}$  d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm)/  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm)/ Al (5 nm).

		$rb$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rb_{im}$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rp$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	Epaisseurs ( $\text{\AA}$ )
$Gd_{40}Fe_{60}$	théorique	$4.10^{-6}$	$2,72.10^{-5}$	$1,44.10^{-6}$	1000
	fit	$3.7.10^{-6}$	$2,6.10^{-6}$	$1,3.10^{-6}$	1012
$Tb_{12}Fe_{88}$	théorique	$6,09.10^{-6}$	$1.81.10^{-8}$	$6,47.10^{-7}$	500
	fit	$6,5.10^{-6}$	$9,36.10^{-9}$	$5-7.10^{-7}$	508

En conservant ces valeurs de paramètres structuraux et magnétiques, il est désormais possible d'obtenir les profils magnétiques adoptés par la bicouche sous différents champs magnétiques. La figure III.12 représente les courbes de réflexion obtenues lors d'une mesure sous 200 Oe. D'excellents fits sont obtenus.

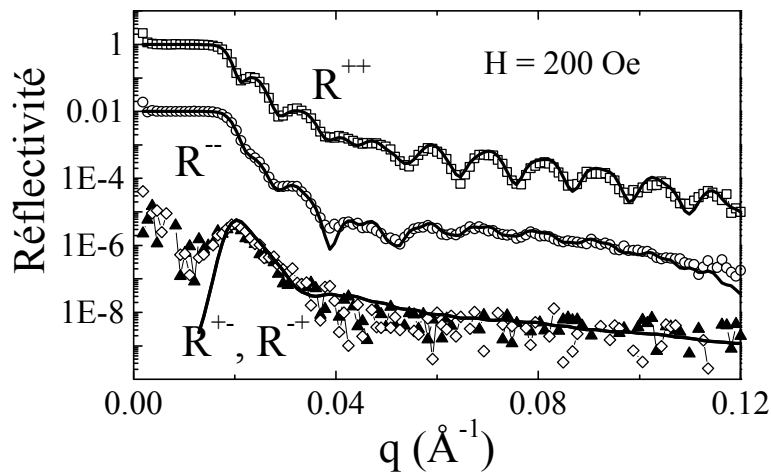


Figure III.12. Courbes de RNP :  $R^{++}$  (carrés vides),  $R^{-}$  (ronds vides),  $R^{+-}$  (losanges vides) et  $R^{+}$  (triangles pleins) en fonction du vecteur de diffusion  $q$ . Mesures obtenues à 300 K sous un champ de 200 Oe. Les fits obtenus par le programme Reflpol sont représentés par les lignes continues.

La configuration magnétique déduite de ce fit est représentée Figure III.13. L'angle des aimantations des différents plans successifs (séparés de 20  $\text{\AA}$ )  $y$  est tracé en fonction de la profondeur au sein de la bicouche. Il apparaît qu'une paroi de domaines magnétiques à  $180^\circ$  est localisée dans le volume de la couche de TbFe. Cette paroi s'étend sur une épaisseur



d'environ 25 nm, soit la moitié de l'épaisseur de la couche de TbFe. L'aimantation du dernier plan d'aimantation de TbFe à l'interface fait alors un angle de  $180^\circ$  avec la direction des champs positifs.

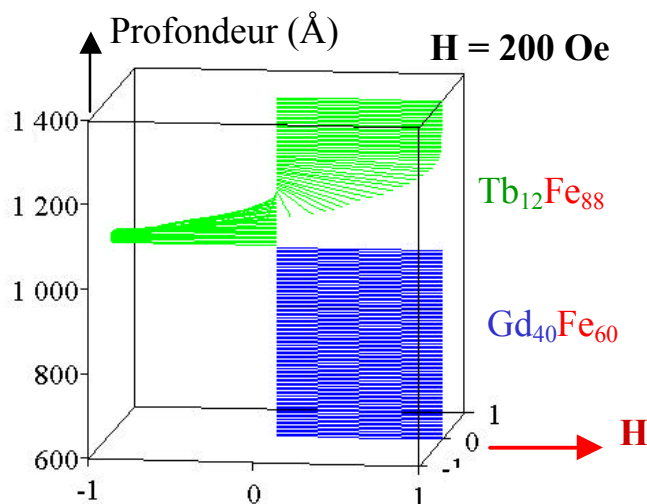


Figure III.13. Evolution de l'angle des aimantations d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) /  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm) en fonction de leur profondeur (résultats tirés des fits des courbes RNP mesurées sous 200 Oe à 300K). La partie supérieure de ce graphique correspond au profil magnétique au sein de la couche TbFe ; la partie inférieure représente le profil d'aimantation au sein de 400 Å dans la couche GdFe.

Nous avons reproduit ces mesures pour divers champs magnétiques (-200 Oe, 1 kOe, 7 kOe). Les configurations magnétiques obtenues en fittant les courbes résultant de ces mesures sont en très bon accord avec celles fournies par la simulation micromagnétique. Sur la figure III.14 est présentée une comparaison entre les profils magnétiques obtenus à température ambiante grâce à la technique de RNP et les profils calculés pour des champs de 30 Oe, 200 Oe et 7 kOe. Les deux profils expérimentaux et simulés sont similaires. Les mesures de réflexion de neutrons polarisés permettent donc de vérifier l'évolution de la configuration magnétique adoptée par le système  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) /  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm) en fonction de l'intensité du champ prédite en début de chapitre : 1) à bas champ, les aimantations de GdFe et de TbFe s'orientent antiparallèlement l'une par rapport à l'autre pour satisfaire le couplage antiferromagnétique à l'interface. 2) Pour un champ proche de 200 Oe, les deux aimantations de TbFe et de GdFe tendent à s'orienter parallèlement au champ magnétique ; toutefois, une paroi magnétique se crée à l'interface de la bicouche pour diminuer l'énergie de couplage d'interface. Cette paroi est majoritairement localisée dans la couche de TbFe. Sa largeur décroît lorsque la valeur du champ augmente ce qui induit également une rotation de l'aimantation du dernier plan interfacial de TbFe. L'angle entre cette aimantation interfaciale de TbFe et la direction des champs positifs passe de manière continue de  $180^\circ$  pour les faibles valeurs de champ à  $90^\circ$  lorsque le champ atteint des valeurs de l'ordre de 7 kOe. On s'attend à un angle nul lorsque le champ atteint 7 T ; malheureusement la ligne NG1 du NIST ne permet pas d'obtenir de tels champs et nous n'avons donc pas pu le vérifier.

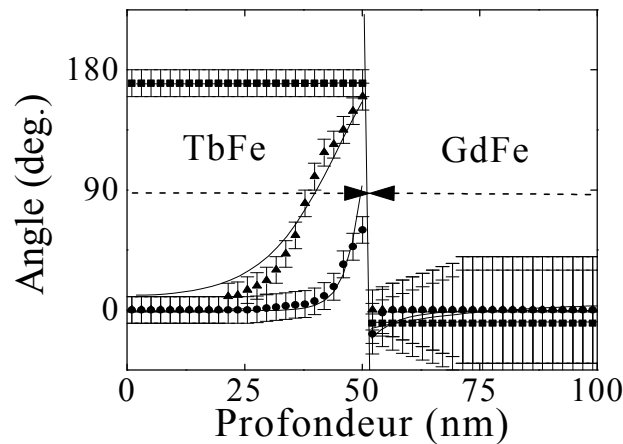


Figure III.14. Comparaison entre les profils magnétiques fournis par les mesures de RNP (symboles) et les configurations magnétiques obtenus dans le calcul micromagnétique (ligne) à 300 K sous un champ de : 30 Oe (carrés), 200 Oe (triangles), 7 kOe (ronds). Les barres d'erreurs sont discutées dans le texte.

### II.2.c] Mesure à basse température

Afin de vérifier la seconde hypothèse du modèle utilisée pour expliquer les phénomènes de décalage d'échange dans la bicouche  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (100 nm)/  $\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  (50 nm)/ Al (5 nm), à savoir le gel de la configuration magnétique du TbFe à basse température, nous avons étudié les configurations magnétiques adoptées par la bicouche à 15 K. De nouvelles mesures RNP ont donc été réalisées. Dans un premier temps, il nous a fallu redéfinir les paramètres de fits adaptés aux mesures à 15 K. Les paramètres de diffusion nucléaire ( $rb$  et  $rb_{im}$ ) et de rugosité sont liés à la structure du système et restent donc identiques à ceux utilisés à 300 K. Les seuls paramètres qui évoluent sont alors les paramètres magnétiques. Ils sont proportionnels à l'aimantation (cf. Annexe II). Au chapitre II, nous avons décrit l'évolution des aimantations moyennes de  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  et de  $\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  en fonction de la température. Celles-ci passent respectivement de 500 (à 300 K) à 950  $\text{emu}\cdot\text{cm}^{-3}$  (à 15 K) dans le cas du  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  et de 225 à 500  $\text{emu}\cdot\text{cm}^{-3}$  pour une couche  $\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$ . Par conséquent les valeurs des paramètres de diffusion magnétique doivent elles aussi doubler de 300 K à 15K. Nous avons utilisé pour les expériences suivantes réalisées à 15 K des valeurs de  $2.3\cdot 10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$  pour le GdFe et de  $0,9$  à  $1,4\cdot 10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$  pour le TbFe. Ces valeurs correspondent au double de celles indiquées dans le tableau III.2.

La figure III.15a représente les courbes de reflectivité obtenues sous 30 Oe à 15 K après refroidissement sous 30 Oe. Les fits obtenus (Figure III.15a) se superposent parfaitement aux points expérimentaux. La configuration magnétique tirée du fit des courbes de réflectivité mesurées à 15 K sous 30 Oe après refroidissement sous 30 Oe correspond à l'état magnétique attendu : les aimantations de GdFe et de TbFe sont uniformes et antiparallèles entre elles (Figure III.15b).

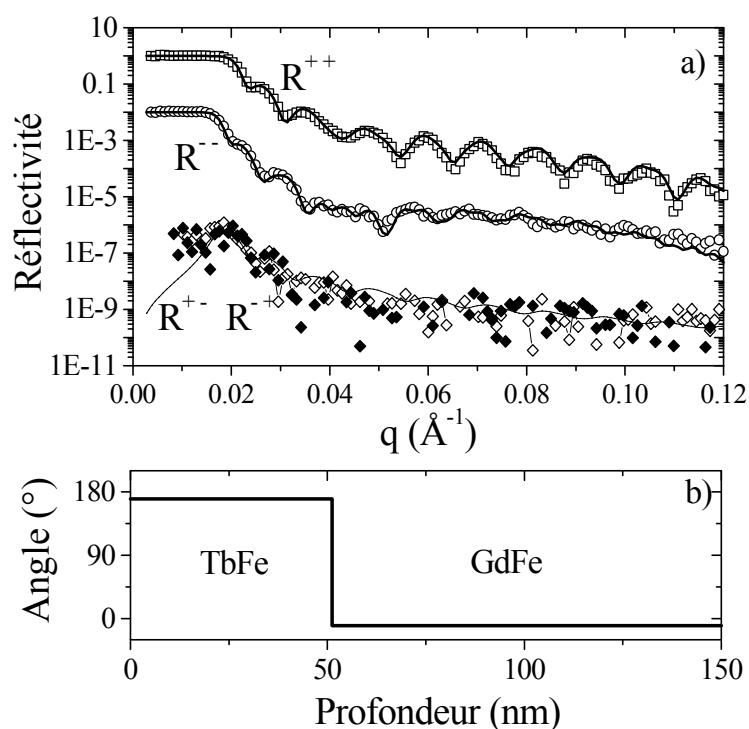


Figure III.15. a) Courbes de RNP :  $R^{++}$  (carrés vides),  $R^{-}$  (ronds vides),  $R^{+-}$  (losanges vides) et  $R^{+}$  (losanges pleins) en fonction du vecteur de diffusion  $q$ . Mesures obtenues à 15 K sous un champ de 30 Oe. Les fits obtenus par le programme Reflpol sont représentés par les lignes continues. b) Profil magnétique obtenu à partir des courbes PNR présentées en (a).

Nous avons reproduit ces mesures pour différents champs de refroidissement. Dans chaque cas, nous avons réalisé une mesure de RNP à 300 K sous un champ égal au champ de refroidissement, puis refroidi l'échantillon sous ce champ jusqu'à 15 K ; à basse température, une nouvelle mesure de RNP est réalisée sous un champ égal au champ de refroidissement puis sous 200 Oe. La figure III.16 représente les courbes de réflectivité obtenues à 7 kOe à 15 K après refroidissement sous 7 kOe. Les fits obtenus (Figure III.16) se superposent encore une fois parfaitement aux points expérimentaux.

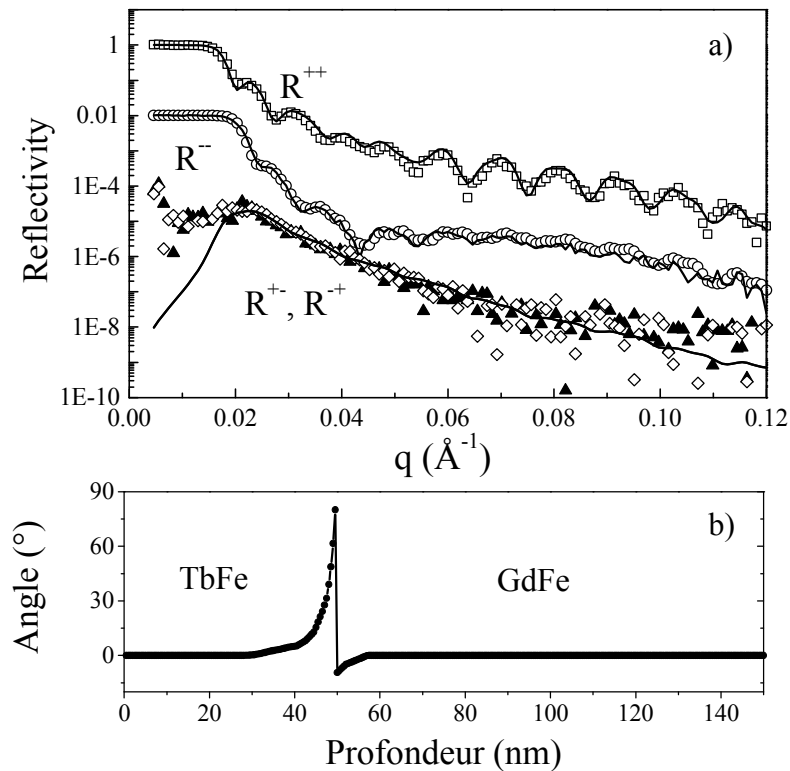


Figure III.16. a) Courbes de RNP :  $R^{++}$  (carrés vides),  $R^-$  (ronds vides),  $R^+$  (losanges vides) et  $R^+$  (triangles pleins) en fonction du vecteur de diffusion  $q$ . Mesures obtenues à 15 K sous 7 kOe après refroidissement sous  $H_{cf} = 7$  kOe. Les fits sont représentés par les lignes continues. b) Profil magnétique obtenu à partir des courbes PNR présentées en (a).

La figure III.17 présente une comparaison entre la configuration magnétique obtenue à 300 K sous 7 kOe (resp. 200 Oe) et la configuration magnétique obtenue à 15 K sous 200 Oe après refroidissement sous 7 kOe (resp. 200 Oe). Il apparaît que les profils magnétiques de la couche de TbFe à basse température sont identiques à ceux obtenus à température ambiante (à la précision expérimentale près). Ceci confirme le fait qu'un refroidissement sous champ permet de geler le TbFe dans la configuration dans laquelle il était à 300 K sous un champ égal au champ de refroidissement. Le gel de l'aimantation du TbFe signifie non seulement que celle-ci est conservée de 300 K à basse température mais également qu'à basse température la configuration magnétique du TbFe est insensible au champ magnétique externe dans la gamme de champs utilisée ici ( $\pm 7$  kOe). Nous le présentons ici pour 7kOe et 200 Oe mais nous l'avons vérifié également pour 30 Oe, 500 Oe et 1000 Oe. A notre connaissance, la mise en évidence du gel d'une telle structure non-colinéaire (ici une paroi magnétique) n'a jamais été faite auparavant dans des systèmes tels que  $\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  [Hau06].

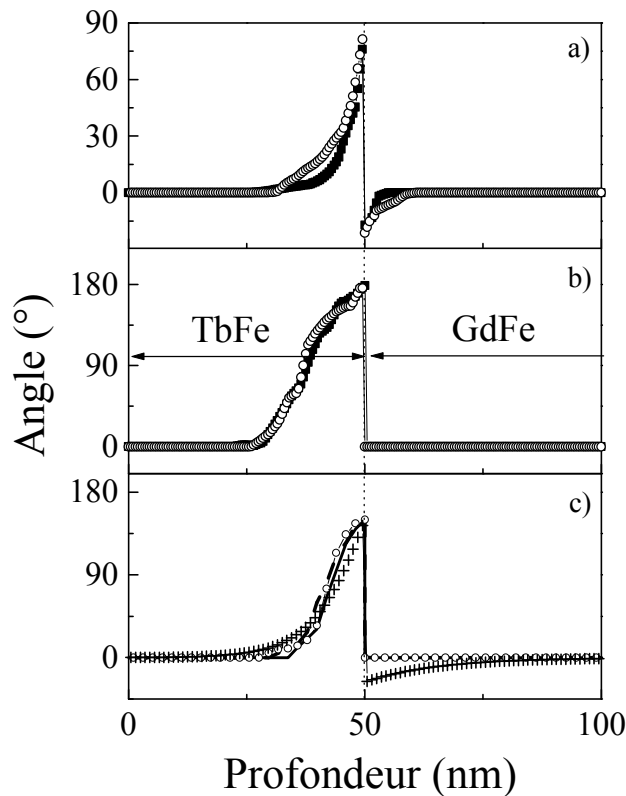


Figure III.17. a) Configurations magnétiques obtenues par les fits des courbes de réflectivité mesurées à 300 K sous 7 kOe (symboles pleins) et à 15 K sous 200 Oe après refroidissement sous 7 kOe (symboles vides). b) Configurations magnétiques obtenues par les fits des courbes de réflectivité mesurées à 300 K sous 200 Oe (symboles pleins) et à 15 K sous 200 Oe après refroidissement sous 200 Oe (symboles vides). c) Profils magnétiques déduits des fits des courbes RNP mesurées sous 200 Oe à 15K (trait continu), 50 K (trait discontinu) et 100 K (ronds vides) après refroidissement sous 1kOe. La courbe formée de croix correspond au résultat de la simulation micromagnétique obtenue pour un champ de 1000 Oe à 300 K. Par souci de clarté, nous n'avons pas représenté les barres d'erreur sur les valeurs d'Angle. L'amplitude de l'erreur est  $\pm 10^\circ$  dans le TbFe mais augmente dans le GdFe.

Nous avons réalisé des mesures de réflectométrie de neutrons polarisés d'abord à 300 K sous 1000 Oe puis immédiatement après refroidissement à 100 K, 50K et 5K. Les configurations magnétiques tirées des fits de ces courbes de réflectivité sont présentées sur la figure III.17c. Nous avons comparé aux courbes expérimentales (15 K, 50 K et 100 K) la configuration théorique obtenue à l'aide de la simulation micromagnétique. Cette dernière correspond au résultat du calcul pour une bicouche  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (100 nm)/  $\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  (50nm) à 300 K sous un champ  $H = 1000$  Oe. La figure III.17c montre d'abord que les configurations magnétiques tirées des fits à 15 K, 50 K et 100 K sont identiques. Une paroi magnétique est gelée au sein du TbFe avec  $\mathbf{q}^i_{\text{TbFe}} = 150^\circ$ . Cette configuration est en bon accord avec la configuration magnétique prévue à 300 K par la simulation micromagnétique. Ces résultats prouvent que le gel est effectif quelle que soit la température en dessous de la température de blocage.

On peut noter que la configuration magnétique simulée au sein du GdFe n'est pas exactement reproduite par les mesures expérimentales; cela confirme le manque de précision de nos expériences de réflectométrie de neutrons vis-à-vis de l'aimantation de la couche de GdFe du

fait de sa forte absorption. Nous avons précédemment défini une erreur moyenne de 10° dans le TbFe et une augmentation progressive jusqu'à 40° dans le volume de la couche de GdFe.

### **II.3) Configurations magnétiques d'interface et mesures de résistance**

#### **II.3.a] Utilisation de l'effet d'anisotropie de magnétorésistance**

Comme nous le montrerons dans la suite de ce chapitre et dans le chapitre IV, l'évolution de la résistance en fonction du champ observée sur les systèmes GdFe/TbFe à champ faible peut-être décrite en terme d'anisotropie de magnétorésistance (AMR). L'effet d'AMR a été décrit au chapitre I et peut être utilisé pour connaître l'angle de l'aimantation d'un matériau par rapport à la direction du courant. En effet, la résistivité d'un matériau possédant une aimantation faisant un angle  $q$  avec la direction du courant est donnée par :

$$r(q) = r_{//} + (r_{\perp} - r_{//}) \cdot \sin^2 q \quad (III.7)$$

où  $q$  est l'angle entre l'aimantation et le courant,  $r_{//}$  est la résistivité lorsque le courant circule parallèlement à l'aimantation et  $r_{\perp}$  celle lorsqu'ils sont perpendiculaires. Notons que les mesures SQUID ou VSM nous ont permis d'obtenir une information sur la composante d'aimantation parallèle à l'axe du champ. Grâce à l'effet d'AMR, il est désormais possible d'obtenir une information sur la composante d'aimantation perpendiculaire au champ, grâce à la mesure de la variation de résistivité. Cette composante s'avère importante étant donné que seuls les moments qui composent la paroi ont une composante d'aimantation perpendiculaire.

#### **II.3.b] Mesures préliminaires à température ambiante**

##### **Dispositif expérimental**

Les mesures décrites dans la suite ont été réalisées dans une géométrie classique « 4 pointes » avec le courant ( 5 mA) se propageant dans le plan de croissance des couches. L'axe du courant est conservé parallèle à l'axe d'anisotropie de la couche de GdFe. Une description plus précise des échantillons et des méthodes de prise de contact électrique est donnée au chapitre II. Deux échantillons ont été élaborés simultanément dans le but de comparer les propriétés magnétiques et électriques en parallèle.

##### **Résultats expérimentaux à température ambiante**

La figure III.18 représente une comparaison entre les résultats de mesures magnétiques et résistives à température ambiante sur une bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> (100 nm)/ Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub> (50 nm). Dans le cas des mesures d'aimantation (Figure III.18a), on retrouve la courbe typique avec 3 sauts d'aimantation prouvant l'existence des 4 grands états adoptés par la bicouche à température ambiante.

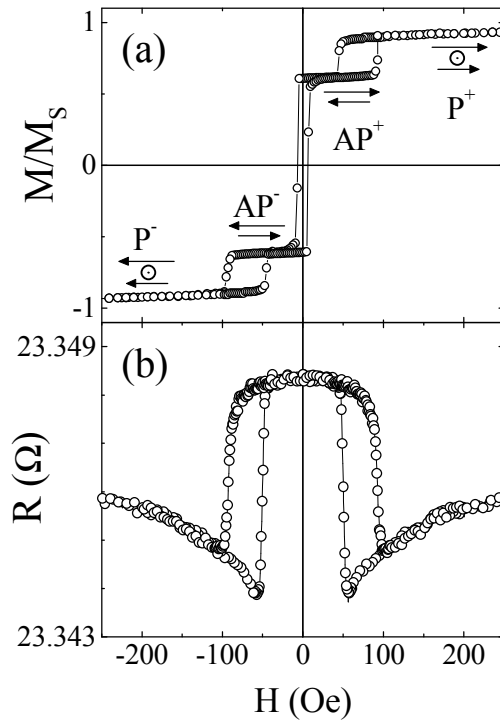


Figure III.18. Courbes d'aimantation (a) et de résistance (b) mesurées à température ambiante avec un champ magnétique parallèle à l'axe d'anisotropie du GdFe (et parallèle au courant électrique pour la mesure de résistance).

Il est possible de comprendre l'évolution de la résistance avec le champ présentée figure III.18b en ne tenant compte que de l'effet d'anisotropie de magnétorésistance défini précédemment. Pour ces échantillons, entre 50 Oe et  $-50$  Oe, les aimantations de GdFe et de TbFe sont antiparallèles et le long de l'axe du courant, la résistance est donc maximum. Après 50 Oe, une paroi est créée à l'interface de la bicouche. Il apparaît donc une quantité non nulle d'aimantation perpendiculaire au courant ; la résistance diminue brusquement au niveau du saut d'aimantation de la courbe SQUID. La taille de cette paroi d'interface décroît lorsque l'amplitude du champ augmente ; par conséquent, la résistance augmente de nouveau pour des champs supérieurs à 50 Oe. Ces mesures de magnétorésistance, sensibles à la composante d'aimantation perpendiculaire au courant, confirment les résultats obtenus par les mesures d'aimantation sensibles à la composante des aimantations parallèles au champ. Notons tout de même que les champs de retournement pour cet échantillon sont plus faibles que pour les échantillons étudiés précédemment. Cela met une nouvelle fois en évidence la difficulté que nous rencontrons pour reproduire à l'identique deux échantillons successifs (cf. chapitre II).

### II.3.c] Utilisation des mesures de résistance à basse température

A basse température, nous avons souhaité vérifier que les variations de l'angle figé de l'aimantation du dernier plan de TbFe à l'interface avec le GdFe (noté  $\mathbf{q}_{TbFe}^i$ ) est bien à l'origine des évolutions du champ de décalage  $H_E$ . Pour cela, nous avons mis en place deux types d'expériences dont nous allons décrire les procédures dans le paragraphe suivant.

## Procédures expérimentales

Deux types d'expériences différentes ont donc été menées. Elles diffèrent par l'histoire magnétique de l'échantillon avant les mesures de transport à basse température.

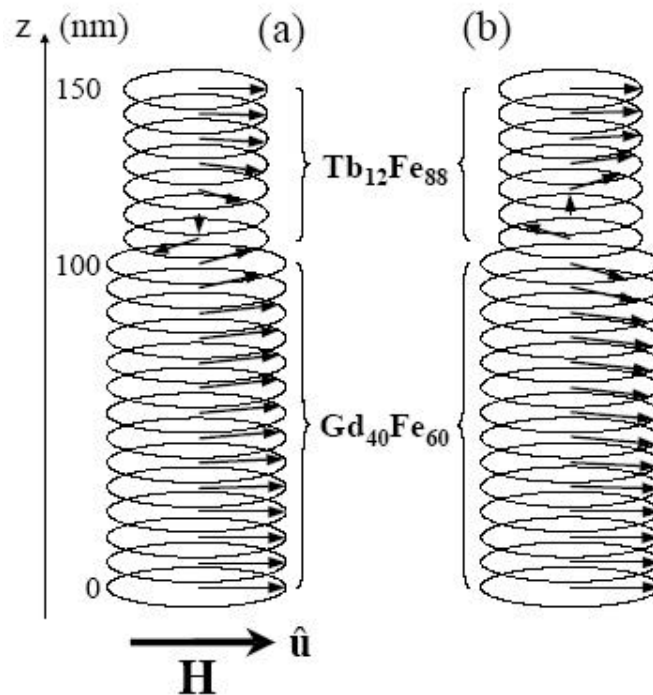


Figure III.19. Représentation schématique d'une paroi magnétique à l'interface d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100nm) /  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm) à température ambiante. Les parois (a) et (b), bien que de chiralités différentes, sont équivalentes énergétiquement.

Le premier type de préparation (type I) correspond à la préparation utilisée dans le cas des mesures d'aimantation. D'abord, à température ambiante, le champ maximal possible est appliqué (ici 12 kOe). Puis l'intensité du champ est diminuée jusqu'à une valeur de champ donnée. Dans cet état, une paroi, dont la taille dépend de l'intensité du champ, est présente à l'interface. L'échantillon est alors refroidi sous ce champ ( $H_{cf}$ ) jusqu'à 20 K. Ensuite, plusieurs cycles en champ successifs sont réalisés afin de s'assurer qu'il n'y a pas (ou plus) d'évolution du cycle en fonction du nombre de cycles réalisés. Tous les cycles  $R(H)$  représentés ici ont donc été mesurés après 5 allers et retours de 200 Oe à -200 Oe.

Le deuxième mode de préparation (type II) consiste à appliquer le champ maximum de 12 kOe à température ambiante avec un angle  $\epsilon = \pm 2^\circ$  de l'axe d'anisotropie du GdFe. Cet angle est introduit pour s'assurer qu'une seule chiralité de paroi est introduite au sein du TbFe. En effet, jusqu'alors, nous avons toujours implicitement considéré une seule chiralité de paroi, i.e. un seul sens d'enroulement de la paroi. Or le système étant symétrique par rapport à l'axe d'anisotropie du GdFe, les enroulements (a) et (b) représentés sur la figure III.19 sont énergétiquement équivalents lorsque le champ est exactement orienté parallèle à l'axe de symétrie. Après avoir atteint l'intensité de 12 kOe dans cette direction, le champ est tourné jusqu'à un angle  $Y_{cf}$  (cela est opéré en faisant tourner les bobines autour de l'échantillon resté fixe). L'intensité du champ est suffisante pour faire tourner l'intégralité de la configuration



magnétique obtenue avant rotation (ce champ étant largement supérieur à l'anisotropie du GdFe). L'échantillon est ensuite refroidi jusqu'à 20 K sous 12 kOe avec le champ appliqué avec un angle de  $Y_{cf}$  par rapport à l'axe d'anisotropie du GdFe. Cette procédure permet de geler l'aimantation du dernier plan de TbFe à l'interface à différents angles de l'axe d'anisotropie du GdFe sans changer l'orientation relative des moments formant la paroi dans le volume du TbFe, i.e. en gardant l'angle entre les spins interfaciaux et les spins les plus lointains de l'interface dans le TbFe constant. Il va donc être possible d'observer l'influence de l'orientation du dernier moment de TbFe à l'interface indépendamment de la configuration de volume.

### Simulations micromagnétiques

Pour expliquer les résultats expérimentaux obtenus lors de ces mesures de magnétorésistance, nous avons utilisé l'extension du calcul micromagnétique décrite au chapitre II. Dans le cas précis de cette étude de magnétorésistance à basse température (20 K) après refroidissement sous champ, la configuration magnétique au sein de la couche de  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm) est considérée gelée, i.e. fixe. La couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) est traitée comme une chaîne de 200 spins dont l'axe est perpendiculaire au plan de croissance. Les valeurs d'aimantation, de constante d'échange ou d'anisotropie utilisées dans cette simulation sont proches des valeurs indiquées dans le tableau III.1 au début de ce chapitre. La résistance électrique « calculée » ou « théorique » que nous comparerons avec les résultats des mesures expérimentales est alors donnée par :

$$\frac{1}{R} = \sum_{\text{plans GdFe}} \frac{1}{R_1'' + (R_1^\perp - R_1'') \sin^2 \mathbf{q}} + \sum_{\text{plans TbFe}} \frac{1}{R_2'' + (R_2^\perp - R_2'') \sin^2 \mathbf{q}} \quad (III.8)$$

où  $\mathbf{q} (i)$  est l'angle entre le moment du plan  $i$  et l'axe d'anisotropie du GdFe (axe de référence de notre système). Les valeurs de  $r_{//}$  et  $r_{\perp}$  indiquées dans le tableau III.3 ont été mesurées sur des couches de GdFe et de TbFe indépendantes et ont été utilisées avec succès dans nos simulations micromagnétiques. Dans ce qui suit, nous nous intéresserons aux variations de résistances que nous définirons comme  $\mathbf{Dr} = R - R_m$  où  $R_m$  correspond à la résistance maximum obtenue pour une configuration magnétique gelée dans le TbFe.

Tableau III.3. Valeurs des résistivités mesurées à 20 K sur des couches uniques de  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) et de  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm) dans le cas où le courant circule parallèlement à l'axe des champs. Valeurs de  $\mathbf{Dr} = r_{//} - r_{\perp}$ , différence entre les résistivités dites parallèles et perpendiculaires.

	$r_{//}$ ( $\mu\Omega.cm$ )	$\mathbf{Dr} = r_{//} - r_{\perp}$ ( $\mu\Omega.cm$ )
$Gd_{40}Fe_{60}$	336	1.075
$Tb_{12}Fe_{88}$	186	0.855

## Résultats obtenus après la procédure I

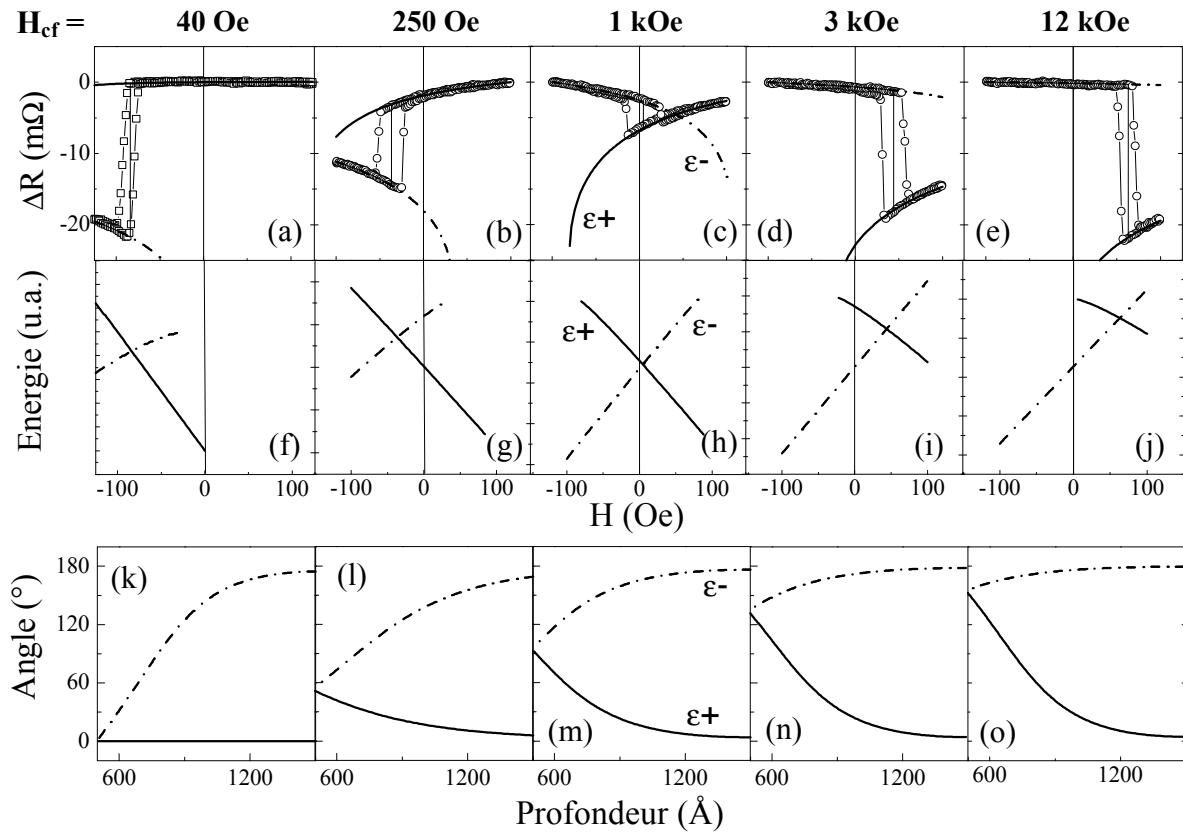


Figure III.20. Exemples de variations d'AMR ( $\Delta R = R - R_m$ ) expérimentales (symboles vides) et théoriques (lignes continues ou discontinues) obtenues à 20 K en fonction de l'intensité du champ appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie du GdFe, pour différentes valeurs de champ de refroidissement (procédure I) : (a)  $H_{cf} = 40$  Oe ; (b)  $H_{cf} = 250$  Oe ; (c)  $H_{cf} = 1$  kOe ; (d)  $H_{cf} = 3$  kOe ; (e)  $H_{cf} = 12$  kOe. (f-j) Evolution des énergies des configurations magnétiques  $\mathbf{e}+$  et  $\mathbf{e}-$  adoptées par le GdFe en fonction du champ. (k-o) Orientation des moments de GdFe par rapport à l'axe d'anisotropie du GdFe en fonction de leurs positions en profondeur de la bicouche GdFe/TbFe. Configurations magnétiques, à  $H = H_E$ , déduites des simulations micromagnétiques comparées aux mesures de résistances obtenues à 20 K après refroidissement sous  $H_{cf}$ . La ligne continue (resp. en pointillés) représente la configuration magnétique stable dans le GdFe pour des champs supérieurs (resp. inférieurs) à  $H_E$ .

Les courbes d'anisotropie de magnétorésistance de la figure III.20 (a-e) présentent des similitudes avec les courbes d'aimantation en fonction du champ présentées figure III.2. On retrouve un cycle d'hystérésis correspondant au retournement de l'aimantation du GdFe décalé par rapport à l'axe de champ nul d'un champ échange dont la position varie avec le champ de refroidissement. On observe clairement le passage de la valeur de décalage de négatif à positif lorsque  $H_{cf}$  passe de 40 Oe à 12 kOe. Les simulations d'anisotropie de magnétorésistance superposées aux courbes expérimentales ont été calculées en ajustant uniquement l'orientation du dernier moment de TbFe à l'interface de la bicouche. On peut d'ores et déjà noter un excellent accord entre les résultats expérimentaux et théoriques qui prouvent une fois de plus la validité des hypothèses de chaîne de spins et de gel des configurations magnétiques de TbFe après refroidissement sous champ. Pour chaque angle de

ce dernier spin fixe, la simulation micromagnétique montre que l'aimantation du GdFe peut s'organiser selon 2 configurations magnétiques distinctes à  $H = H_E$  (Figure III.20 k-o) dont l'énergie varie lorsque l'intensité du champ évolue (Figure III.20 f-j).

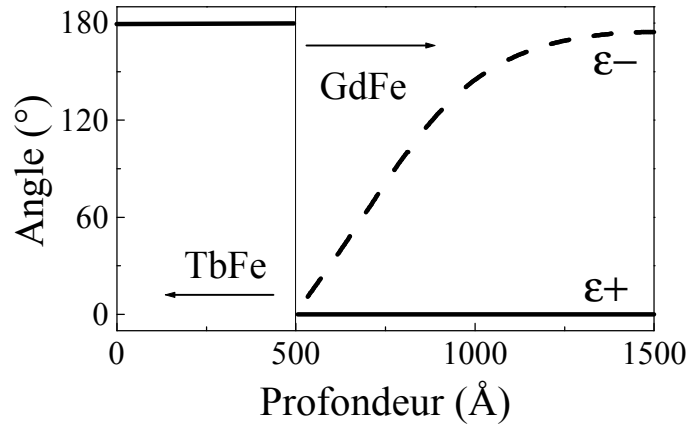


Figure III.21. Orientation des aimantations de GdFe (et de TbFe) par rapport à l'axe d'anisotropie du GdFe en fonction de leurs positions en profondeur de la bicouche GdFe/TbFe. Configurations magnétiques déduites des simulations micromagnétiques comparées aux mesures de résistances obtenues à 20 K après refroidissement sous 40 Oe. La ligne continue (resp. en pointillés) représente la configuration magnétique stable dans le GdFe pour des champs supérieurs (resp. inférieurs) à  $H_E$ .

Afin de permettre une bonne description des phénomènes observés, nous allons décrire en détail les résultats obtenus après refroidissement sous  $H_{cf} = 40$  Oe. Nous avons déjà montré que, lorsque le TbFe est refroidi sous un faible champ positif de refroidissement, l'aimantation est uniformément alignée antiparallèlement à la direction de champ positif ; l'angle du dernier spin de TbFe à l'interface se gèle avec un angle de  $180^\circ$  par rapport au champ de refroidissement positif. Considérons donc le dernier moment de TbFe à l'interface comme gelé dans cette direction pour  $H_{cf} = 40$  Oe ; le calcul micromagnétique montre que le GdFe peut alors adopter préférentiellement deux configurations magnétiques qu'on nommera  $e^+$  et  $e^-$ . Ces configurations correspondent aux configurations magnétiques présentées figure III.21. La configuration magnétique  $e^+$  correspond à une aimantation uniforme pointant vers les champs positifs. La configuration  $e^-$  correspond à une paroi magnétique d'environ  $180^\circ$ , i.e. que le premier moment de GdFe à l'interface reste bloqué à  $0^\circ$  (antiparallèle au dernier moment gelé de TbFe à l'interface) tandis que les moments loin de l'interface pointent vers les champs négatifs.

Les courbes d' $AMR(H)$  calculées pour les configurations  $e^+$  et  $e^-$  se superposent exactement aux deux branches de la courbe  $DR(H)$  représentées figure III.22a. Il est à noter que des mesures en champ tournant ont également été réalisées afin de vérifier les valeurs de  $q^i_{TbFe}$  déterminé grâce aux courbes, ainsi que les configurations magnétiques au sein du GdFe qui en découle. La figure III.22b représente l'évolution de l'énergie des configurations  $e^+$  et  $e^-$  en fonction de la valeur du champ magnétique. On observe que les valeurs de ces deux énergies deviennent égales exactement lorsque  $H = \frac{1}{2}(H_{R1} + H_{R2})$  où  $H_{R1}$  et  $H_{R2}$  sont respectivement les champs de retournement de la branche ascendante et descendante. C'est à dire que la valeur  $\frac{1}{2}(H_{R1} + H_{R2})$  que nous avons défini, comme en général dans la littérature, comme  $H_E$  est également, dans le système  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  (et au moins jusqu'à la température de 20 K ici

utilisée), la valeur de champ pour laquelle les énergies du système avant et après renversement de la couche douce sont égales.

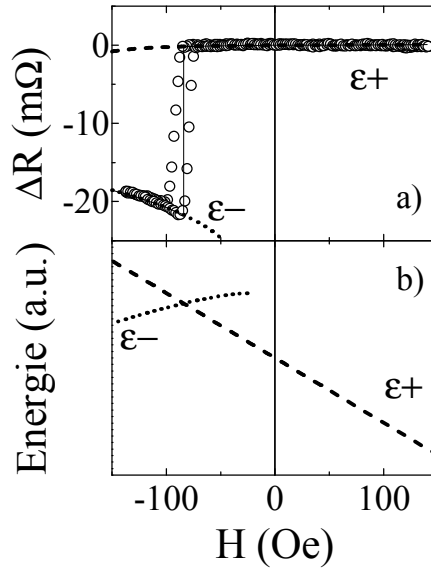


Figure III.22. a) Courbe d'anisotropie de magnétorésistance en fonction du champ obtenue après refroidissement sous  $H_{cf} = 40$  Oe jusqu'à 20 K. La ligne discontinue (resp. en pointillés) correspond au résultat de la simulation micromagnétique dans le cas où le GdFe adopte un état  $e+$  (resp.  $e-$ ). b) Evolution des énergies des configurations magnétiques  $e+$  et  $e-$  adoptées par le GdFe en fonction du champ.

De la même façon, pour tous les champs de refroidissement  $H_{cf}$ , il a été possible d'obtenir  $\mathbf{q}_{TbFe}^i$ , en simulant les branches supérieures et inférieures des courbes  $\Delta R(H)$ . A partir de cette valeur, les configurations magnétiques et les énergies des deux états magnétiques  $e+$  et  $e-$  adopté par les moments de la couche de GdFe ont été calculés. Pour toutes les valeurs de  $H_{cf}$  testées, il est apparu que le champ décalage, défini comme  $\frac{1}{2}(H_{R1}+H_{R2})$ , correspond à la valeur pour laquelle les énergies des états  $e+$  et  $e-$  s'égalisent (Figure III.20). Les valeurs du décalage d'échange et de l'angle du dernier moment de TbFe à l'interface sont représentées figure III.23b en fonction de la valeur de  $H_{cf}$ . La valeur maximum de  $|H_{E1}|$  vaut 84 Oe. Le décalage d'échange est négatif maximum lorsque  $\mathbf{q}_{TbFe}^i = 180^\circ$  et positif maximum lorsque  $\mathbf{q}_{TbFe}^i = 0^\circ$ . Le passage d'un décalage d'échange négatif à positif, qui pour cet échantillon se fait pour un champ de refroidissement de 900 Oe, correspond bien au passage de l'angle  $\mathbf{q}_{TbFe}^i$  d'une valeur supérieure à  $90^\circ$  à une valeur inférieure à  $90^\circ$ .

La figure III.23a représente l'évolution de  $R_m$ , résistance maximum obtenue pour une configuration magnétique gelée dans le TbFe donnée, en fonction du champ de refroidissement. On peut noter que cette courbe  $R_m(H_{cf})$  est très similaire à la courbe  $R(H)$  obtenue à 300 K (figure III.18). Les valeurs de  $R_m$  sont reliées aux deux constituants de la bicouche qui fournissent chacun une contribution à l'anisotropie de magnétorésistance (Tableau III.3). Elles dépendent donc de  $H_{cf}$  de deux façons : d'abord  $R_m$  dépend de la configuration magnétique au sein du GdFe dont la forme est directement liée à l'orientation du dernier moment de TbFe à l'interface qui varie avec  $H_{cf}$ ; de plus, comme nous allons essayer de le démontrer dans ce qui suit,  $R_m$  doit dépendre de la configuration magnétique gelée dans le volume de la couche de TbFe.

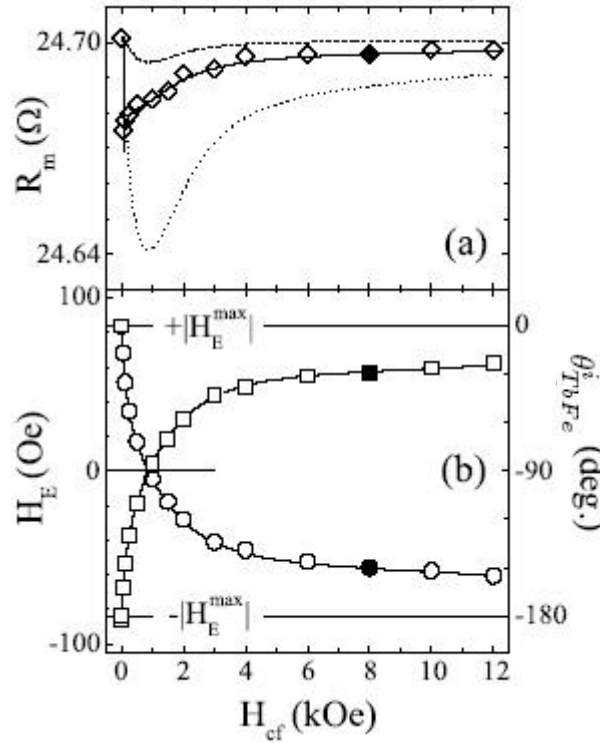


Figure III.23. a) Résistance maximum  $R_m$ , b) décalage d'échange  $H_E$  (symboles carrés) et angle gelé du dernier moment de TbFe à l'interface  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  (symboles ronds) en fonction du champ de refroidissement  $H_{cf}$  à 20 K. Les symboles pleins correspondent à la chiralité opposée à celle utilisée pour les autres mesures. Les lignes en (a) correspondent aux valeurs théoriques explicitées dans le texte ; les lignes en (b) ne sont que des guides visuels.

Les lignes discontinues tracées figure III.23a sont les variations théoriques de  $R_m$  en fonction de  $H_{cf}$  prédites par notre simulation micromagnétique dans deux cas extrêmes :

- (1) L'aimantation du TbFe est uniformément orientée parallèlement à l'axe d'anisotropie du GdFe (axe du champ), excepté le dernier moment à l'interface dont l'angle  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  avec cet axe varie avec  $H_{cf}$ . Ce cas correspond à la courbe supérieure de la figure III.23a.
- (2) L'aimantation dans le volume du TbFe est uniformément orienté parallèlement à  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  qui évolue avec  $H_{cf}$ . Ce cas correspond à la courbe pointillée inférieure de la figure III.23a.

Il apparaît clairement qu'aucun de ces deux cas ne permet d'expliquer les valeurs de  $R_m$  obtenues expérimentalement. Les configurations magnétiques à considérer dans le volume de TbFe sont comprises entre ces deux situations extrêmes. Un bien meilleur résultat est obtenu (ligne continue superposée aux losanges vides de la figure III.23a), lorsqu'on calcule  $R_m$  à partir de configurations de TbFe proches de celles adoptées à 300 K. Ce résultat confirme le gel de la configuration de volume du TbFe lors du refroidissement sous champ déjà avéré à l'aide de la technique de réflectométrie de neutrons polarisés. Lorsque le champ de refroidissement augmente, la paroi magnétique gelée au sein du TbFe se comprime,

augmentant le nombre de moments parallèles à l'axe du champ (et du courant), ce qui génère une augmentation de l'anisotropie de magnétorésistance. Les symboles pleins représentés sur les courbes des figures III.23a et III.23b correspondent à la chiralité opposée à celle utilisée pour les autres mesures. Il apparaît que, pour une même valeur de  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$ , la chiralité de la paroi d'interface n'influence pas les phénomènes de décalage d'échange.

En utilisant le phénomène d'anisotropie de magnétorésistance, sensible à la composante d'aimantation perpendiculaire au courant, nous avons montré qu'il est possible de calculer la valeur de  $H_E$  en considérant l'aimantation du dernier plan de TbFe à l'interface comme bloquée, sans tenir compte de la configuration magnétique de volume. La procédure II va nous permettre de conclure définitivement sur l'influence de la configuration de volume dans la couche bloquante sur la valeur du décalage d'échange  $H_E$ .

### Résultats obtenus en suivant la procédure II

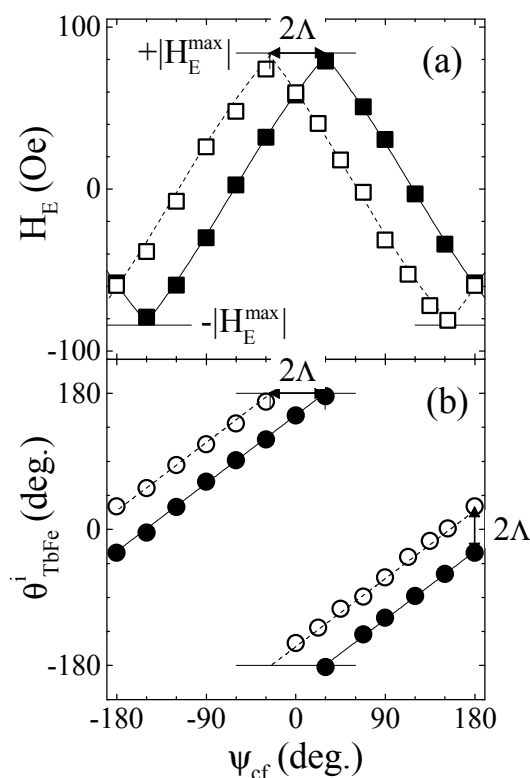


Figure III.24. Variation du champ de décalage d'échange  $H_E$  (a) et de l'angle de piégeage  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  (b) obtenus à 20 K en fonction de l'angle du champ de refroidissement  $\mathbf{Y}_{cf}$  par rapport à l'axe d'anisotropie du GdFe. Les symboles ouverts (pleins) correspondent aux résultats après refroidissement sous 12 kOe pour une paroi de chiralité gauche (droite). Les lignes sont des guides pour les yeux.

Une nouvelle preuve du gel d'une paroi magnétique au sein du TbFe est fournie par les résultats obtenus dans le cadre de la procédure II. Après avoir atteint un champ de 12 kOe dans une direction décalé de plus ou moins  $2^\circ$  par rapport à l'axe d'anisotropie du GdFe à 300

K ( pour s'assurer d'avoir une seule chiralité de paroi), le champ est tourné jusqu'à un angle  $Y_{cf}$ . La configuration magnétique obtenue avant rotation tourne en totalité avec le champ (ce champ étant largement supérieur à l'anisotropie du GdFe). L'échantillon est ensuite refroidi jusqu'à 20 K sous 12 kOe avec le champ appliqué avec un angle de  $Y_{cf}$  par rapport à l'axe d'anisotropie du GdFe (Figure III.25). Comme on peut le voir sur la figure III.24, deux évolutions distinctes du champ de décalage d'échange en fonction de  $Y_{cf}$  sont observées à 20 K selon la chiralité de la paroi gelée durant le refroidissement. Ces deux variations avec  $Y_{cf}$  sont très similaires et peuvent être superposées par une simple translation de  $2L$  (avec  $L = 28^\circ$ ) en  $Y_{cf}$  (figure III.24a). De la même façon, l'angle de piégeage,  $q^i_{TbFe}$ , calculé par la simulation micromagnétique possède, dans les deux cas, un comportement quasi-linéaire avec l'angle  $Y_{cf}$ , mais les deux courbes sont décalées de  $2L$  en abscisse (figure III.24b).

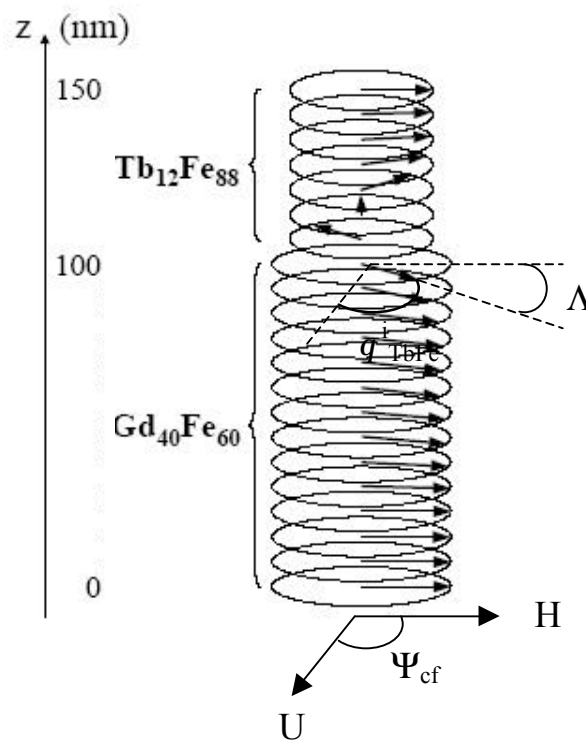


Figure III.25. Schéma de la configuration magnétique d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) /  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm) obtenue à 300 K durant la procédure II. Le champ magnétique ( $H= 12$  kOe) est appliqué à un angle  $Y_{cf}$  de l'axe d'anisotropie (U) de la couche de GdFe. Une étroite paroi est créée dont les moments du dernier plan interfacial font un angle  $L$  avec le champ.

L'existence de ce décalage de  $2L$  en abscisse provient de l'état magnétique gelé au sein du TbFe lorsque la bicouche est refroidie sous un champ de 12 kOe, orienté dans un angle  $Y_{cf}$ . En effet, à 300 K, un champ de 12 kOe correspond à une paroi magnétique comprimée au sein du TbFe dans laquelle les moments les plus éloignés de l'interface sont orientés parallèlement au champ tandis que les derniers moments à l'interface font un angle de  $L= 28^\circ$  avec le champ. Par conséquent, dans le cas où cette paroi est de chiralité gauche à température ambiante, après refroidissement, à 20 K, on trouve expérimentalement que  $q^i_{TbFe} = Y_{cf} + L$ . Il en est de même pour la chiralité droite pour laquelle l'angle du moment interfacial de TbFe est alors  $q^i_{TbFe} = Y_{cf} - L$ .

Lorsqu'on compare les résultats obtenus grâce à la procédure II avec ceux obtenus grâce à la procédure I, il apparaît que ceux-ci sont identiques. La figure III.26 permet de résumer l'ensemble des résultats obtenus grâce aux deux procédures. Cette figure révèle plus clairement la corrélation entre la valeur du décalage en champ des cycles d'hystérésis du GdFe et l'orientation de l'aimantation du dernier plan de TbFe,  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$ . Une relation quasi-linéaire entre  $H_E$  et  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  est trouvée avec un décalage d'échange maximum positif ( $H_E = +84$  Oe) lorsque  $\mathbf{q}^i_{TbFe} = 0^\circ$  et un décalage maximum négatif ( $H_E = -84$  Oe) lorsque  $\mathbf{q}^i_{TbFe} = 180^\circ$ . La deuxième procédure permet de prouver que seul l'angle de l'aimantation du dernier plan d'interface de TbFe est déterminant, indépendamment de la configuration de volume.

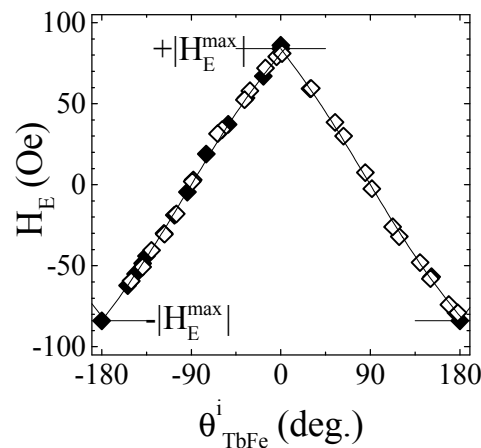


Figure III.26. Champ de décalage d'échange ( $H_E$ ) en fonction de l'angle de l'aimantation du dernier plan de TbFe à l'interface  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$ . Les symboles vides et pleins correspondent aux résultats des procédures I et II respectivement. La ligne continue correspond au résultat de la simulation micromagnétique.

### II.3.d] Etude de la coercitivité du système GdFe/TbFe à basse température par mesures AMR

Lorsqu'on refroidit l'échantillon en utilisant la procédure I (en gelant une large paroi dans la couche de TbFe), la dépendance de  $H_C$  en fonction de  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  est présentée figure III.27b. Comme dans le cas de mesures d'aimantation, un comportement symétrique de la coercitivité est obtenue par rapport à  $\mathbf{q}^i_{TbFe} = 90^\circ$ , le maximum de coercitivité étant mesuré pour cet angle. La valeur maximale du champ coercitif est  $H_C^{max} = 20$  Oe pour l'échantillon sur lequel ont été réalisées les mesures de résistance. La figure III.27a décrit l'évolution du champ coercitif mesuré dans le cas de la procédure pour laquelle la même paroi très comprimée est gelée quel que soit l'angle  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$ . La courbe obtenue est très similaire à celle représentée figure III.27b ; toutefois, le maximum de coercitivité atteint seulement  $H_C = 14$  Oe. Ces résultats montrent que, si la valeur de  $H_E$  ne dépend de la configuration magnétique gelée dans le TbFe que par l'angle du moment de son dernier plan d'interface, la valeur de la coercitivité, elle, est liée à la fois à l'angle  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  mais également à la configuration dans le volume de la couche de TbFe. Ces comportements ne s'expliquent pas à l'aide de modèle micromagnétique originel.



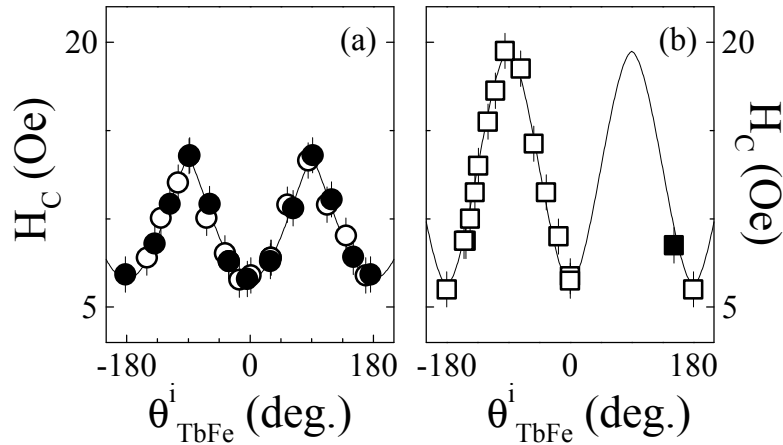


Figure III.27. Champ coercitif  $H_C$  en fonction de l'angle du dernier moment de TbFe à l'interface  $\mathbf{q}_{TbFe}^i$  (a) après refroidissement selon la procédure II, (b) après refroidissement selon la procédure I. Les symboles vides et pleins correspondent aux cas d'une paroi magnétique gelée dans le TbFe avec une chiralité gauche et droite respectivement. Les lignes sont des guides pour les yeux.

### II.3.e] Remarques sur un cas particulier

Durant ces mesures de magnétorésistance est apparu à quelques reprises un phénomène impossible à modéliser à l'aide de la simulation micromagnétique. Dans le cas de la procédure II, lorsque le champ de refroidissement de 1 T fut appliqué à un angle  $\mathbf{Y}_{cf} = 68^\circ$ , l'échantillon présenta un double cycle d'hystérésis (figure III.28). Chaque cycle est décalé d'un champ d'échange identique vers les champs positifs pour l'un et vers les champs négatifs pour l'autre. Cette expérience n'est toutefois pas reproductible ; la majorité du temps, dans des conditions exactement identiques, un seul cycle d'hystérésis est mesuré, décalé soit négativement dans le cas d'une paroi gelée de chiralité gauche ( $H_E = -4$  Oe), soit positivement dans le cas d'une paroi gelée de chiralité droite ( $H_E = +46$  Oe). De manière très étonnante, on peut remarquer que les valeurs de champ de décalage des cycles obtenus sur le double cycle d'hystérésis sont quasi-identiques à ces valeurs.

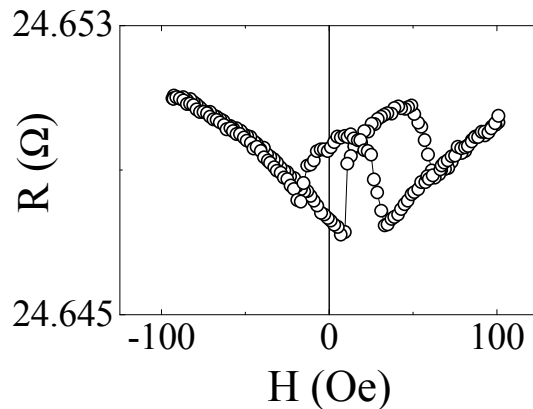


Figure III.28. Double cycle AMR obtenu après refroidissement jusqu'à 20 K de la bicouche GdFe/TbFe sous un champ de 12 kOe dans la direction  $\mathbf{Y}_{cf} = 68^\circ$ .

Nous envisageons ce double cycle comme provenant de l'apparition de domaines latéraux au sein du TbFe. Ces domaines correspondraient à la coexistence de zones dans lesquelles la paroi d'interface serait de chiralité gauche et d'autres dans lesquelles la paroi d'interface serait de chiralité droite.

*Nous avons étudié par diverses techniques le magnétisme d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm)/  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm). Ces mesures ont permis de valider les hypothèses d'un premier modèle permettant d'expliquer l'évolution du champ de décalage d'échange  $H_E$  et du décalage en aimantation en fonction du champ de refroidissement  $H_{cf}$  [Man03]. La première hypothèse suppose que les configurations magnétiques adoptées par la bicouche peuvent être décrites par une chaîne de spins. La seconde consiste à considérer que, lors du refroidissement sous champ, le profil magnétique présent dans le TbFe à 300K se gèle. Des mesures XRMS, sélectives chimiquement, ont permis de suivre l'évolution de l'aimantation de chacun des sous-réseaux d'aimantation de Terres-Rares (Tb ou Gd) de manière indépendante. L'existence de 4 états magnétiques différents est confirmée : deux états, à faibles champs, dans lesquels les aimantations de TbFe et de GdFe sont antiparallèles (états  $AP^+$  et  $AP^-$ ), et deux états, sous champs plus intenses, dans lesquels une paroi magnétique d'interface est créée, (états  $P^+$  et  $P^-$ ). Des mesures de réflectivité de neutrons polarisés ont été réalisées sur la bicouche GdFe/ TbFe à température ambiante ainsi qu'à différentes températures et ont permis de valider les deux hypothèses. Ces résultats ont été confirmés par des mesures de résistance très précises. Celles-ci ont, de plus, souligné l'importance de l'angle  $q^i_{TbFe}$  de l'aimantation du TbFe à l'interface sur les valeurs de décalage d'échange. Nous avons montré alors que  $H_E$  est uniquement fonction de  $q^i_{TbFe}$ . De plus, nous avons montré que, pour chaque  $q^i_{TbFe}$  étudiée à 20 K, le champ d'échange  $H_E$  correspond au champ pour lequel les énergies du système avant et après renversement de la couche douce sont égales. Enfin, ces diverses expériences nous ont permis de mettre en évidence des phénomènes non prévus par le modèle. D'une manière générale, les variations de champ coercitif avec  $H_{cf}$  ou leur dépendance vis-à-vis de la configuration magnétique au sein du TbFe ne sont pas expliquées. Nous avons également remarqué des évolutions des cycles d'hystérésis à basse température lors des premiers cycles en champ successifs après refroidissement. Enfin, nos mesures d'AMR ont fait apparaître des « doubles cycles » certainement dus à la présence de domaines latéraux dont les aimantations sont différemment orientées. Dans la suite, nous allons nous attacher à comprendre les origines de ces différents phénomènes.*

### III/ Ecart au modèle

#### III.1) Domaines latéraux

##### III.1.a] Introduction

L'existence et le rôle de domaines magnétiques latéraux au sein de bicouche AF/FM est un point important dans la compréhension de l'ensemble des phénomènes de décalage d'échange [Gok99]. Dans le cas de matériaux antiferromagnétiques, l'appariation de ces domaines est

très souvent liée à la présence de défauts structuraux tels que la rugosité [Mal88], des joints de grains [Sti99a] ou des défauts d'insertions [Now02] (cf. chapitre I). Lorsque de tels domaines existent, des parois de domaines latérales forment la limite de chaque domaine. Diverses études ont été menées pour lier la place et la mobilité de ces parois durant le renversement de la couche FM avec les valeurs de  $H_E$  et  $H_C$  [Nik00][Bal05][Liu03]. D'autre part, le rapport des tailles relatives des domaines de la couche AF et de la couche FM semble être un paramètre déterminant dans la forme des cycles d'aimantation décalés [Ros05]. En effet, lorsque les tailles latérales des domaines contenus dans le matériau bloquant sont plus importantes que celles des domaines du matériau bloqué, chaque domaine de la première couche va agir uniquement sur l'ensemble des domaines de la seconde couche qui lui sont superposés (Figure III.29a). En revanche, si les domaines du matériau bloquant (AF) sont moins larges que ceux contenus dans la couche plus douce qui lui est couplée, alors le couplage d'échange entre un domaine donné de la couche bloquée et la couche bloquante est moyenné sur l'ensemble des domaines de la couche dure en contact avec le domaine considéré (Figure III.29b). Récemment, des cycles formés de deux cycles distincts, décalés de manière généralement opposée par rapport à  $H = 0$  Oe, ont été mesurés [Kir02][Pet05] [Bru05]. Cette observation a été attribuée à un comportement indépendant de deux types de domaines d'aimantations antiparallèles au sein du matériau AF [Ola05].

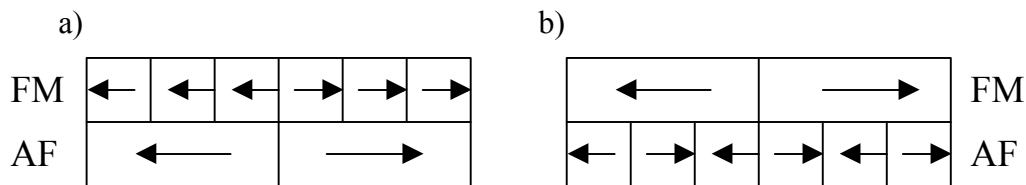


Figure III.29. Configuration magnétique en domaine d'une bicouche FM/AF dont les couches sont couplées ferromagnétiquement entre elles. Dans le cas (a) (resp. (b)), les domaines AF sont plus (resp. moins) larges que les domaines FM.

C'est dans ce contexte que nous avons souhaité introduire artificiellement des domaines latéraux dans la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ . Nous verrons comment l'existence de domaines influence le phénomène de décalage d'échange et de manière générale le renversement de l'aimantation de la couche de GdFe. Nous montrerons ainsi que de manière similaire à d'autres systèmes AF/FM [Chi03][Sch04], il faut prendre en compte à la fois des modulations d'aimantations perpendiculaires et parallèles au plan des couches pour tenir compte de l'ensemble des phénomènes de décalage d'échange de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ .

### III.1.b] Création de domaines latéraux dans le système $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ à 300K

La figure III.30 représente la courbe d'aimantation en fonction du champ obtenue à 300K par mesure Squid pour une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) /  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm). Les différents paliers d'aimantation sont caractéristiques des états  $P^+$ ,  $AP^+$ ,  $AP$  et  $P$ .

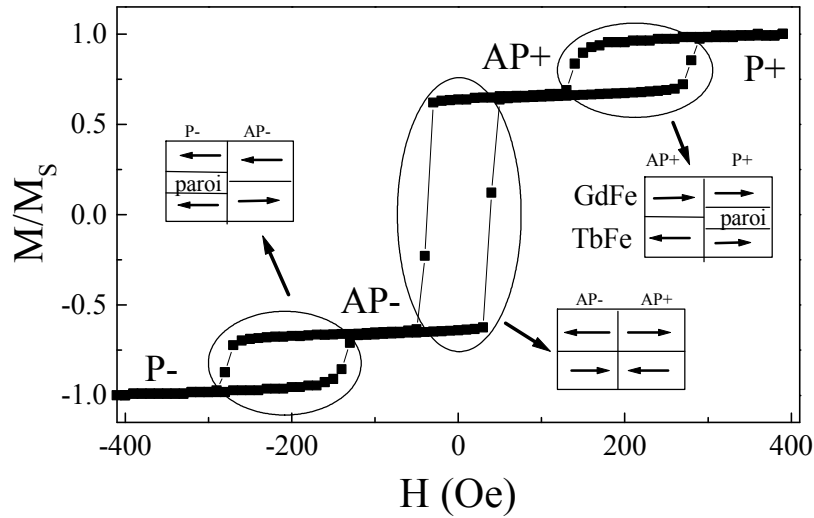


Figure III.30. Courbe d'aimantation normalisée d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) /  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm) à 300 K pour un champ appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie du GdFe.

Comme nos mesures de XRMS l'ont montré, les cycles d'hystérésis autour de +200 Oe et –200 Oe correspondent au renversement de la couche de TbFe. Ce renversement n'affecte pas l'aimantation de la couche de GdFe. En revanche, le cycle d'hystérésis central, autour de 0 Oe, provient d'un renversement simultané des aimantations des couches de GdFe et de TbFe. Chacun de ces renversements s'effectue par un processus de nucléation puis propagation de parois de domaines magnétiques latérales. Il est, par conséquent, possible de mélanger les états  $P^+$  et  $AP^+$ ,  $AP^+$  et  $AP^-$ , ou encore  $AP^-$  et  $P^-$ , en réalisant des cycles mineurs au niveau de trois hystérésis de la courbe d'aimantation représentée figure III.30. Cela revient à stopper l'évolution du champ en une valeur telle que le renversement d'un état magnétique à un autre n'est pas complet.

### Cas d'un mélange $AP^+$ / $AP^-$

La figure III.31 représente un agrandissement de la zone d'hystérésis existant autour de 0 Oe sur la figure III.30. Des cycles mineurs réalisés sur ce cycle sont représentés. Partant de l'état  $AP^+$ , nous avons appliqué un champ négatif  $H_X$  entre –14 Oe et –20 Oe pour renverser partiellement l'aimantation de l'échantillon, puis nous avons augmenté à nouveau le champ jusqu'à 0 Oe pour stabiliser la nouvelle configuration en domaine. En choisissant la valeur du champ  $H_X$ , il est possible de choisir la « concentration » relative en domaines  $AP^+$  et en domaines  $AP^-$ . La valeur de l'aimantation rémanente résultante est nommée  $M_0$ .  $M_{AP^+}$  et  $M_{AP^-}$  correspondent aux aimantations mesurées à 300 K dans les états  $AP^+$  et  $AP^-$ . La concentration  $D_{AP^+}$  en états  $AP^+$  du mélange est donnée par l'expression :

$$D_{AP^+} = \frac{M_0 - M_{AP^-}}{M_{AP^+} - M_{AP^-}} \quad (III.9)$$

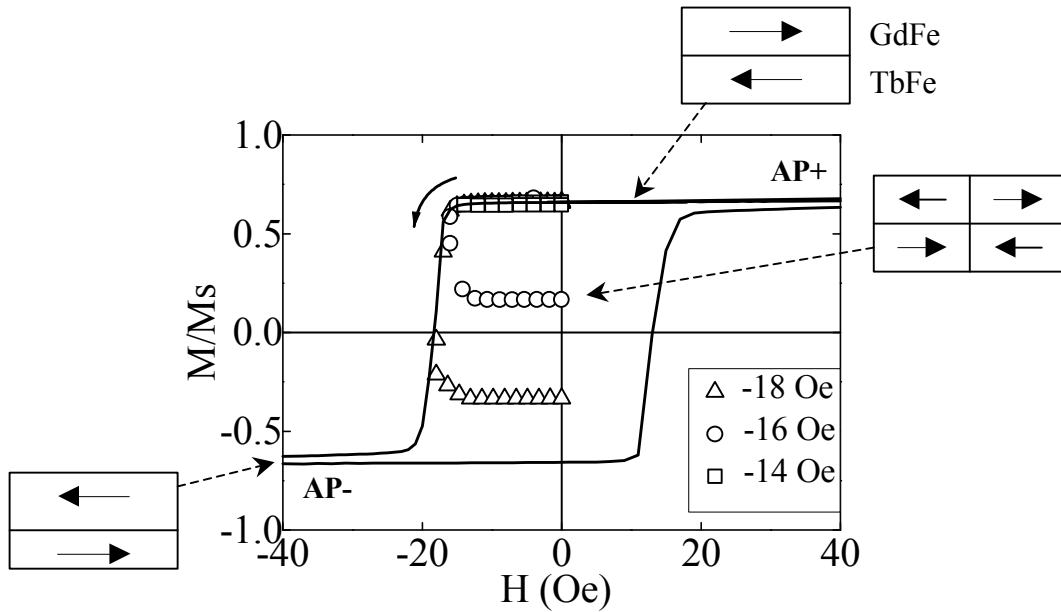


Figure III.31. Exemple de cycles mineurs réalisés pour obtenir une configuration multi-domaines  $AP^+/AP^-$ ; après saturation à +10 kOe, le champ est ramené à  $H_X (<0)$  puis à 0 Oe. Les valeurs de  $H_X$  correspondant aux différents symboles sont indiquées sur la figure. La ligne continue correspond à une partie de la courbe  $M(H)$  représentée figure III.30.

### Cas d'un mélange $AP^+/P^+$

Pour obtenir un mélange de domaines  $AP^+$  et de domaines  $P^+$ , il suffit de réaliser le même type de cycle mineur sur le cycle d'hystérésis autour de 200 Oe (Figure III.32). Partant des états  $AP^+$ , nous avons augmenté la valeur du champ jusqu'à une valeur  $H_X$  comprise entre 265 et 290 Oe puis sommes retournés à un champ égal à 200 Oe pour stabiliser la configuration en domaine obtenue (Figure III.32).  $M_{P^+}$  correspond à l'aimantation mesurée à 300 K dans les états  $P^+$  (sous 200 Oe). L'aimantation obtenue à 200 Oe, en fonction de la concentration en domaines  $AP^+$  et  $P^+$ , est notée  $M_{200}$  et la fraction de domaines de type  $AP^+$  est donnée par l'expression :

$$\Delta'_{AP^+} = \frac{M_{P^+} - M_{200}}{M_{P^+} - M_{AP^+}} \quad (III.10)$$

Nous avons donc réalisé deux types de mélange de domaines  $AP^+/AP^-$  et  $AP^+/P^+$  à température ambiante. Le mélange  $AP^-/P^+$ , obtenu en réalisant des cycles mineurs sur le cycle d'hystérésis autour de -200 Oe, n'est que le symétrique du mélange  $AP^+/P^+$ . Nous ne présenterons pas les résultats obtenus pour ce mélange puisqu'ils sont identiques à ceux obtenus dans le cas  $AP^+/P^+$ . Le modèle utilisé dans la première partie de ce chapitre ne permet pas de prévoir les propriétés de décalage d'un système contenant des domaines latéraux puisqu'il est basé sur l'hypothèse d'une chaîne de plans d'aimantations latéralement

uniformes. Nous allons donc nous intéresser dans la suite à l'influence de tels domaines sur les phénomènes de décalage d'échange.

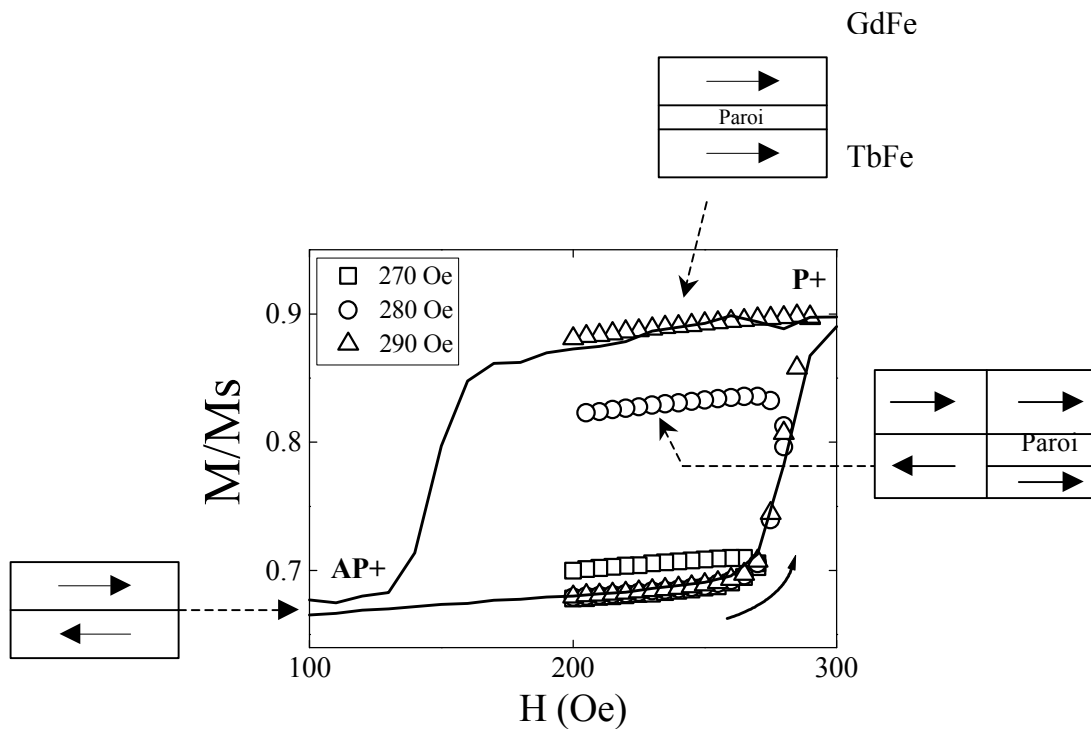


Figure III.32. Exemple de cycles mineurs réalisés pour obtenir une configuration multi-domaines  $AP^+/P^+$ ; après saturation à +10 kOe, le champ est ramené à  $H'_X$  puis à 200 Oe. Les valeurs de  $H'_X$  correspondant aux différents symboles sont indiquées sur la figure. La ligne continue correspond à une partie de la courbe  $M(H)$  représentée figure III.30.

### III.1.c] Influence des domaines latéraux sur le décalage d'échange à basse température

Pour chaque configuration magnétique en domaine, l'échantillon est refroidi de 300 K à 5 K, sous 0 Oe ou sous 200 Oe. A basse température, la réponse magnétique du GdFe est déterminée en réalisant des cycles de champ entre 200 Oe et -200 Oe. La figure III.33 représente les cycles d'aimantations obtenus après refroidissement sous champ nul dans un état de mélange  $AP^+/AP^-$ ; la figure III.35 correspond aux cycles d'aimantation en fonction du champ mesurés après refroidissement sous 200 Oe dans un état de mélange  $AP^+/P^+$ .

#### Cas d'un mélange $AP^+/AP^-$

La figure III.33 représente les courbes d'aimantation mesurées à 5 K après refroidissement sous 0 Oe pour différentes valeurs de  $H_X$  (18 Oe, 16 Oe et 14 Oe). Une courbe possédant deux sauts d'aimantation est observée. Chacun de ces sauts correspond à un cycle d'hystérésis décalé en champ. Le premier cycle est décalé vers les champs positifs d'une valeur  $H_E^{max}$  tandis que le second est décalé en champ négatif d'une valeur  $-H_E^{max}$ , où  $H_E^{max} = 80$  Oe. La taille relative de chaque saut est proportionnelle à la quantité relative de chacun des domaines

$AP^+/AP^-$ , sélectionnée à température ambiante par le choix de la valeur  $H_X$  (Figure III.31). Enfin, la coercitivité des deux cycles d'hystérésis ( $\sim 10$  Oe) n'évolue pas avec la valeur de  $H_X$ .

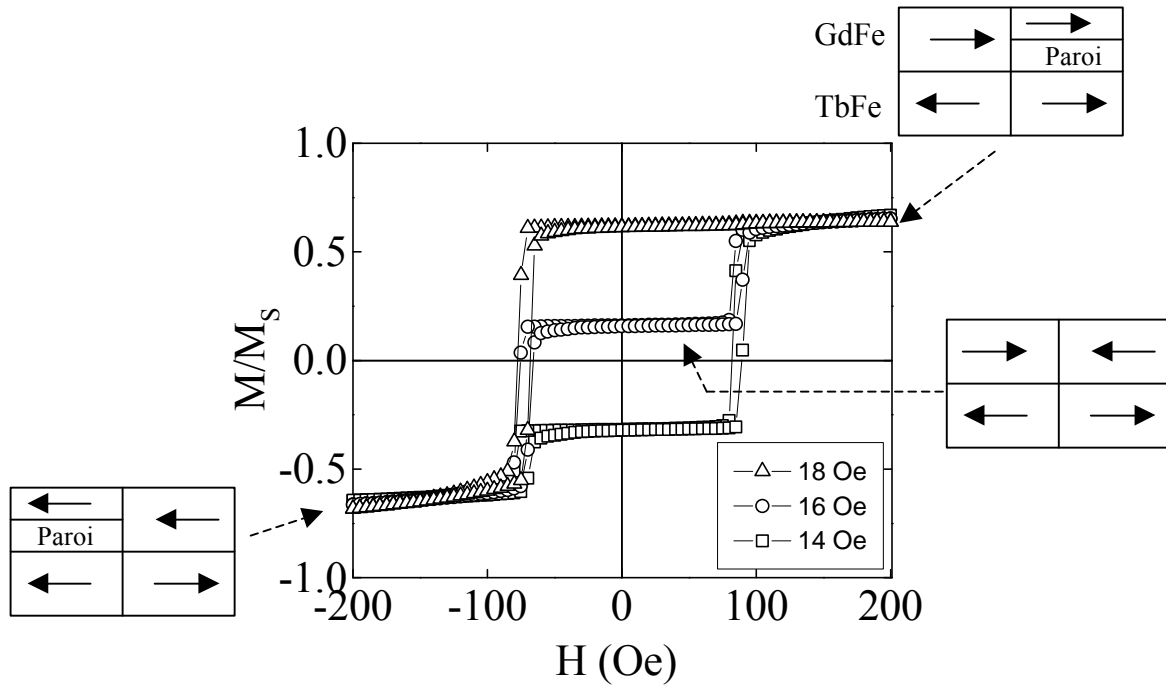


Figure III.33. Exemple de cycles  $M(H)$  mesurés à 5 K après refroidissement sous 0 Oe pour différentes concentrations de mélange  $AP^+/AP^-$ , i.e. obtenus pour différentes valeurs de  $H_X$  (indiquées en légende).

Sur la figure III.34 est tracée la valeur  $M^{5K}_R/M^{5K}_{RS}$  en fonction de  $D_{AP^+}$ .  $M^{5K}_R$  décrit l'aimantation rémanente de la bicouche à 5 K ( i.e. l'aimantation à 0 Oe pour les différentes valeurs de  $H_{cf}$ ) et  $M^{5K}_{RS}$  correspond à l'aimantation obtenue sous champ nul à 5 K après refroidissement dans l'état  $AP^+$  (lorsque l'aimantation de TbFe est gelée uniformément orientée dans la direction des champs négatifs). On observe une simple relation linéaire. Ces résultats prouvent que, lors du refroidissement, l'aimantation de TbFe se gèle dans sa configuration en domaine créée à 300 K. L'apparition d'un double saut d'aimantation à 5 K tend à montrer, selon ce que nous avons vu ci-avant, que la taille des domaines au sein du GdFe est inférieure ou égale à la taille des domaines au sein du TbFe [Ola05][Ros05]. L'existence de deux cycles d'hystérésis décalés d'une valeur  $+ ou - H_E^{max}$  s'explique alors par un comportement indépendant de chaque type de domaines gelés au sein du TbFe. Chacun de ces domaines crée donc son propre champ de décalage : 1) Les domaines gelés  $AP^+$ , dans lesquels l'aimantation de TbFe est orientée à  $180^\circ$  des champs positifs, induisent un décalage en champ négatif d'une valeur  $- H_E^{max}$ . 2) Les domaines types  $AP^-$ , dans lesquels l'aimantation de TbFe est dans la direction des champs positifs, induisent un décalage en champs positifs  $+ H_E^{max}$ .

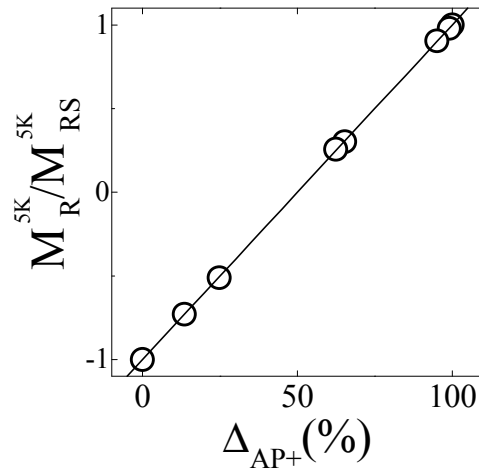


Figure III.34.  $M_R^{5K}/M_{RS}^{5K}$  en fonction de la fraction d'aimantation dans le TbFe pointant dans la direction des champs négatifs  $D_{AP^+}$ . Les barres d'erreur sont de taille inférieure au diamètre des symboles.

### Cas d'un mélange $AP^+/P^+$

Intéressons nous maintenant au cas d'un mélange de domaines de type  $AP^+$  et  $P^+$ . La figure III.35 représente les courbes d'aimantation en fonction du champ mesurées après refroidissement de l'échantillon sous 200 Oe de 300 K à 5 K pour différentes valeurs de  $H_X$ . Contrairement au cas précédent, i.e. des mélanges  $AP^+/AP^-$ , un seul saut d'aimantation est observé quelque soit la valeur de  $H_X$ , donc quelle que soit la concentration relative de chaque type de domaines. Au vu des explications fournies précédemment, ce résultat paraît surprenant. Au lieu d'obtenir deux cycles d'hystérésis décalés de différentes valeurs de champ, un seul saut d'aimantation est observé correspondant à un champ de décalage d'échange et à une coercitivité presque constante. Toutefois, l'existence de deux types de domaines distincts est bien vérifiée par l'évolution du décalage en aimantation de ces courbes d'aimantation (Figure III.35). Pour quantifier ce décalage en aimantation, nous avons tracé l'évolution du rapport  $M_{200Oe}^{5K}/M_S^{5K}$  en fonction de  $D_{AP^+}$  (Figure III.36). Une relation linéaire est observée.



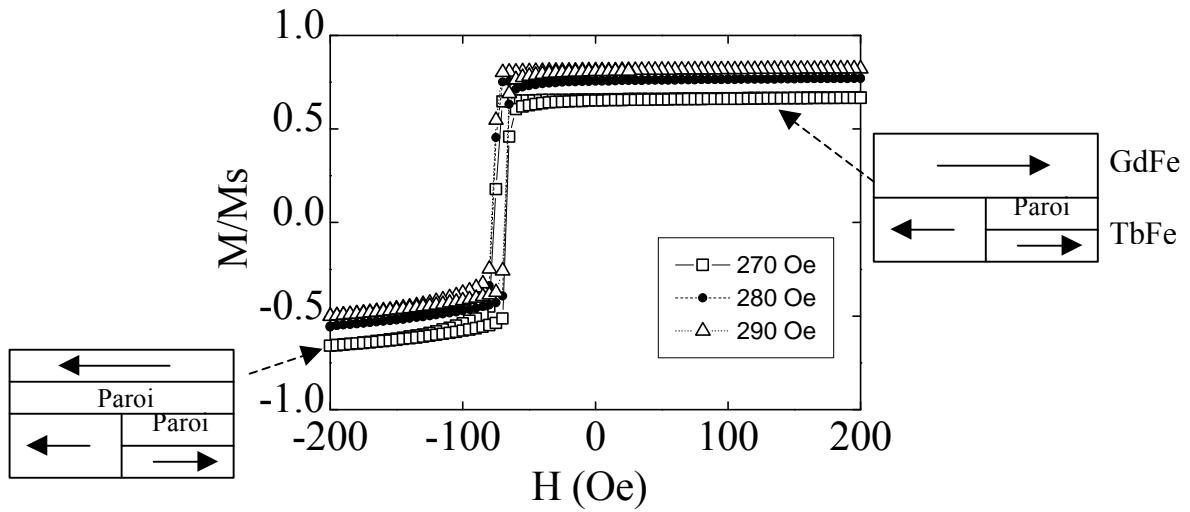


Figure III.35. Exemple de cycles  $M(H)$  mesurés à 5 K après refroidissement sous 200 Oe pour différentes concentrations de mélange  $AP^+/P^+$ , i.e. obtenus pour différentes valeurs de  $H'_x$  (indiquées en légende).

Pour expliquer ces comportements, la structure magnétique d'interface entre le GdFe et le TbFe doit être examinée avec attention. Pour des champs de refroidissement de 0 Oe, nous savons qu'il existe des domaines dans les deux couches, la taille des domaines au sein du GdFe ne devant pas excéder celle des domaines de TbFe (Figure III.34). Au contraire, dans le cas d'un mélange  $AP^+/P^+$ , il semble qu'il existe uniquement des domaines au sein du matériau TbFe. En effet, les résultats de mesures de résistance, présentés dans ce chapitre, montrent que, pour un champ de refroidissement de 200 Oe, dans le cas d'un état  $P^+$  non mélangé, une paroi magnétique à  $180^\circ$  est introduite majoritairement au sein du TbFe ; l'angle du dernier spin de TbFe à l'interface avec le GdFe fait alors un angle d'environ  $170^\circ$  par rapport aux champs positifs, i.e.  $\mathbf{q}_{TbFe}^i = 170^\circ$  [Hen06]. Cet angle est quasi-équivalent à celui obtenu dans l'état  $AP^+$  pour lequel l'aimantation de TbFe est gelée de manière uniforme et orientée à  $180^\circ$  des champs positifs, i.e.  $\mathbf{q}_{TbFe}^i = 180^\circ$  [Man03][Hau06][Hen06]. Par conséquent, seule l'aimantation de TbFe est scindée en différents domaines latéraux et, même s'il existe des domaines avec paroi et d'autres sans au sein du TbFe, un seul champ de décalage est observé. Ce résultat prouve que la valeur du décalage d'échange n'est reliée qu'à l'orientation du dernier moment de TbFe à l'interface indépendamment de la configuration magnétique gelée dans le volume de cette couche. Cette étude confirme bien les résultats des mesures d'anisotropie de magnétorésistance décrites précédemment.

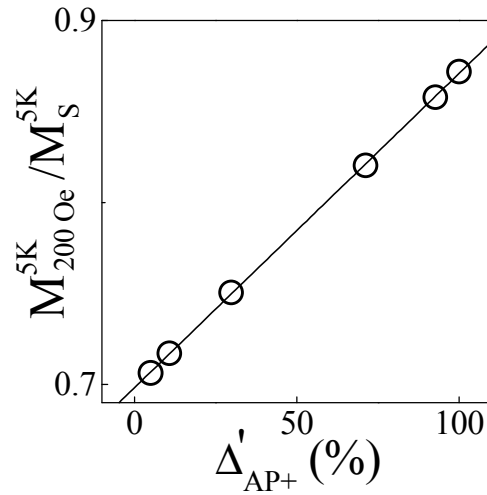


Figure III.36.  $M_{200 Oe}^{5K} / M_S^{5K}$  en fonction de la fraction d'aimantation dans le TbFe pointant dans la direction des champs négatifs  $\mathbf{D}'_{AP+}$ . Les barres d'erreur sont de taille inférieure au diamètre des symboles.

Grâce à la simulation micromagnétique, nous connaissons la valeur du champ de décalage attendue à 5 K pour cet échantillon en fonction de l'angle pris par le dernier moment de TbFe à l'interface de la bicouche :  $H_E(\mathbf{q}^i_{TbFe} = 180^\circ)$  vaut -75 Oe tandis que  $H_E(\mathbf{q}^i_{TbFe} = 170^\circ)$  vaut -68 Oe. La figure III.37 représente l'évolution de la valeur du champ de décalage subi par le cycle d'hystérésis unique observé après refroidissement sous 200 Oe en fonction de la quantité de domaines  $AP^+$ . Il est intéressant d'observer qu'en fonction de la concentration relative en état  $AP^+$  et  $P^+$ , la valeur de  $H_E$  semble passer continûment de -78 Oe à -80 Oe lorsque la quantité de domaines  $AP^+$  augmente. Même si ces variations sont de l'ordre de grandeur de la limite de précision du SQUID utilisé pour réaliser ces mesures, il semble donc possible que pour un refroidissement sous 200 Oe, la taille des domaines à l'intérieur du TbFe soit suffisamment petite par rapport aux domaines de GdFe pour que le champ d'échange  $H_E$  soit moyenné sur plusieurs domaines de TbFe.

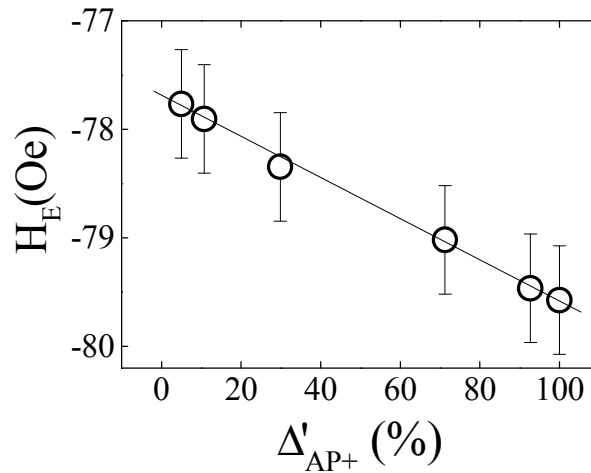


Figure III.37. Champ de décalage d'échange  $H_E$  pour  $H_{cf} = 200$  Oe en fonction de la fraction d'aimantation de TbFe pointant dans la direction des champs négatifs  $\mathbf{D}'_{AP+}$ . La ligne continue est un guide visuel.

*En conclusion de cette étude, il est possible de créer des domaines latéraux au sein de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) /  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm) à température ambiante. Après refroidissement à 5K, une nouvelle forme de cycle est obtenue contenant un double saut d'aimantation (cas d'un mélange  $AP^+/AP^-$ ) prouvant le gel de la configuration en domaines au sein de la couche de TbFe. L'existence de ce double saut montre également que chacun de ces domaines gelés se comporte de manière indépendante et produit son propre décalage en champ. Dans le cas d'un mélange  $AP^+/P^+$ , un seul saut est observé ; de plus le décalage en champ de ce cycle semble évoluer en fonction de la concentration relative des deux domaines. De manière plus générale, ces résultats montrent qu'il faut tenir compte à la fois de l'influence de domaines latéraux [Mal88] et d'une modulation d'aimantation en profondeur [Mau87] pour expliquer l'ensemble des propriétés de décalage d'échange dans des systèmes tels que  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ .*

### III.2) Effets de traînage magnétique

Nous avons déjà noté, dans notre étude de l'anisotropie de magnéto-résistance sur la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ , que les propriétés de décalage d'échange ( $H_E$ ,  $H_C$ ) peuvent varier lorsqu'on réalise plusieurs cycles de champ successifs immédiatement après refroidissement sous champ. Cet effet a été observé dans un grand nombre de systèmes couplés par échange [Nog99]. Nous le nommerons traînage magnétique. Nous ne sommes pas sans savoir que le mot traînage fait souvent référence à une évolution avec le temps [Nee78]. Ce n'est pas le cas ici dans notre définition le traînage magnétique concerne l'évolution de la courbe d'aimantation en fonction du champ et du nombre de cycles réalisés. Nous utiliserons ce terme de « traînage » en relation avec le terme de « training effect » généralement utilisé pour les études de ce phénomène [Hoc02][Kel02]. Après la notion de traînage magnétique, d'autres termes doivent être précisés, en effet : si l'évolution de l'aimantation en fonction du champ est *réversible* cela implique qu'il n'y a pas de phénomène hystérétique. S'il y a une ouverture du cycle d'hystérésis nous avons affaire à un phénomène *irréversible*. Si maintenant nous observons un phénomène de *traînage* le phénomène est également irréversible mais menant à une évolution des cycles d'hystérésis successifs; n'ayant pas trouvé de mot pour décrire cela nous dirons que le phénomène est *traînant*. Nous avons abordé ce problème de vocabulaire avec quelques membres de la communauté du magnétisme mais aussi avec les communautés s'intéressant au vieillissement et nous n'avons pas pu trouver un terme plus adéquat.

Diverses techniques ont été utilisées pour suivre les modifications magnétiques de bicouches AF/FM dues à cet effet de traînage magnétique: mesures macroscopiques d'aimantation [Hoc02][Kel02], d'AMR [Pin04], réflexion de neutrons polarisés [Vel00] ou des mesures MFM [Liu03]. La diminution de la valeur de  $H_E$ , généralement accompagnée d'une diminution de  $H_C$ , constitue la conséquence majeure du traînage magnétique dans des structures constituées d'une couche ferromagnétique couplée ferromagnétiquement à une couche antiferromagnétique [Kri02][Ali03][Hoc02]. L'amplitude de l'effet semble dépendre de la température, augmentant lorsque la température augmente [Wee04a]. Tous les travaux cités précédemment tendent à montrer que le traînage magnétique provient de réorganisations partielles et irréversibles de la configuration magnétique du matériau AF lors des cycles successifs de champ [Now02][Hof04]. L'augmentation de l'amplitude de l'effet pour des épaisseurs fines de la couche AF semble confirmer cette hypothèse [Hun00][Lai96]. Toutefois, malgré de nombreuses études sur la question, aucune visualisation directe de telles

réorganisations dans la couche AF n'a été jusqu'alors obtenue et leur cause exacte n'est toujours pas clairement définie. De plus, dans le cas de bicouches donnant lieu à des champs d'échange positifs, typiquement  $\text{FeF}_2/\text{Fe}$ , aucun effet de ce type n'a jamais été mesuré [Fit02].

Dans cette partie, nous allons nous intéresser aux causes et aux paramètres influençant les effets de traînage magnétique dans le système  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (100 nm)/  $\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  (50 nm). Dans un premier temps, nous présenterons les caractéristiques de l'effet dans la bicouche  $\text{GdFe}/\text{TbFe}$  et ainsi que ses dépendances vis-à-vis du champ de refroidissement ou de la température de mesure. Grâce à des mesures RNP, nous tenterons ensuite de relier ces propriétés particulières aux évolutions de configurations magnétiques adoptées par la bicouche. Des modifications magnétiques irréversibles et *traînantes* au sein de la couche de  $\text{TbFe}$  seront visualisées, les processus qui en sont la cause et l'effet de l'activation thermique seront discutés.

### III.2.a] Premières observations expérimentales et dépendances

La figure III.38 présente deux cycles d'hystérésis successifs du système  $\text{GdFe}/\text{TbFe}$  (entre  $\pm 200$  Oe), obtenus à 15 K, après refroidissement sous 200 Oe et sous 7 kOe. Les deux cycles obtenus pour  $H_{cf} = 200$  Oe sont identiques ; en revanche, dans l'autre cas, il y a une nette évolution de  $H_E$  et de  $H_C$  entre le premier et second cycle. On peut noter que, dans ce dernier cas, seule la branche descendante du cycle est différente entre les deux cycles. Une diminution de la valeur d'aimantation à 200 Oe est également observée entre le premier cycle et le second. Dans le système  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$ , le traînage magnétique possède donc deux particularités par rapport aux résultats obtenus dans d'autres systèmes : 1) il dépend de la valeur du champ de refroidissement ; 2) il agit de telle manière à faire augmenter  $H_E$  vers la valeur de décalage d'échange maximum positive  $H_E^{max}$ .

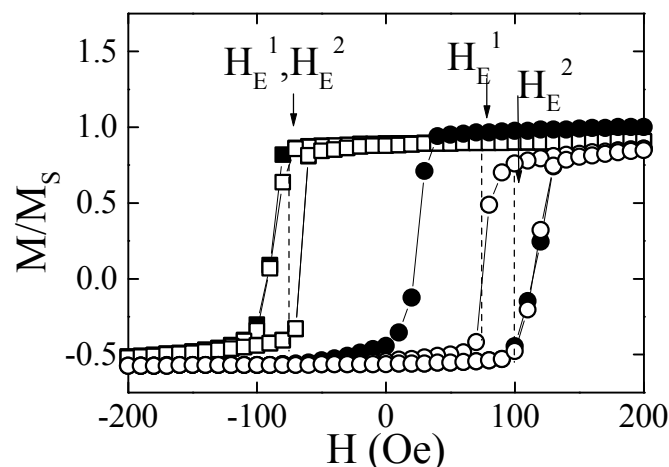


Figure III.38. Aimantation normalisée en fonction du champ appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie du  $\text{GdFe}$  à 15 K après refroidissement sous  $H_{cf} = 200$  Oe (symboles carrés) et sous  $H_{cf} = 7$  kOe (symboles ronds). Deux cycles d'hystérésis successifs sont représentés. Pour les deux  $H_{cf}$ , le premier (resp. second) cycle correspond aux symboles pleins (resp. vides).  $H_E^1$  et  $H_E^2$  correspondent aux champs de décalage du premier et du second cycle.

### Dépendance vis-à-vis du champ de refroidissement

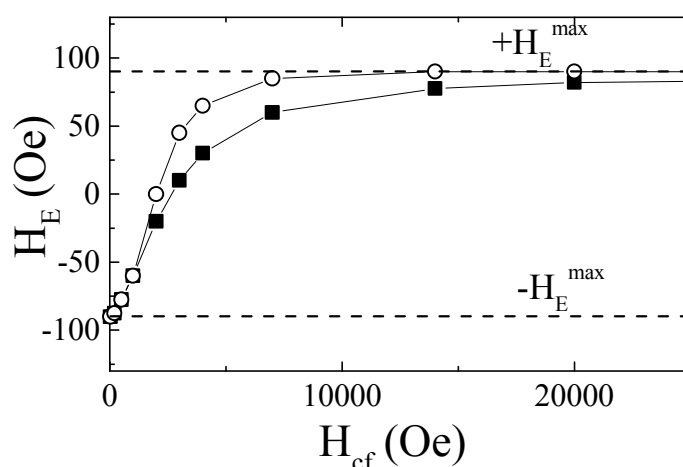


Figure III.39. Evolution des champs de décalage  $H_E^1$  du premier cycle d'hystérésis de GdFe (symboles pleins) et  $H_E^2$  du second cycle d'hystérésis (symboles vides) obtenus à 15 K en fonction de la valeur du champ de refroidissement  $H_{cf}$ .

Comme nous venons de le voir, le traînage magnétique n'apparaît que pour certaines valeurs de champ de refroidissement ; pour  $H_{cf} = 7$  kOe, ce phénomène a été observé, tandis que dans le cas de  $H_{cf} = 200$  Oe, il ne l'a pas été. La figure III.39 permet de généraliser la dépendance du traînage vis-à-vis de  $H_{cf}$  grâce à une comparaison plus générale entre les valeurs de décalage d'échange  $H_E^1$  et  $H_E^2$ , (où  $H_E^1$  est le champ d'échange obtenu après le 1<sup>er</sup> cycle et  $H_E^2$  est le champ d'échange obtenu après le 2<sup>ème</sup> cycle) caractéristiques du premier et du second cycle, en fonction du champ de refroidissement. A 15 K, le traînage magnétique augmente lorsque  $H_{cf}$  augmente (Figure III.39). Pour les forts champs de refroidissement, on observe une saturation de  $H_E^2$ , qui signifie que l'état de décalage d'échange maximum est atteint. Le traînage magnétique dans le système GdFe/TbFe tend donc à faire tendre  $H_E$  vers sa valeur maximale positive tandis que, dans les systèmes AF/FM couramment étudiés, cet effet tend à diminuer progressivement la valeur de  $H_E$  jusqu'à l'annuler [Ali03][Hoc02].

### Effet de la température sur le traînage magnétique

Voyons à présent l'influence de la température sur les effets de traînage. Les mesures d'aimantation réalisées à 50 K (Figure III.40) prouvent que les propriétés de décalage d'échange de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60} / Tb_{12}Fe_{88}$  obtenues à cette température sont similaires à celles obtenues à 5 K ou 15 K. La figure III.40a représente l'évolution de  $H_E$  en fonction de  $H_{cf}$  mesurée à 50 K après plusieurs cycles successifs (cycles réalisés dans le but de s'affranchir de l'effet de traînage).

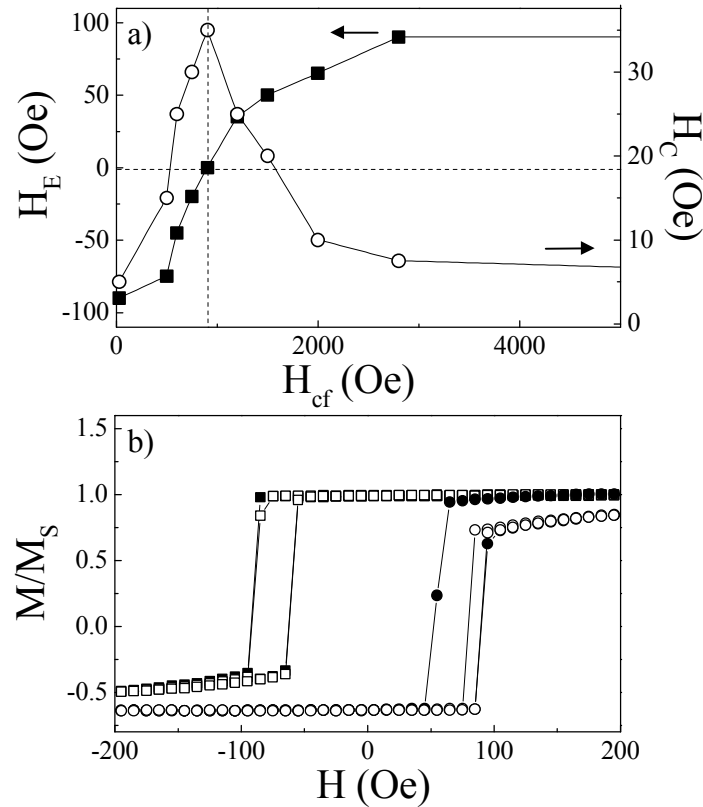


Figure III.40. a) Evolution du champ de décalage  $H_E$  (carrés) et du champ coercitif  $H_C$  (ronds) des cycles d'hystérésis du GdFe, mesurés après 5 cycles successifs à 50 K, en fonction du champ de refroidissement  $H_{cf}$ . b) Aimantation normalisée en fonction du champ appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie du GdFe à 50 K après refroidissement sous  $H_{cf} = 500$  Oe (symboles carrés) et sous  $H_{cf} = 20$  kOe (symboles ronds). Deux cycles d'hystérésis successifs sont représentés. Pour les deux  $H_{cf}$ , le premier (resp. second) cycle correspond aux symboles pleins (resp. vides).

Pour les faibles champs de refroidissement, le cycle d'hystérésis de la couche de GdFe est décalé vers les champs négatifs ; lorsque la valeur de  $H_{cf}$  augmente, on observe une transition de  $H_E$  de négatif à positif. On peut noter que les valeurs de champ d'échange maximum sont quasiment égales à celles obtenues à plus basse température sur cet échantillon ;  $|H_E^{max}| = 90$  Oe. Enfin, les évolutions de la coercitivité (Figure III.40a) et du décalage en aimantation (non-représenté) en fonction de  $H_{cf}$  sont également identiques à celles mesurées pour des températures inférieures à 20 K. La coercitivité présente une évolution non monotone avec un maximum lorsque  $H_E$  est nul ; le décalage en aimantation augmente lorsque  $H_{cf}$  augmente avec une saturation pour  $H_{cf} > 4$  kOe. La figure III.40b, représentant deux cycles mesurés successivement à 50 K après refroidissement sous 500 Oe et 20 kOe, prouve l'existence d'effet de traînage à cette température. Comme à 15 K, pour des champs de refroidissement faible (500 Oe), aucun effet de traînage n'apparaît puis, pour des valeurs de  $H_{cf}$  plus fortes (20 kOe), on observe une différence flagrante entre les champs de décalage  $H_E$  et les champs coercitifs  $H_C$  du premier et du deuxième cycle d'hystérésis de GdFe mesurés successivement. Les propriétés de décalage d'échange et de trainage magnétique mesurées à 50 K sont donc qualitativement très similaires à celles obtenues à 5 K ou 15 K.

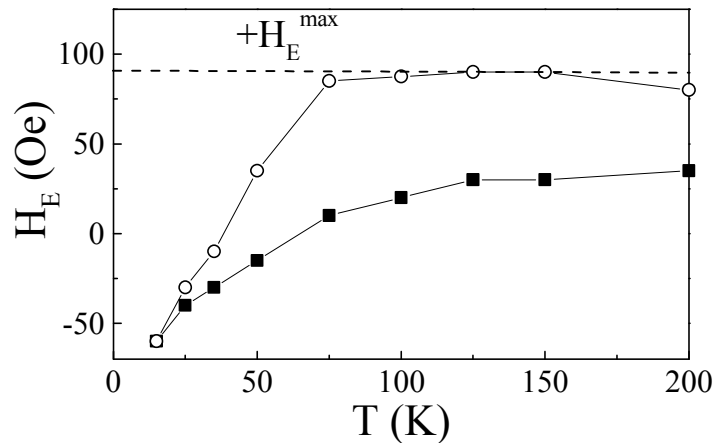


Figure III.41. Evolution des champs de décalage  $H_E^1$  du premier cycle d'hystérésis de GdFe (symboles pleins) et  $H_E^2$  du second cycle d'hystérésis (symboles vides) obtenus après refroidissement sous  $H_{cf} = 1$  kOe en fonction de la température de mesure.

La figure III.41 fait la synthèse des valeurs de  $H_E$  du premier et du second cycle ( $H_E^1$  et  $H_E^2$ ), en fonction de la température pour un même champ de refroidissement de 1 kOe. On observe en fonction de la température, comme nous l'avons observé en fonction du champ de refroidissement une transition d'une valeur négative de champ d'échange à une valeur positive. De plus, on observe une augmentation de  $H_E$  entre le premier et le second cycle, avec le même effet de saturation lorsque la valeur de décalage maximale est atteinte. La différence de décalage d'échange entre le premier et le second cycle augmente lorsque la température augmente. La température est donc un paramètre majeur sur les effets de traînage magnétique.

Nous venons de caractériser les dépendances du phénomène de traînage magnétique vis-à-vis du champ de refroidissement et vis-à-vis de la température de mesure dans le système GdFe/TbFe. Il nous faut désormais comprendre l'origine microscopique de ces variations de décalage d'échange. Dans les bicouches AF/FM, il est souvent supposé que les changements des propriétés de décalage d'échange avec le nombre de cycles de champ proviennent de modifications dans la configuration magnétique de la couche AF [Kri02][Kel02]. Dans le système GdFe/TbFe, il a été clairement prouvé précédemment que la valeur de  $H_E$  dépend de la configuration magnétique dans le TbFe et plus précisément de l'orientation de l'aimantation du dernier plan de moments à l'interface. Par conséquent, il semble raisonnable de penser que toute variation de  $H_E$  devrait être liée à un changement d'orientation de ces moments. Dans le but de connaître l'évolution des configurations magnétiques en fonction des cycles de champ, nous avons donc réalisé de nouvelles expériences de Réflectométrie de Neutrons Polarises à différents instants durant des cycles en champ successifs à basse température.

### III.2.b] Etude des effets de traînage magnétique par réflectométrie de neutrons polarisés

#### Etude RNP à 15 K

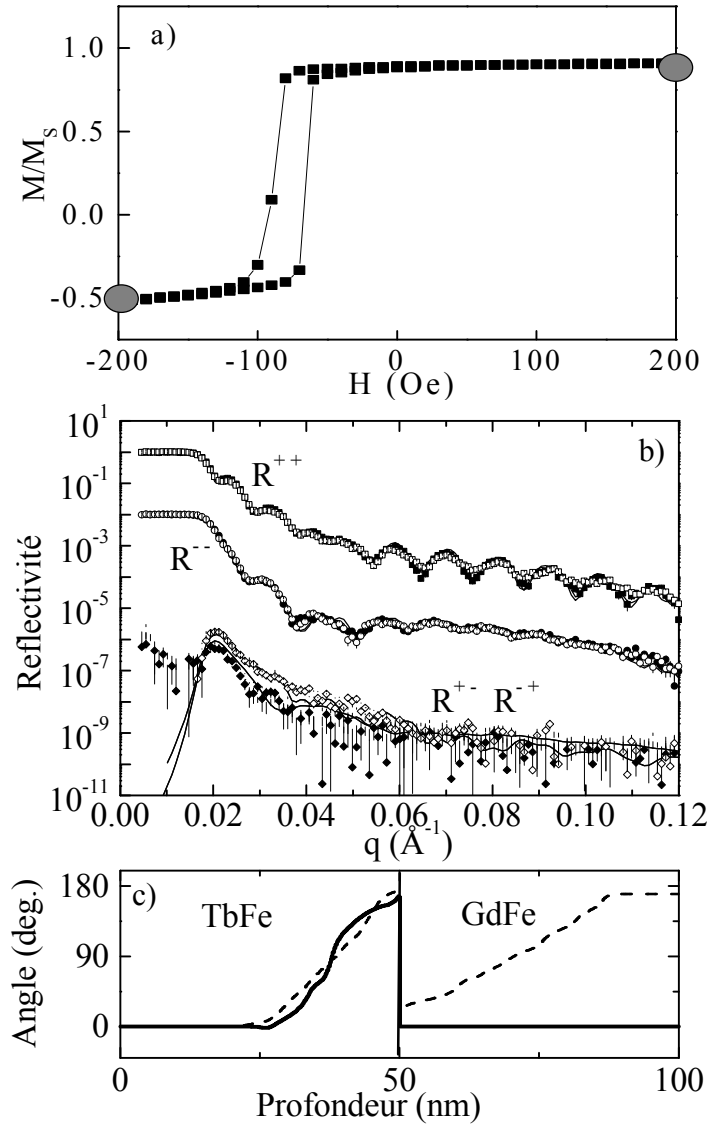


Figure III.42. a) Premier cycle d'hystérésis mesuré sur une bicouche GdFe/TbFe après refroidissement sous 200 Oe. Les gros points correspondent aux deux points de mesures RNP. b) Courbes de RNP obtenues après refroidissement sous  $H_{cf} = 200$  Oe jusqu'à 15 K et mesurées sous 200 Oe (symboles pleins) puis sous -200 Oe après renversement de l'aimantation du GdFe (symboles vides). c) Profils magnétiques déduits des fits (lignes continues superposées aux courbes expérimentales en (a)) pour  $H = +200$  Oe (ligne continue) et pour  $H = -200$  Oe (ligne discontinue). N'est représentée ici que la zone d'épaisseur autour de l'interface. Par souci de clarté, nous n'avons pas représenté les barres d'erreur sur les valeurs d'angle. L'amplitude de l'erreur est  $\pm 10^\circ$  dans le TbFe et augmente dans la profondeur de la couche de GdFe.

Nous avons précédemment prouvé le gel du TbFe pour divers champs de refroidissement  $H_{cf}$  (figure III.17), i.e. qu'après refroidissement sous un champ  $H_{cf}$  la configuration magnétique adoptée par l'aimantation du TbFe à 15 K est identique à la configuration adoptée à 300 K sous un champ  $H = H_{cf}$ . La figure III.42 reprend le cas d'un champ de refroidissement  $H_{cf} = 200$  Oe. La figure III.42b correspond aux courbes de réflectivité de neutrons obtenus à 200 Oe à 15 K (juste après refroidissement) comparées à celles obtenues sous -200 Oe (après avoir parcouru un demi-cycle). On voit que les deux groupes de courbes ( $R^{++}$ ,  $R^{--}$ ,  $R^{+-}$  et  $R^{-+}$ ) sont proches. La figure III.42c représente la configuration magnétique au sein de la bicouche



déduite des fits des courbes RNP. Une paroi de 35 nm d'épaisseur est observée à l'interface dans la couche pour les deux champs. Cette configuration gelée favorise un alignement des moments de GdFe parallèle aux champs positifs, du fait du couplage antiferromagnétique à l'interface. Par conséquent, lorsque le champ atteint  $-200$  Oe, une paroi se crée au sein de la couche de GdFe (Figure III.42c).

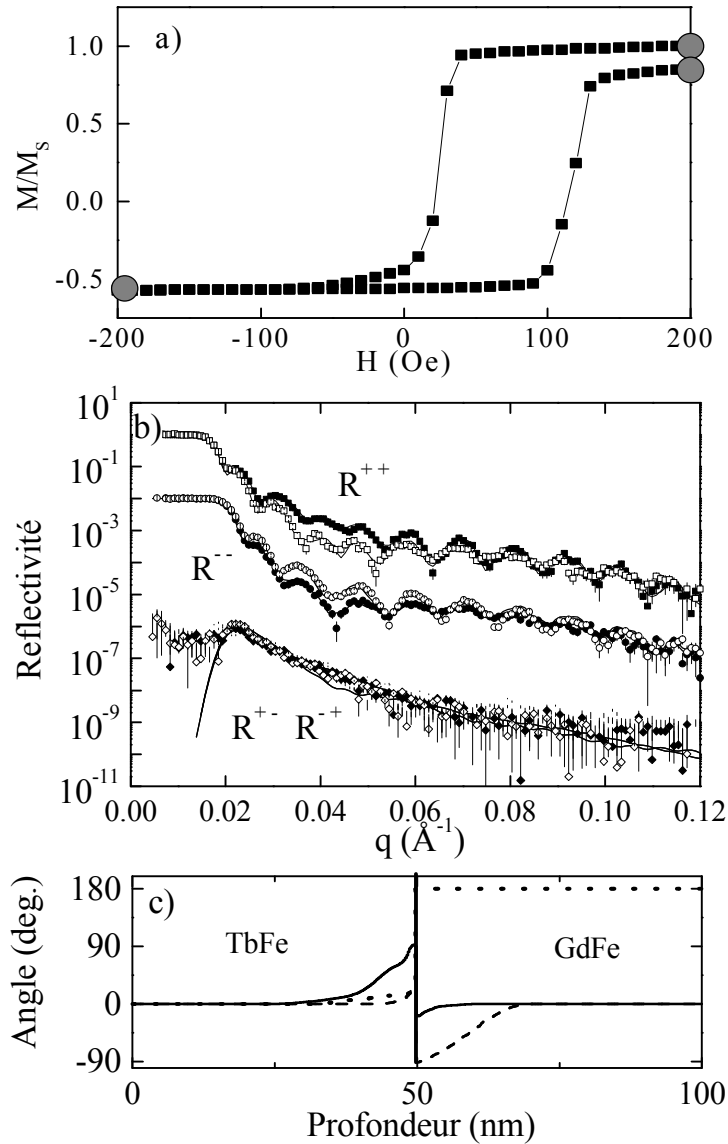


Figure III.43. a) Premier cycle d'hystérésis mesuré sur une bicouche GdFe/TbFe après refroidissement sous 7 kOe. Les gros points correspondent aux trois points de mesures NRP. b) Courbes de RNP obtenues après refroidissement sous 7 kOe jusqu'à 15 K et mesurées sous  $H = 200$  Oe avant (symboles pleins) et après (symboles vides) renversement du GdFe. c) Profils magnétiques déduits des fits (lignes continues superposées aux courbes expérimentales en (b)) des courbes RNP mesurées sous  $+200$  Oe avant renversement (trait continu),  $-200$  Oe (ligne en pointillés) et  $+200$  Oe après renversement (trait discontinu). Par souci de clarté, nous n'avons pas représenté les barres d'erreur sur les valeurs d'angle. L'amplitude de l'erreur est  $\pm 10^\circ$  dans le TbFe et augmente dans la profondeur de la couche de GdFe.

Nous pouvons remarquer les faibles modifications dans les courbes de réflectométrie engendrées par une variation de configuration dans le GdFe ; cette faible précision s'explique par l'absorption importante du gadolinium. Ces mesures montrent qu'aucune évolution notable de la configuration magnétique du TbFe n'est observée à 15 K lorsqu'on réalise plusieurs cycles de champ après refroidissement sous 200 Oe.

Le même type d'expériences a été mené après refroidissement sous 7 kOe. A 15 K, nous avons réalisé successivement des mesures RNP à +200 Oe, -200 Oe puis à nouveau à +200 Oe en restant à température constante de 15 K (Figure III.43a). La figure III.43b représente la comparaison entre les courbes RNP obtenues à 15 K à 200 Oe avant et après cycle en champ jusqu'à -200 Oe. Ces deux groupes de courbes sont complètement différents. Les fits des premières mesures à 200 Oe indiquent l'existence d'une paroi de 15 nm d'épaisseur à l'interface dans le TbFe (Figure III.43c) avec  $\mathbf{q}^i_{TbFe} = 70^\circ$ . Cependant, après renversement de l'aimantation du GdFe, pour un champ de -200 Oe, l'aimantation de TbFe tend à se réaligner colinéairement à l'axe des champs de manière à ce que les deux aimantations de TbFe et de GdFe soient antiparallèles (Figure III.43c). Par la suite, lorsque le champ est à nouveau augmenté jusqu'à +200 Oe, l'aimantation de TbFe reste uniformément dirigée vers les champs positifs, obligeant la formation d'une paroi magnétique au sein de la couche de GdFe pour satisfaire le couplage antiferromagnétique à l'interface.  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  vaut désormais  $0^\circ$ .

Ces mesures de RNP montrent que les moments de TbFe sont bloqués lors du refroidissement sous champ de 300 K à 15 K, dans un état métastable dont la stabilité est fonction du champ de refroidissement. Pour  $H_{cf} = 200$  Oe, la paroi magnétique présente au sein du TbFe à 15 K n'est pas altérée par les cycles en champ. Il n'y a pas d'effet de traînage magnétique (Figure III.38). En revanche, pour  $H_{cf} = 7$  kOe, la paroi magnétique comprimée à l'interface dans le TbFe subit des mouvements irréversibles lorsque le champ passe de 200 Oe à -200 Oe. Ces évolutions dans le TbFe lors du premier cycle en champ génère une nouvelle configuration magnétique dans laquelle les moments de TbFe sont uniformément orientés parallèlement à la direction des champs positifs. L'angle  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  a donc subi une rotation de  $70^\circ$  à  $0^\circ$ . Or, il est le paramètre déterminant la valeur de  $H_E$ , par conséquent, lorsqu'on réalise un second cycle de champ, le cycle d'hystérésis obtenu est caractérisé par une nouvelle valeur de  $H_E$  en l'occurrence maximum positive puisque  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  vaut  $0^\circ$  (Figure III.38).

### **Etude RNP en fonction de la température**

Nous avons d'ores et déjà montré que le refroidissement sous champ permettait de geler la même configuration magnétique dans le TbFe quelle que soit la température de mesure. Toutefois, une variation de décalage d'échange dont l'amplitude augmente avec la température a également été observée (Figure III.41). Afin d'étudier l'effet de la température sur le phénomène de traînage magnétique, des mesures RNP effectuées sous 200 Oe immédiatement après refroidissement sous  $H_{cf} = 1$  kOe, ont été comparées à celles obtenues pour un champ  $H = 200$  Oe après 3 cycles en champ (toujours entre 200 Oe et -200 Oe) à différentes températures. L'application de trois cycles successifs en champ avant la seconde mesure RNP nous permet de nous assurer d'être dans un état qui ne peut pas évoluer davantage quelle que soit la température. La figure III.44a présente les courbes RNP obtenues avant et après les cycles de champ à 15 K après refroidissement de l'échantillon sous  $H_{cf} = 1$  kOe. Les deux groupes de courbes ( $R^{++}$ ,  $R^-$ ,  $R^+$ ,  $R^{-+}$ ) sont quasi-identiques. Les configurations magnétiques déduites des fits montrent que la configuration magnétique au

sein de la bicouche n'a pas évolué entre la première mesure à 200 Oe (immédiatement après refroidissement) et la même mesure à 200 Oe mais après plusieurs cycles de champ (Figure III.44b). La configuration magnétique, présente au sein du TbFe lors du dernier cycle est une paroi magnétique dont le dernier moment à l'interface fait un angle  $q^i_{TbFe} = 150^\circ$  avec la direction des champs positifs.

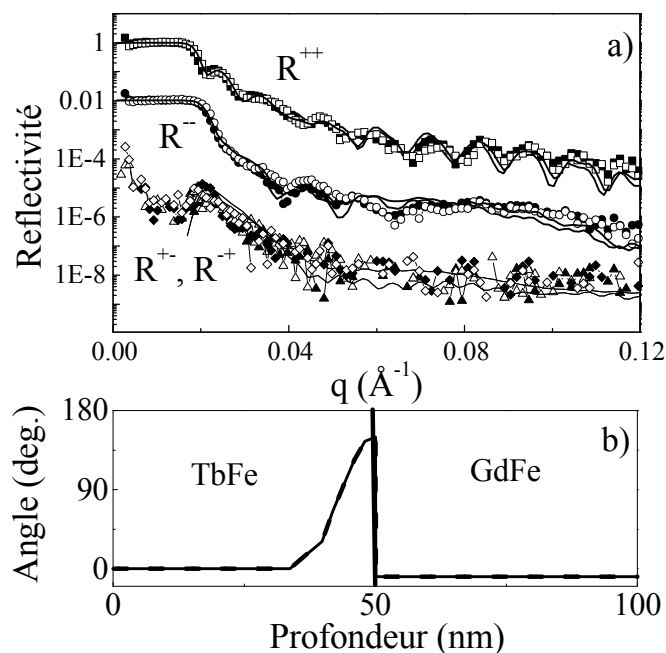


Figure III.44. a) Courbes de RNP obtenues après refroidissement sous 1 kOe jusqu'à 15 K et mesurées sous  $H = 200$  Oe avant (symboles pleins) le premier renversement du GdFe et après 3 cycles de champ entre 200 Oe et  $-200$  Oe (symboles vides). Les lignes continues sont les fits donnant b) Profils magnétiques déduits des fits (lignes continues superposées aux courbes expérimentales en (a)) des courbes RNP mesurées sous 200 Oe avant renversement (trait continu) et 200 Oe après 3 cycles de champ entre 200 Oe et  $-200$  Oe (trait discontinu). Par souci de clarté, nous n'avons pas représenté les barres d'erreur sur les valeurs d'angle. L'amplitude de l'erreur est  $\pm 10^\circ$  dans le TbFe et augmente dans la profondeur de la couche de GdFe.

La même procédure a été utilisée à 50 K et à 100 K. La figure III.45a présente une comparaison entre les résultats des première et seconde mesures obtenues à 100 K. Contrairement à l'exemple précédent (15 K,  $H_{cf} = 1$  kOe), une nette différence est observée entre les deux groupes de courbes, preuves de fortes modifications de la configuration magnétique de la bicouche. La figure III.45b donne les configurations magnétiques déduites des fits NRP de ces courbes. Il apparaît que, durant les cycles en champ, la paroi magnétique gelée dans le TbFe s'est relaxée vers un nouvel état dont l'aimantation pointe quasi-uniformément vers les champs positifs avec  $q^i_{TbFe} = 20^\circ$ . Et, pour satisfaire la compétition entre l'influence du champ externe et le couplage antiferromagnétique d'interface, une paroi est alors créée au sein de la couche de GdFe.

Alors que la configuration gelée au sein du TbFe lors du refroidissement est la même pour toutes les températures testées, il semble que la température permette un plus grand changement de configuration à 100 K qu'à 15 K lors de cycles de champ successifs.

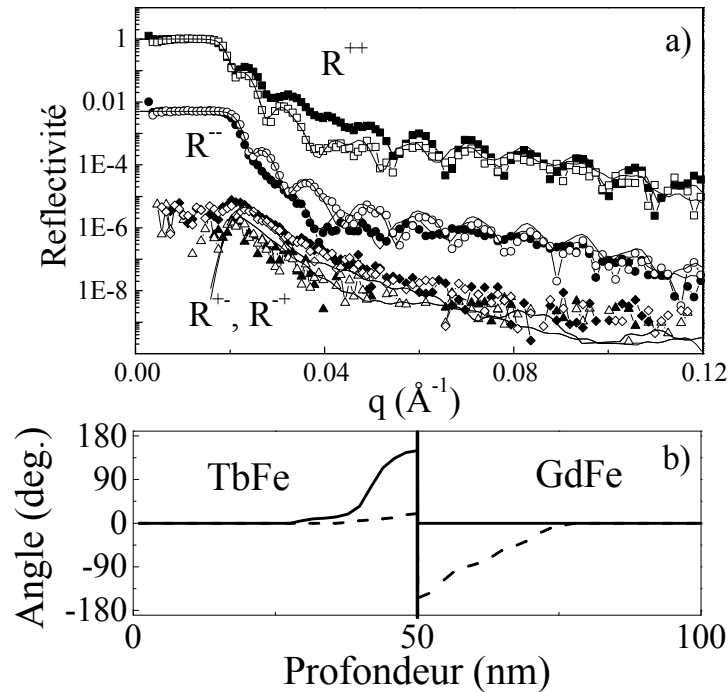


Figure III.45. a) Courbes de RNP obtenues après refroidissement sous 1 kOe jusqu'à 100 K et mesurées sous  $H=200$  Oe avant (symboles pleins) le premier renversement du GdFe et après 3 cycles de champ entre 200 Oe et -200 Oe (symboles vides). b) Profils magnétiques déduits des fits (lignes continues superposées aux courbes expérimentales en (a)) des courbes RNP mesurées sous 200 Oe avant renversement (trait continu) et 200 Oe après 3 cycles de champ entre 200 Oe et -200 Oe (trait discontinu). Par souci de clarté, nous n'avons pas représenté les barres d'erreur sur les valeurs d'angle. L'amplitude de l'erreur est  $\pm 10^\circ$  dans le TbFe et augmente dans la profondeur de la couche de GdFe.

Les figures III.46a et III.46b rassemblent les informations obtenues grâce à nos expériences de reflectométrie de neutrons polarisés concernant l'influence de l'activation thermique sur les phénomènes de couplage d'échange. Nous avons dans un premier temps démontré que la configuration magnétique gelée après refroidissement sous champ donné, en l'occurrence 1 kOe, est identique (Figure III.46a) quelle que soit la température à laquelle on refroidit l'échantillon ( pour  $T$  toujours inférieure à  $T_{\text{blocage}}$ ). La figure III.46b représente les configurations magnétiques atteintes après relaxation, réalisée grâce à trois cycles en champ, d'une paroi magnétique obtenue après refroidissement sous 1 kOe jusqu'à 15 K, 50 K et 100 K. A 15 K, la configuration magnétique au sein du TbFe n'a pas évolué ; en revanche, à 50 K, la paroi s'est partiellement relaxée. Il apparaît alors un nouvel état dans lequel il existe une paroi dans le TbFe et dans le GdFe. L'angle du dernier moment de TbFe à l'interface par rapport aux champs positifs est devenu :  $\mathbf{q}^i_{\text{TbFe}} = 80^\circ$ . Enfin, pour une température de 100 K, la paroi magnétique initialement gelée dans le TbFe tend à se relaxer quasi-intégralement ; la nouvelle configuration magnétique de la bicouche contient alors une aimantation presque

uniforme dans le TbFe et donc la création d'une paroi dans le GdFe pour satisfaire le couplage antiferromagnétique à l'interface.

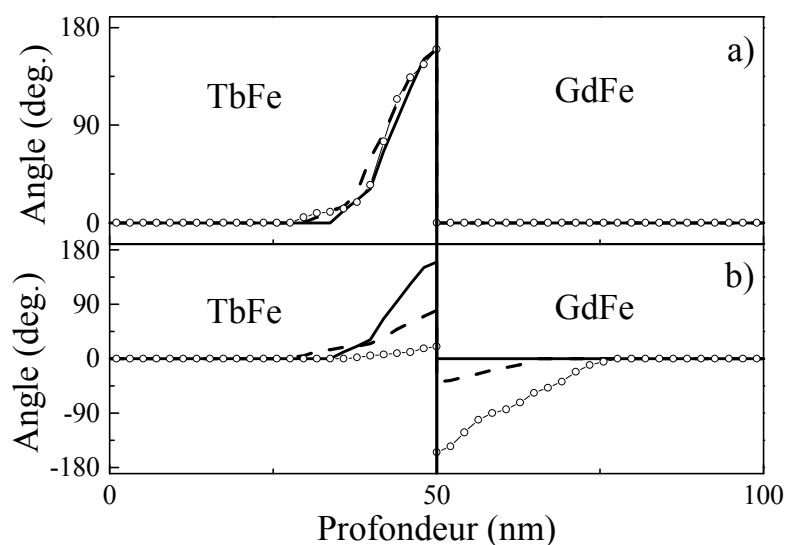


Figure III.46. a) Profils magnétiques déduits des fits des courbes RNP mesurées sous 200 Oe avant le premier renversement du GdFe à 15K (trait continu), 50 K (trait discontinu) et 100 K (ronds vides). b) Profils magnétiques déduits des fits des courbes RNP mesurées sous 200 Oe après 3 cycles de champ entre 200 Oe et -200 Oe à 15K (trait continu), 50 K (trait discontinu) et 100 K (ronds vides). Par souci de clarté, nous n'avons pas représenté les barres d'erreur sur les valeurs d'angle. L'amplitude de l'erreur est  $\pm 10^\circ$  dans le TbFe et augmente dans la profondeur de la couche de GdFe.

### III.2.c] Discussion sur l'origine des effets de traînage magnétique

Les résultats de nos mesures de réflexion de neutrons polarisés confirment la thèse selon laquelle le traînage magnétique provient de modifications de la configuration de la couche bloquante, dans notre cas le TbFe. En effet, à chaque changement irréversible de configuration observé durant les cycles, il est possible de lier une variation de décalage d'échange. Nous allons essayer dans ce qui suit de comprendre quelle est l'origine de ces réorientations.

Avant cela, il est important de remarquer que le changement de la configuration de TbFe est initié durant le premier cycle dès lors que le champ atteint -200 Oe. Par conséquent, la branche d'aimantation ascendante « -200 à 200 Oe » doit être décorrélée de la branche descendante « 200 à -200 Oe » et il n'est donc plus possible de définir une valeur de  $H_E$  ou de  $H_C$  tant que deux cycles successifs ne sont pas identiques. Pour caractériser les premiers cycles, il est alors plus juste d'utiliser la valeur du champ du premier retournement du GdFe, représenté sur la figure III.47a. Cette remarque explique un problème important survenu dans la modélisation des résultats de Mangin et al. [Man03]. La courbe III.6a, présentée au début de ce chapitre, montre que la simulation est en bon accord uniquement avec les champs de premier renversement du GdFe mais pêche dans l'explication de la valeur du second renversement. Ces valeurs ont été obtenues sur la première courbe d'hystérésis mesurée après refroidissement. On ne pourra donc dans la suite considérer une valeur exacte de  $H_E$  ou de  $H_C$ .

que lorsque la configuration magnétique au sein du TbFe n'évolue plus de manière irréversible avec les cycles en champ. Cet état est en général atteint à la fin du premier cycle en champ, tout du moins à des températures inférieures à 15 K au bout de trois cycles pour des températures supérieures.

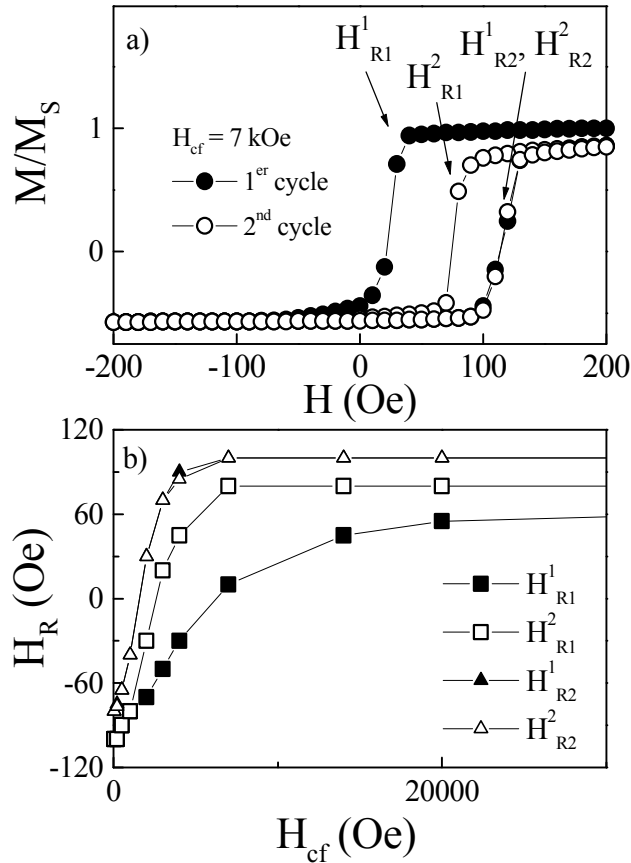


Figure III.47. a) Aimantation normalisée en fonction du champ appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie du GdFe à 15 K après refroidissement sous  $H_{cf} = 7$  kOe. Deux cycles d'hystérésis successifs sont représentés. Le premier (resp. second) cycle correspond aux symboles pleins (resp. vides).  $H^1_{R1}$  et  $H^1_{R2}$  sont les champs de renversement de la branche descendante et ascendante du premier cycle.  $H^2_{R1}$  et  $H^2_{R2}$  sont les champs de renversement de la branche descendante et ascendante du second cycle. b) Evolution des champs  $H^1_{R1}$  (carrés pleins),  $H^1_{R2}$  (triangle pleins),  $H^2_{R1}$  (carrés vides) et  $H^2_{R2}$  (triangles vides) obtenus à 15 K en fonction de la valeur du champ de refroidissement  $H_{cf}$ .

Nous sommes désormais obligés de discuter les cycles d'hystérésis en terme de champ de retournement. Sur la figure III.47a sont définies les valeurs  $H^m_{R1}$  et  $H^m_{R2}$  qui correspondent respectivement au champ de renversement des branches descendante et ascendante du  $n^{ième}$  cycle mesuré après refroidissement. La figure III.47b représente l'évolution de  $H^1_{R1}$ ,  $H^1_{R2}$ ,  $H^2_{R1}$  et  $H^2_{R2}$  en fonction du champ de refroidissement  $H_{cf}$  obtenue après refroidissement jusqu'à 15 K. Il apparaît que  $H^1_{R2} \sim H^2_{R2}$  quel que soit  $H_{cf}$ , tandis qu'il existe une différence notable entre  $H^1_{R1}$  et  $H^2_{R1}$ . Cela prouve : 1) d'une part que la branche ascendante du premier cycle est déjà caractéristique de l'état après traînage. 2) D'autre part, à 15 K, la configuration magnétique adoptée par la couche de TbFe n'évolue plus (ou quasiment plus) au cours des

cycles suivant le premier. 3) Enfin cet état n'est pas forcément l'état de décalage d'échange maximum. Pour comprendre l'évolution de l'intensité des mouvements *trainisant* au sein du TbFe en fonction de la valeur de  $H_{cf}$ , nous nous sommes intéressés aux énergies des configurations magnétiques adoptées par cette couche à basse température après refroidissement sous champ. Nous avons déjà plusieurs fois montré que le refroidissement sous un champ  $H_{cf}$  permet de bloquer la configuration magnétique adoptée par le TbFe à 300 K sous  $H = H_{cf}$  à basse température. Nous avons également vu que cette configuration est, pour des valeurs de  $H_{cf}$  supérieures à 200 Oe, une paroi dont l'épaisseur diminue lorsque  $H_{cf}$  augmente.

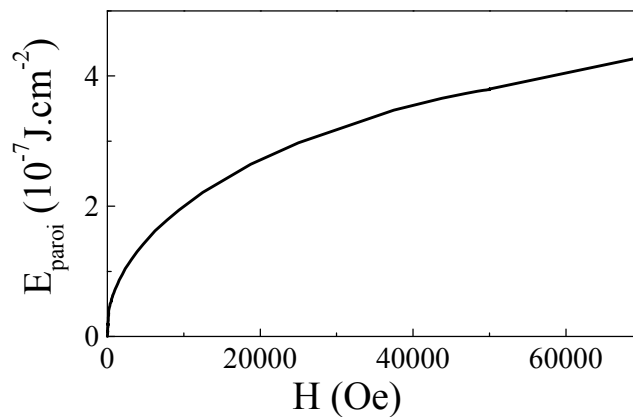


Figure III.48. Energie de la paroi magnétique, contenue à l'interface d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm)/  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm), à 300 K, calculée à l'aide de la simulation micromagnétique, en fonction de l'intensité du champ magnétique.

On peut considérer que, à basse température, le TbFe est dans un état frustré. En effet, le gel est lié à la forte augmentation de l'anisotropie du TbFe à basse température provenant de l'anisotropie locale sur chaque atome de Tb. Cette dernière est localement uniaxiale mais, du fait de l'amorphicité de l'alliage, est aléatoire de site de Tb en site de Tb (cf. Chapitre II). Par conséquent, à 300 K sous champ nul, un film mince de TbFe possède un grand nombre de configurations magnétiques énergétiquement équivalentes séparées entre elles par une série de barrières d'énergie [Coe78][Moo84]. Si l'alliage TbFe est couplé à une autre couche magnétique (e.g. GdFe) et qu'on applique un champ magnétique, à 300 K, la configuration avec une paroi magnétique peut devenir la plus stable du fait de la compétition entre les énergies Zeeman, d'échange, de couplage d'interface et d'anisotropie. Dans ce cas, lorsqu'on refroidit la bicouche, la forte augmentation d'anisotropie locale n'affecte pas cette configuration puisque l'anisotropie aléatoire ne détermine pas de directions macroscopiques privilégiées. En revanche, la hauteur de barrières d'énergie séparant les différentes configurations possibles du TbFe augmente fortement et sont alors de plusieurs ordres de grandeurs supérieure à l'énergie Zeeman dans la gamme de champs que nous appliquons à basse température [Coe78][Moo84]; ceci entraîne le blocage de l'aimantation dans une configuration définie par les conditions de refroidissement et ainsi, bien que cette configuration ne soit plus la plus stable lorsque l'intensité du champ magnétique externe varie, celle-ci persiste.

A champ nul, l'énergie absolue de cette configuration gelée est alors dirigée majoritairement par le couplage d'échange au sein de la couche de TbFe. On peut noter que plus le champ de refroidissement est grand plus la paroi à l'intérieur du TbFe est comprimée et donc plus son énergie, et en particulier son énergie d'échange, est grande. La figure III.48 représente l'évolution de l'énergie, calculée à l'aide de la simulation micromagnétique, de la paroi créée à l'interface d'une bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> (100 nm)/ Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub> (50 nm) en fonction de l'intensité du champ à 300 K. Il semble donc raisonnable de penser que plus l'énergie de la paroi gelée dans le TbFe à basse température augmente, plus sa stabilité va diminuer, i.e. plus sa tendance à se relaxer vers une configuration magnétique uniforme va croître. Ce raisonnement tend à montrer que le traînage magnétique est dû à la relaxation de la paroi magnétique, gelée au sein du TbFe dans un état métastable vers un état stable ou métastable de plus basse énergie [Hau06]. Des conclusions similaires ont été faites récemment dans le cas d'une tricouche CoPtCrB/Ru/CoCr [Bin06] et une bicouche CoFe/IrMn [Moy06].

Cette explication peut de plus être appliquée aux systèmes AF/FM dans lesquels le traînage magnétique semble toujours diminuer la valeur de  $H_E$ . Faisons l'hypothèse que l'origine de ce phénomène est une relaxation d'un état frustré vers un état de plus basse énergie. L'état de plus basse énergie d'un matériau antiferromagnétique parfait est un état d'aimantation nulle, i.e. un état totalement compensé. Or nous avons montré au chapitre I que le décalage d'échange n'apparaît, sauf cas particuliers, que pour une interface non compensée et est nulle dans le cas contraire [Kuc06]. Par conséquent, lorsque la couche AF se relaxe vers son état le plus stable, le nombre de spins non compensés doit tendre à diminuer et par conséquent la valeur  $H_E$  de décalage d'échange diminue. A notre connaissance aucun résultat de la littérature ne va à l'encontre de cette hypothèse. L'absence de traînage magnétique dans les bicouches FeF<sub>2</sub>/Fe peut s'expliquer par l'incapacité du système à passer d'un état magnétique à un autre. On comprend assez bien que si l'énergie d'anisotropie contrôlant la configuration magnétique à basse température est très largement supérieure à l'énergie de couplage d'échange, alors le système ne peut plus changer d'état magnétique [Hof04].

Dans la suite, nous allons tenter de déterminer les mécanismes qui permettent à la configuration magnétique de TbFe de se relaxer. Nous étudierons successivement le rôle du renversement de l'aimantation de la couche de GdFe et l'influence de l'activation thermique.

### III.2.d] Mécanismes déclenchant l'effet de traînage magnétique

#### **Effet du renversement du GdFe**

Pour observer l'effet du retournement d'aimantation de la couche de Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> sur le traînage magnétique, nous avons choisi d'étudier le cas de  $H_{cf} = 7$  kOe à 15 K. Immédiatement après refroidissement dans ces conditions, nous avons vu que la configuration magnétique de la bicouche se caractérise par une paroi magnétique comprimée dans le TbFe avec  $\mathbf{q}^i_{TbFe} = 70^\circ$ ; on peut nommer cet état Non-Relaxé (NR). Après renversement de l'aimantation de GdFe, nos mesures de RNP sous -200 Oe ont montré que le système atteint un nouvel état, noté ici R (pour Relaxé), dans lequel l'aimantation de TbFe est quasi-uniformément aligné parallèlement à la direction des champs positifs. Pour comprendre le mécanisme permettant cette relaxation, il faut savoir à quel instant la relaxation a lieu durant la variation en champ de 200 Oe à -200 Oe. Pour atteindre cette information, nous avons réalisé des cycles mineurs sur le premier



cycle d'hystérésis obtenu après refroidissement de l'échantillon de 300 K à 15 K sous 7 kOe (Figure III.49).

Ces cycles mineurs nous permettent de retourner une partie seulement de l'aimantation de la couche de GdFe. Partant de l'état obtenu directement après refroidissement à 200 Oe ( paroi comprimée dans le TbFe), nous avons appliqué un champ  $H_X$  entre 45 Oe et 20 Oe pour renverser partiellement l'aimantation de GdFe, puis avons réaugmenté le champ jusqu'à 200 Oe pour pouvoir réaliser à la suite un second cycle en champ cette fois-ci complet (200 Oe  $\rightarrow$  -200 Oe  $\rightarrow$  200 Oe). En choisissant la valeur du champ  $H_X$ , il est possible de choisir la concentration en état GdFe renversé et non renversé. La valeur de l'aimantation de la bicouche pour un champ  $H = H_X$  est nommée  $M_X$ . La concentration en état non renversé est donnée par l'expression :

$$\Delta_{NR} = \frac{M_{NR} - M_X}{M_{NR} - M_R} \quad (III.11)$$

où  $M_{NR}$  correspond à l'aimantation de la bicouche dans l'état initialement obtenu immédiatement après refroidissement sous 7 kOe et  $M_R$  correspond à l'état dans lequel l'aimantation de GdFe s'est intégralement retournée.

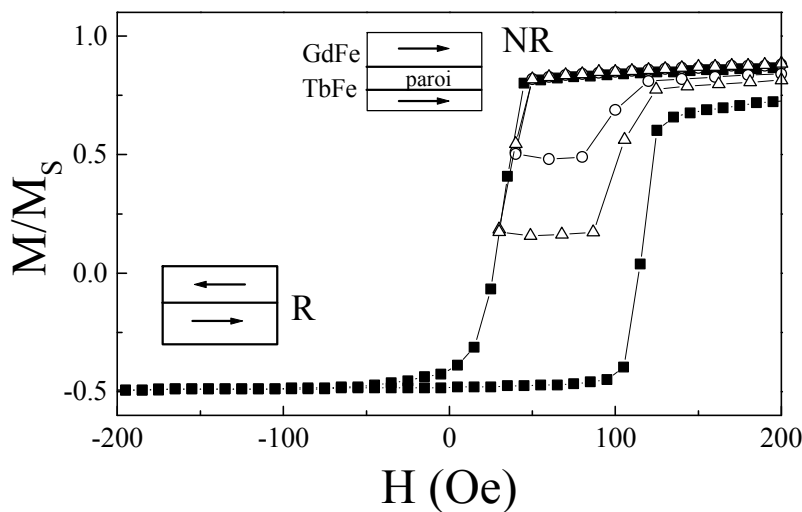


Figure III.49. Exemple de cycles mineurs réalisés pour obtenir un renversement partiel de l'aimantation de la couche de GdFe ; après refroidissement de 300 K à 15 K sous 7 kOe , le champ est ramené à  $H_X$  puis à 200 Oe. Les symboles carrés pleins correspondent un cycle en champ complet. Les symboles ronds vides ( resp. triangles vides) correspondent à  $H_X=40$  Oe ( resp.  $H_X=30$  Oe). Les états NR et R correspondent respectivement aux états magnétiques sur les branches supérieures et inférieures du cycle complet.

La figure III.50 représente les courbes d'aimantation mesurées à 15 K, successivement aux cycles mineurs présentés figure III.49, pour les deux valeurs de  $H_X$  (40 Oe, 30 Oe). Des courbes possédant deux sauts d'aimantation sont observées. Chacun de ces sauts correspond à

un renversement d'aimantation de GdFe. Le premier renversement est décalé vers les champs positifs d'une valeur  $H_R = H_R^{max} = 80$  Oe, tandis que le second apparaît pour des valeurs de  $H_R$  entre 30 Oe et 40 Oe. Ces dernières valeurs correspondent aux valeurs de champs de renversement du GdFe observées dans le cas d'un état dans lequel la configuration dans le TbFe serait une paroi comprimée avec  $q^{i_{TbFe}} = 70^\circ$  (état NR). En revanche, la valeur de  $H_R$  associée au premier saut d'aimantation est la valeur attendue dans le cas où le GdFe serait couplé à une aimantation de TbFe pointant uniformément vers les champs positifs (i.e. l'état R). De plus, on peut noter que la taille relative de chaque saut est proportionnelle à la quantité relative de chacun des domaines NR/R, sélectionnée par le choix de la valeur  $H_X$  lors des cycles mineurs. Sur la figure III.51 est tracée la valeur  $M_{50Oe}/M_{NR}$  en fonction de  $D_{NR}$ .  $M_{50Oe}$  décrit l'aimantation à 50 Oe mesurée sur la branche « 200 Oe  $\rightarrow$  -200 Oe » des courbes de la figure III.50.  $M_{NR}$  correspond à l'aimantation de la bicouche dans l'état NR (paroi comprimée gelée au sein du TbFe avec  $q^{i_{TbFe}} = 70^\circ$ ). Une simple relation linéaire est observée.

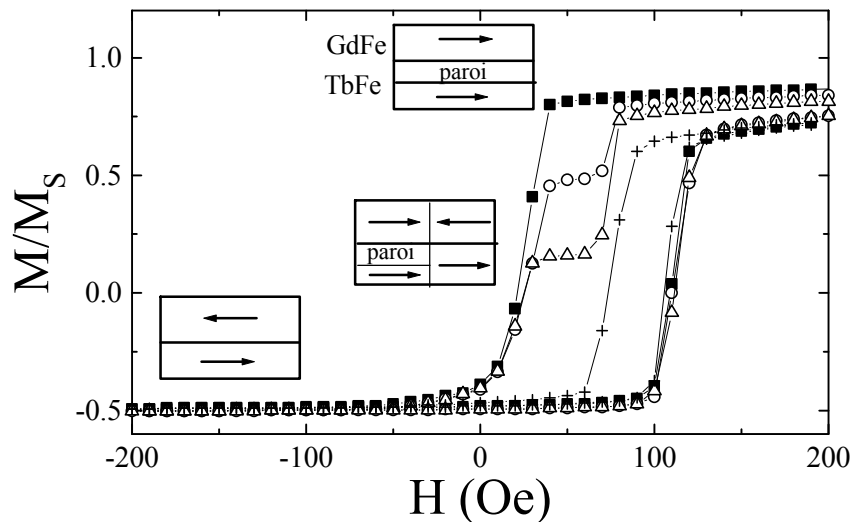


Figure III.50. Exemple de cycles complets  $M(H)$  mesurés à 15 K réalisés successivement aux cycles mineurs ayant permis un renversement partiel de l'aimantation de GdFe. Les courbes représentées correspondent à différents taux de retournement, i.e. obtenus pour différentes valeurs de  $H_X$  : 200 Oe (carrés pleins), 40 Oe (ronds vides), 30 Oe (triangles vides) et -200 Oe (croix).

Ces résultats prouvent que, lors du renversement partiel de GdFe, les domaines latéraux de la bicouche dans lesquels l'aimantation de GdFe ne s'est pas renversée, n'ont pas subi de traînage magnétique. L'existence sur les seconds cycles (Figure III.50) de deux sauts d'aimantations le montre. Réaliser un cycle mineur revient à faire coexister des domaines de type NR et R. On peut noter qu'on retrouve ici un comportement indépendant de chacun des domaines, comme ce que nous avons déjà observé dans le cas de mélange  $AP^+/AP^-$  ou  $AP^+/P^+$ .

Cette étude montre que la relaxation des états gelés, métastables, au sein du TbFe est induite par le renversement de l'aimantation du GdFe et que le champ magnétique a essentiellement

un rôle indirect. En effet, dans le cas précis ci-dessus, des effets de traînage sont observés alors que le champ reste positif durant les cycles mineurs. On peut donc écarter l'effet du champ magnétique externe puisqu'il n'est pas nécessaire d'appliquer un champ négatif pour observer l'effet de traînage. Les mêmes résultats ont été obtenus pour d'autres champs de refroidissement (e.g.  $H_{cf} = 2000$  Oe).

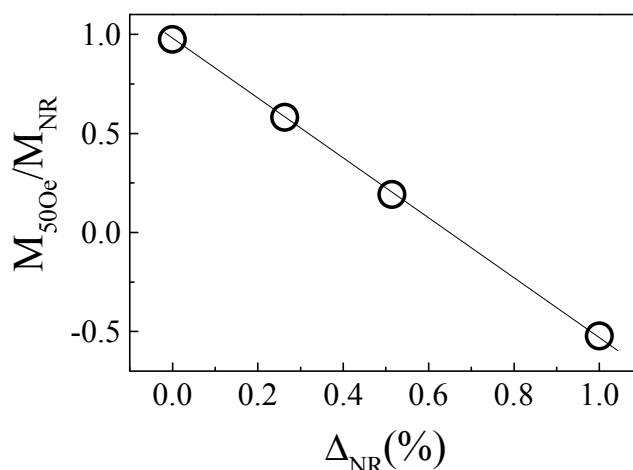


Figure III.51.  $M_{500e}/M_{NR}$  en fonction de la fraction d'aimantation retournée dans le GdFe lors des cycles mineurs. Les barres d'erreur sont de taille inférieure au diamètre des symboles. La ligne continue est un guide visuel.

### Effet de la température

Nous savons désormais que, plus que le champ, le processus déterminant la relaxation des configurations magnétiques métastables, gelées à basse température, au sein du TbFe est le renversement de l'aimantation de GdFe. De manière très générale, le rôle de la température sur les phénomènes de relaxation, quels qu'ils soient, est important [Hei98][Wee04a]. Dans la suite, nous allons nous intéresser plus particulièrement à l'effet de la température sur le phénomène de traînage magnétique dans la bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> (100 nm)/Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub> (50 nm).

La figure III.52a fait la synthèse des valeurs de champ de retournement lors du premier et du second cycle et pour des températures de 15 K et 50 K.  $H^1_{RI}$  et  $H^2_{RI}$  sont les valeurs des champs de retournement du GdFe sur la branche « 200 Oe → -200 Oe » du premier cycle et du second cycle en champ mesurées après refroidissement. Pour les deux températures, on observe bien une augmentation de  $\Delta H_R = H^2_{RI} - H^1_{RI}$ , i.e. du traînage magnétique lorsque  $H_{cf}$  augmente jusqu'à saturation de  $H^2_{RI}$  (la valeur à saturation est identique pour les deux températures). Toutefois, si les valeurs de  $H^1_{RI}$  sont relativement similaires pour les deux températures, la valeur de  $H^2_{RI}$  (50 K) est systématiquement supérieure à celle de  $H^2_{RI}$  (15 K) (sauf pour  $H_{cf} < 200$  Oe où les deux valeurs restent égales). La figure III.52b représente la différence  $\Delta H_R$  en fonction du champ de refroidissement pour les deux températures, 15 K et 50 K. Il apparaît clairement que, quelle que soit la valeur de  $H_{cf}$ , l'évolution entre deux cycles successifs à 50 K est plus importante que la différence entre deux cycles mesurée à 15 K. L'augmentation de la température semble donc amplifier l'effet de traînage magnétique. « Le

renversement de l'aimantation de TbFe est d'autant plus *trainisant* que la température est élevée »

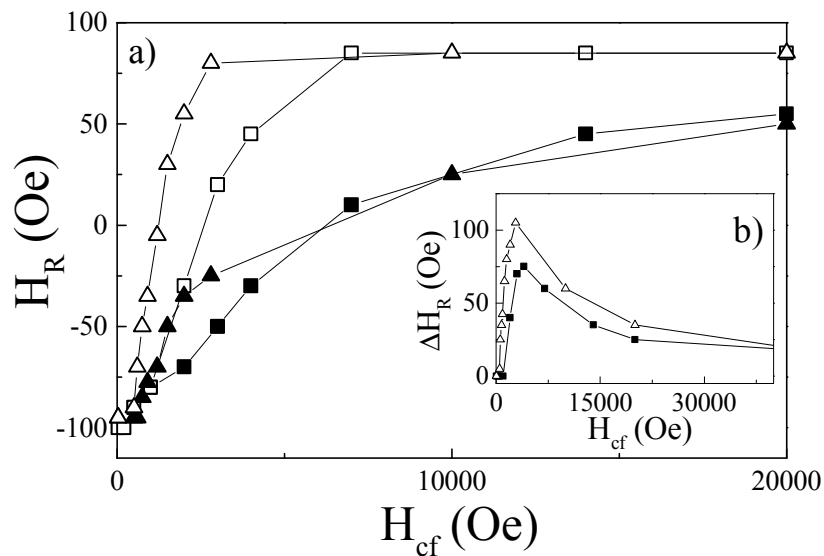


Figure III.52. a) Evolution du champ  $H_{R1}^1$  de premier renversement de l'aimantation de GdFe (symboles vides) et du champ  $H_{R1}^2$  lors du second cycle d'hystérésis obtenus à 15 K (carrés) et à 50 K (triangles) en fonction de la valeur du champ de refroidissement  $H_{cf}$ . b) Comparaison entre les valeurs de  $\Delta H_R = H_{R1}^2 - H_{R1}^1$  mesurées à 15 K (carrés pleins) et 50 K (triangles vides) en fonction de  $H_{cf}$ .

La figure III.53a représente une comparaison entre les premiers cycles obtenus après refroidissement sous 1000 Oe jusqu'à 15 K, 50 K et 100 K. Le premier renversement du GdFe apparaît pour un champ  $H_{R1} = -85$  Oe à 15 K et 50 K puis pour une valeur légèrement plus faible champ  $H_{R1} = -75$  Oe à 100 K. Cette similitude entre les valeurs de  $H_{R1}$  tend à confirmer que l'état gelé au cours du refroidissement sous 1000 Oe est le même quelle que soit la température à laquelle on stoppe le refroidissement. En revanche, les champs de retournement pour les branches ascendantes « -200 Oe → 200 Oe » sont très différents selon la température. Or nous avons vu que les mouvements de relaxation *trainisants* au sein du TbFe ont lieu lors de la variation de champ de 200 Oe à -200 Oe, plus précisément lors du renversement de l'aimantation de la couche de GdFe. et donc que la branche ascendante de tels cycles est déjà caractéristique du nouvel état atteint après modification *trainisante* du TbFe. La figure III.53a prouve ainsi que, plus la température est importante, plus la configuration magnétique gelée dans le TbFe change au cours du premier renversement de GdFe. Si on réalise encore plusieurs cycles successifs afin d'atteindre des états qui n'évoluent plus, on obtient en effet trois courbes d'hystérésis dont les décalages en champ sont différents (Figure III.53b). A 15 K, la courbe obtenue après plusieurs cycles en champ est quasi-identique à la première courbe réalisée après refroidissement. Le traînage magnétique est donc inexistant à 15 K pour un champ de refroidissement de 1000 Oe et la valeur de décalage est constante,  $H_E = -55$  Oe. En revanche, à une température de 50 K, le nouvel état métastable est un état pour lequel  $H_E = +15$  Oe et, à 100 K, la courbe finale est décalée de  $H_E = +80$  Oe. Ces valeurs de décalage d'échange sont en très bon accord avec les valeurs prévues par la simulation micromagnétique pour les  $q_{TbFe}^i$  observés à l'aide de la technique RNP.

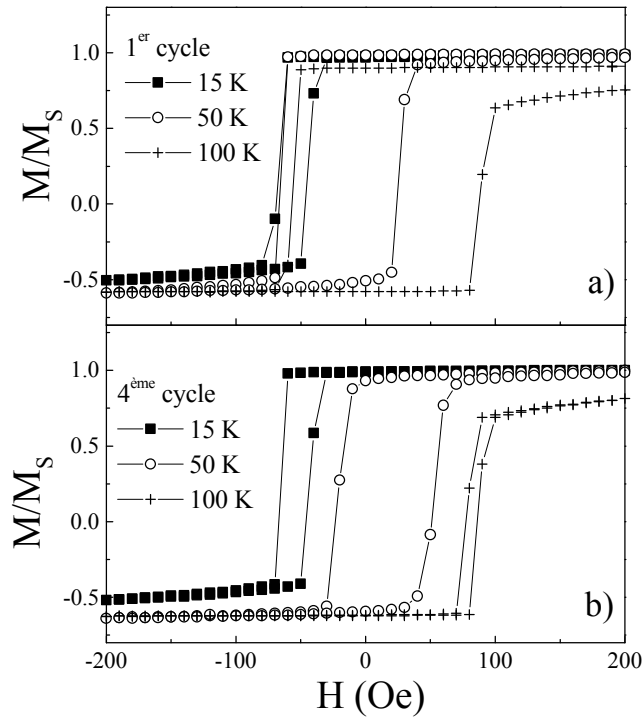


Figure III.53. a) Premiers cycles d'hystérésis mesurés après refroidissement de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  sous  $H_{cf} = 1$  kOe de 300 K à 15 K (carrés pleins), 50 K (ronds vides) et 100 K (croix). b) Cycles d'hystérésis obtenus après 3 cycles successifs à 15 K (carrés pleins), 50 K (ronds vides) et 100 K (croix) après refroidissement de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  sous  $H_{cf} = 1$  kOe.

Cette augmentation d'amplitude des effets de traînage avec la température permet d'expliquer les évolutions de  $H_E$  et  $H_C$  observées figure III.41. En effet, pour une même valeur de  $H_{cf}$ , l'état atteint après traînage varie selon la température. Cette différence de comportement mène à une transition d'une valeur de décalage d'échange négative à positive lorsque la température augmente (Figure III.54a). Cette évolution continue en fonction de la température est très similaire à celle obtenue lorsqu'on regarde l'évolution de  $H_E$  en fonction de  $H_{cf}$  à une température donnée. On retrouve également une variation non monotone de la coercitivité en fonction de la température avec un maximum lorsque le champ d'échange est nul (figure III.54b). Il est donc possible de contrôler le décalage d'échange d'une structure bicouche couplée par échange, telle que  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ , grâce au champ de refroidissement mais également en contrôlant la température.

Cette remarque est vraie quelle que soit la valeur du champ de refroidissement. La figure III.54a rassemble les évolutions de décalage d'échange  $H_E$  des cycles obtenus après traînage magnétique pour différents champs de refroidissement  $H_{cf}$  en fonction de la température. Deux cas extrêmes sont observables : i) pour  $H_{cf} = 10$  kOe, l'angle  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  gelé lors du refroidissement est déjà inférieur à  $90^\circ$  avant relaxation. Par conséquent  $H_E$  est positif quelle que soit la température, et l'état le plus stable dans lequel tous les moments de TbFe sont orientés parallèles aux champs positifs est atteint très rapidement; ii) pour  $H_{cf} = 30$  Oe, la configuration magnétique gelée dans le volume de la couche de TbFe est une aimantation uniforme orientée dans la direction des champs négatifs. Cet état possède déjà une stabilité énergétique identique à celle de l'état stable obtenu après traînage et donc aucune relaxation

n'est attendue. On peut noter une diminution de  $|H_E^{max}|$  lorsque la température augmente. Entre les deux valeurs extrêmes  $+|H_E^{max}|$  et  $-|H_E^{max}|$  obtenues, par exemple pour  $H_{cf} = 2000$  Oe, 1000 Oe ou 500 Oe, on observe une transition de la valeur de  $H_E$  de négative à positive lorsque la température augmente. Plus  $H_{cf}$  augmente, plus la transition apparaît à des températures basses.

La figure III.54b représente l'évolution de  $H_C$  correspondant aux valeurs de  $H_E$  décrites précédemment. La confirmation est apportée que, quel que soit  $H_{cf}$ , le pic de coercitivité est obtenu lorsque  $H_E$  est proche de 0 Oe et donc  $q^{i_{TbFe}}$  proche de  $90^\circ$ . Toutefois, il apparaît que la valeur de  $H_C^{max}$  augmente avec la température. Nous avons déjà vu que  $H_C$  dépend de  $q^{i_{TbFe}}$  et de la configuration de volume au sein du TbFe mais la figure III.54b tend à montrer qu'il dépend également de la température.

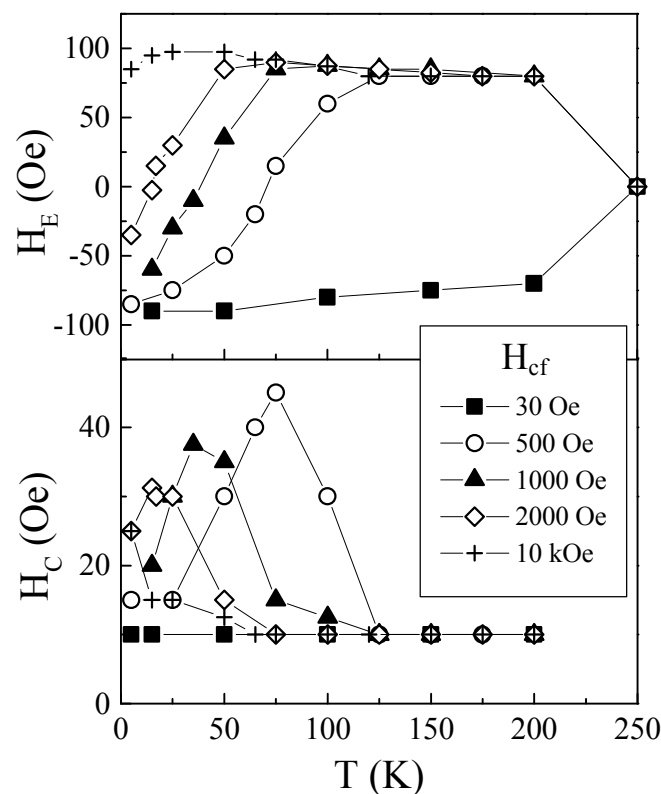


Figure III.54. a) Champ de décalage d'échange  $H_E$  du cycle d'hystérésis du GdFe, mesuré après 5 cycles de champ ( $\pm 200$  Oe) successifs, en fonction de la température à laquelle est refroidi l'échantillon et après refroidissement sous  $H_{cf} = 30$  Oe (carrés pleins), 500 Oe (ronds vides), 1000 Oe (triangles pleins), 2000 Oe (losange vides) et 10 kOe (croix). b) Champs coercitifs  $H_C$  correspondants aux valeurs de  $H_E$  représentées en (a).

### Remarque sur la température de blocage du système $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$

Dans les systèmes AF/FM présentant des effets de décalage d'échange, on différencie la température critique qui est la température d'ordre de l'AF (la température de Néel), de la température de blocage, pour laquelle l'AF se « bloque » et le décalage du cycle d'hystérésis peut-être observé [Nog99][Lun02]. Dans le cas d'une bicouche douce/dure, FM/FM ou Ferrimagnétique/Ferrimagnétique, la première température critique est la température de

Curie la plus faible des deux matériaux et la seconde température critique, que nous pourrions considérer comme une température de blocage, correspond à la température en dessous de laquelle l'aimantation de la couche dure est insensible au champ magnétique appliqué.

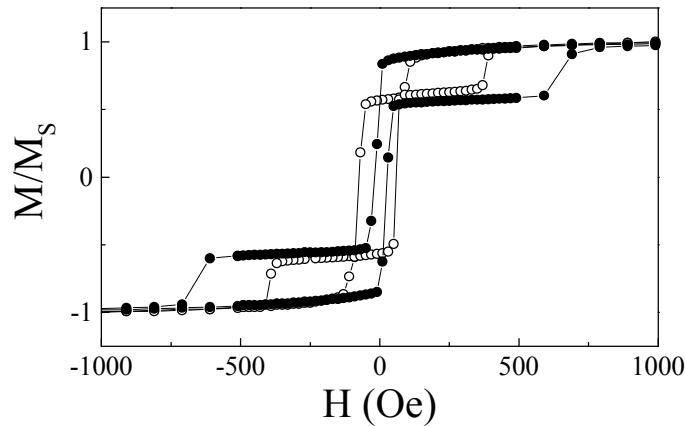


Figure III.55. Courbes d'aimantation en fonction du champ obtenue à 275K (symboles vides) et 225 K (symboles pleins) après refroidissement sous 7 T.

Essayons de définir cette température de blocage dans le cas du système  $Gd_{40}Fe_{60} / Tb_{12}Fe_{88}$ . Cette notion est bien sûr relative au champ que l'on veut appliquer à basse température. En effet, les décalages d'échange observés dans ce chapitre III ont été mesurés en réalisant des cycles mineurs entre 200 Oe et -200 Oe. Par conséquent, pour l'ensemble de ces études, on peut considérer la température de blocage comme la température à partir de laquelle, le champ coercitif de la couche de TbFe dépasse 200 Oe, i.e. à partir de laquelle la configuration magnétique de TbFe reste bloqué pour  $|H| < 200$  Oe. Les courbes d'aimantation en fonction du champ obtenues à 275 K et 225 K sont représentées sur la figure III.55. A 225 K, on peut voir que le champ de renversement du TbFe en champ négatif est  $-600 \text{ Oe} < -200 \text{ Oe}$ . Lorsqu'on réalise un cycle mineur ayant pour limite  $\pm 200$  Oe, l'aimantation de la couche de TbFe est insensible au champ et il est par conséquent possible d'observer un décalage en champ de ce cycle d'hystérésis vers les champs positifs. On considèrera pour notre étude que la température de blocage du système  $Gd_{40}Fe_{60} / Tb_{12}Fe_{88}$  est environ 240 K. Cette valeur est semblable à celle observée sur la figure III.55

*Nous avons étudié le phénomène de traînage magnétique dans le système  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm) /  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm). Cet effet s'exprime par une augmentation de la valeur du champ de décalage  $H_E$  ainsi qu'une diminution de la coercitivité lorsque plusieurs cycles successifs de champ sont réalisés après refroidissement sous champ d'intensité supérieure à quelques centaines d'Orstedes. Nous avons démontré, grâce à des mesures de réflectométrie de neutrons polarisés que ce changement de décalage d'échange est lié à la rotation des moments de TbFe, censés être gelés à basse température. La paroi magnétique gelée lors du refroidissement tend en effet à disparaître pour diminuer l'énergie du système. Pour des valeurs de  $H_{cf}$  faibles, l'énergie de cette paroi étant relativement petite, la paroi n'a pas tendance à se relaxer à basse température. L'évolution de la paroi a pour effet majeur de réorienter l'aimantation du dernier plan de TbFe à l'interface dans la direction des champs*

*positifs et par conséquent d'augmenter la valeur de  $H_E$  des cycles suivants. Notre étude prouve donc que le traînage magnétique est dû à la relaxation de la configuration magnétique de la couche dure contrainte lors du refroidissement sous champ vers un état métastable ou stable de plus basse énergie. Nous nous sommes ensuite intéressés au processus permettant cette réorganisation. Nous avons démontré à l'aide d'une méthode originale de cycles mineurs que les mouvements irréversibles au sein du TbFe se font durant le renversement de l'aimantation de GdFe lors du cycle en champ indépendamment de l'intensité ou de la direction du champ. Enfin, une étude des propriétés de décalage d'échange (mesures macroscopiques d'aimantation) et des configurations magnétiques (mesures RNP) a permis de mettre en évidence l'effet de l'activation thermique sur ce phénomène de traînage. Il a été observé que plus la température est importante, plus l'état magnétique atteint durant la relaxation est stable. Une transition de champ d'échange de négatif à positif en fonction de la température a été observée. Nous avons ainsi démontré qu'il est possible de stabiliser une configuration magnétique de TbFe voulue, et donc une valeur de  $H_E$ , en choisissant un couple de valeur  $H_{cf}$ / température.*

### **III.3) Effets de coercitivité dans la bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>**

La compréhension des phénomènes de coercitivité est un problème récurrent dans l'étude des propriétés de couplage d'échange. De nombreuses études ont été menées dans le but de comprendre la relation entre coercitivité et décalage d'échange [Nog99][Ber99]. De nombreuses théories ont notamment été développées afin d'expliquer l'augmentation de la coercitivité d'une couche FM lorsqu'elle est couplée à une couche AF par rapport à la même couche FM seule : blocage de la propagation des parois latérales au sein de la couche FM par des domaines au sein de l'AF [Li00] ou par des zones de frustrations magnétiques d'interface [Lei00], augmentation de l'anisotropie de la couche FM [Tan99b], mouvements irréversibles au sein de la couche AF [Cor04]. La coercitivité des systèmes type FeF<sub>2</sub>/Fe a été étudiée pour ses dépendances particulières vis-à-vis du champ de refroidissement [Kir02][Lei00], de la température [Wee04a][Wee04b] et des épaisseurs AF [Lun02] ou FM [Lei02].

Au cours des parties précédentes, sont apparues les différentes dépendances de la coercitivité d'une couche de Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> couplée à une couche gelée de Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>. Premièrement, nous avons observé une dépendance non monotone de  $H_C$  vis-à-vis de  $H_{cf}$  avec un maximum lorsque  $H_E$  est nul, i.e. lorsque les moments du dernier plan de TbFe à l'interface sont gelés avec un angle  $\mathbf{q}_{TbFe}^i = 90^\circ$  (Figure III.2 et III.27b). Nous avons également noté une dépendance vis-à-vis de la configuration magnétique dans le volume du TbFe (Figure III.27). Enfin, durant l'étude du traînage magnétique, une augmentation de  $H_C$  en fonction de la température pour une même configuration magnétique gelée dans le TbFe a été présentée. La partie qui suit est dédiée à la mise en évidence des différentes contributions à la coercitivité dans le système GdFe/TbFe. Dans un premier temps, nous allons tenter d'expliquer la dépendance vis-à-vis de  $H_{cf}$  en nous intéressant aux valeurs théoriques de  $H_C$  à 0 K ainsi qu'aux hauteurs de barrières à franchir afin d'activer le renversement à  $H=H_E$ . Dans un deuxième temps, nous présenterons des études de susceptométrie qui nous permettront d'expliquer les deux régimes observés dans la courbe  $H_C(T)$ . Nous mettrons alors en évidence le rôle de mouvements irréversibles (différents de ceux observés durant notre étude du traînage magnétique) au sein du TbFe sur la coercitivité.



III.3.a] Evolutions du champ coercitif et des profils énergétiques en fonction de  $H_{cf}$

Calcul des champs de renversements à 0 K

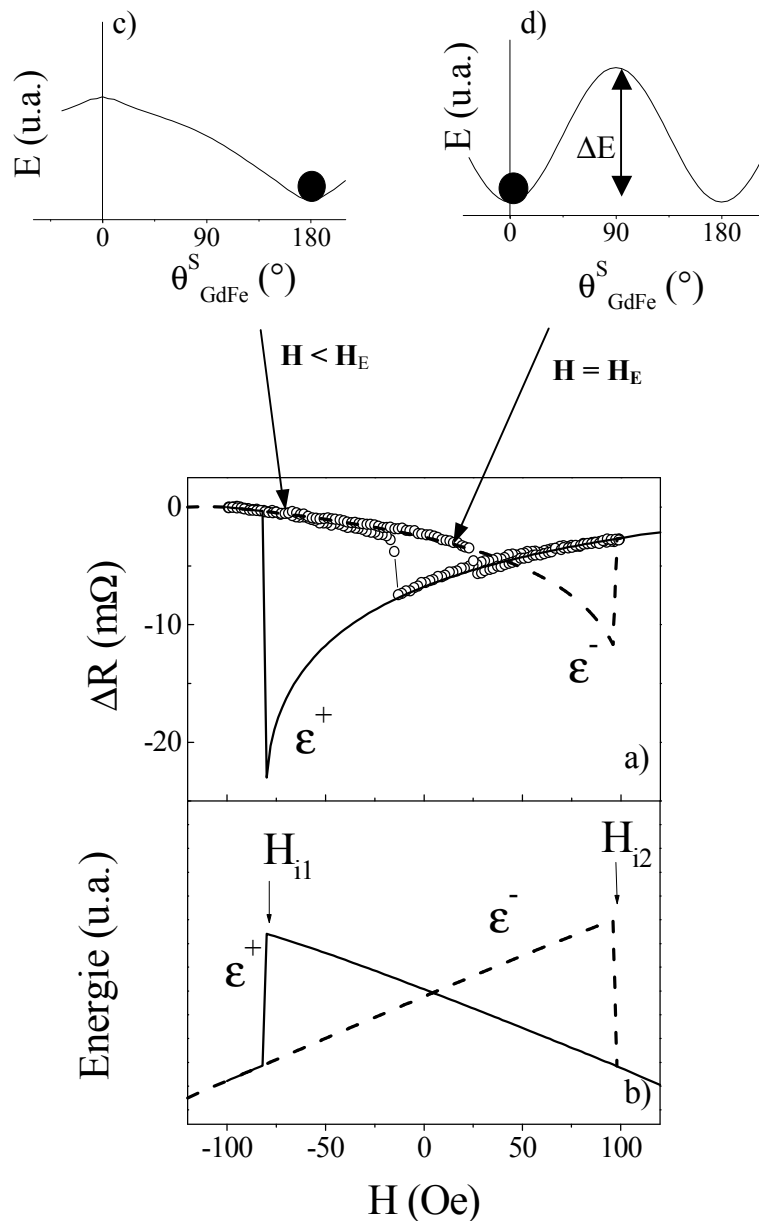


Figure III.56. a) Courbe d'anisotropie de magnétorésistance en fonction du champ obtenue après refroidissement sous  $H_{cf} = 1kOe$  jusqu'à 20 K. La ligne continue (resp. discontinue) correspond au résultat de la simulation micromagnétique dans le cas où le GdFe adopte un état  $e^+$  (resp.  $e^-$ ). b) Evolution des énergies des configurations magnétiques  $e^+$  et  $e^-$  adoptées par le GdFe en fonction du champ. Les schémas (c) et (d) représentent les profils d'énergie de la bicouche en fonction de l'angle de  $\mathbf{q}^S_{GdFe}$ .

Plaçons-nous dans le cas où l'on considère, à basse température, que la configuration magnétique au sein de la couche de TbFe est infiniment gelée ; l'angle des moments du dernier plan de GdFe à l'interface sont bloqués dans une direction  $\mathbf{q}^i_{GdFe} \sim \mathbf{q}^i_{TbFe} + 180^\circ$ . Les mesures d'anisotropie de magnétorésistance présentées dans ce chapitre ont permis de vérifier que, lorsque le champ est appliqué colinéairement à l'axe d'anisotropie du GdFe et pour un angle  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  gelé donné, le système peut se trouver uniquement dans deux états  $\mathbf{e}^+$  et  $\mathbf{e}^-$  (Figure III.56 et Figure III.20).  $\mathbf{e}^+$  correspond à l'état pour lequel  $\mathbf{q}^S_{GdFe} = 0^\circ$  et  $\mathbf{e}^-$  à l'état dans lequel  $\mathbf{q}^S_{GdFe} = 180^\circ$  (où  $\mathbf{q}^S_{GdFe}$  correspond à l'angle des moments du plan de GdFe le plus éloigné de l'interface).

La connaissance des valeurs d'énergie liées aux configurations magnétiques en fonction du champ, grâce à la simulation, nous a déjà permis d'observer que la valeur de  $H_E$  correspond au champ pour lequel les énergies des états  $\mathbf{e}^+$  et  $\mathbf{e}^-$  sont égales (Figure III.20). Pour ce champ, les deux états sont alors séparés, comme dans le cas du modèle de Stoner-Wohlfarth (cf. chapitre I), par une barrière d'énergie d'amplitude  $DE$  (Figure III.56d). Lorsque le champ augmente dans une direction favorisant l'état  $\mathbf{e}^+$  ou dans l'autre, le profil d'énergie existant à  $H = H_E$  se déforme. Au-delà d'un certain champ, seul un état magnétique peut subsister. Les courbes d'énergies des états  $\mathbf{e}^+$  et  $\mathbf{e}^-$  en fonction du champ, calculé par la simulation, nous renseignent sur les champs de disparition des états  $\mathbf{e}^+$  et  $\mathbf{e}^-$  (Figure III.56c), i.e. sur les valeurs des champs de renversement de l'aimantation de la couche de GdFe d'un état vers l'autre à 0 K et dans l'hypothèse d'un retournement cohérent de l'aimantation. Nous noterons dans la suite  $H_{d1}$  (resp.  $H_{d2}$ ) la valeur du champ de disparition de l'état  $\mathbf{e}^+$  (resp.  $\mathbf{e}^-$ ). Nous pouvons alors définir également la valeur du champ coercitif  $H_{CS}$  simulé à 0 K dans le cas de renversement cohérent de l'aimantation tel que :

$$H_{CS} = \frac{H_{d2} - H_{d1}}{2}$$

La figure III.56a représente les variations d'anisotropie de magnétorésistance d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm)/ $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm) en fonction du champ, à 20 K pour un champ de refroidissement de 1 kOe. Sont superposées à cette courbe les solutions fournies par la simulation pour une configuration magnétique initialement dans l'état  $\mathbf{e}^+$  et dans l'état  $\mathbf{e}^-$ . Les énergies de ces deux solutions sont présentées pour la même gamme de champs sur la figure III.56b. Les énergies des états  $\mathbf{e}^+$  et  $\mathbf{e}^-$  sont égales pour un champ de 5 Oe ;  $H_{d1}$  et  $H_{d2}$  valent respectivement -80 Oe et 95 Oe et par conséquent  $H_{CS} = 87.5$  Oe. La figure III.56a montre clairement que les valeurs de champs de retournement de l'aimantation réelle sont nettement plus faibles que les valeurs  $H_d$ . La Figure III.57 représente l'évolution du champ coercitif calculé  $H_{CS}$  en fonction de l'angle  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$ . Il apparaît que, outre les différences d'amplitude entre ces valeurs et les champs coercitifs réels à température non nulle, l'évolution du champ coercitif calculé à 0 K en fonction de  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  dans le cas d'un renversement cohérent de l'aimantation de GdFe est opposée à l'évolution expérimentale (Figure III.27), avec deux maxima de coercitivité lorsque  $\mathbf{q}^i_{TbFe} = 0^\circ$  et  $180^\circ$ . Ces divergences tendent à prouver que le processus de renversement d'aimantation de la couche de GdFe couplée n'est pas un retournement cohérent de l'aimantation. L'existence de défauts (intrinsèques ou extrinsèques), entraînant un processus de nucléation/propagation de domaines latéraux, doit donc être prise en compte pour expliquer ces différences.

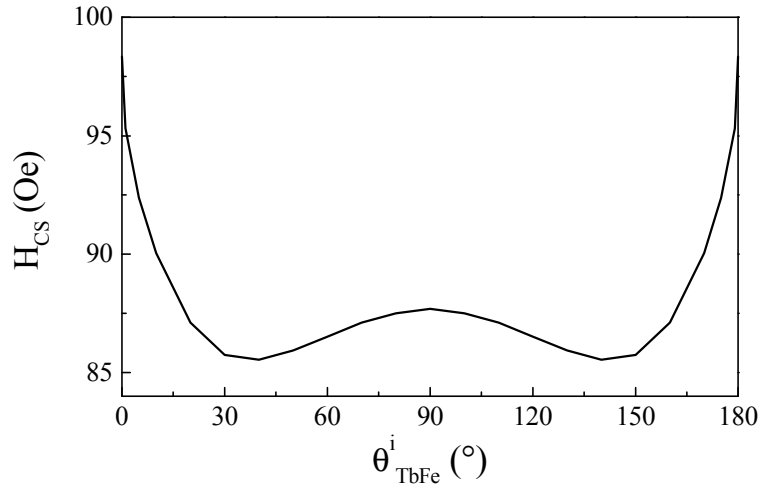


Figure III.57. Valeurs du champ coercitif  $H_{CS}$  à 0 K calculées, dans le cas d'un renversement cohérent de l'aimantation de l'ensemble de l'échantillon, comme  $1/2(H_{d2}-H_{d1})$ , en fonction de l'angle de piégeage  $\mathbf{q}_{TbFe}^i$ .

De telles créations de domaines magnétiques latéraux ont déjà été mises en évidence à 300 K (cf. paragraphe concernant l'influence du gel de domaines latéraux au sein du TbFe). A basse température, des mesures de microscopie Kerr ont été réalisées afin de vérifier ce mode de retournement de l'aimantation de la couche de GdFe. Je ne développerai pas ici les premiers résultats que nous avons obtenus grâce à ces expériences toujours en cours ; toutefois, j'ai d'ores et déjà présenté une image de domaines mesurée durant le retournement de l'aimantation de GdFe au chapitre I (Figure I.6).

### Calcul des hauteurs de barrière à $H = H_E$

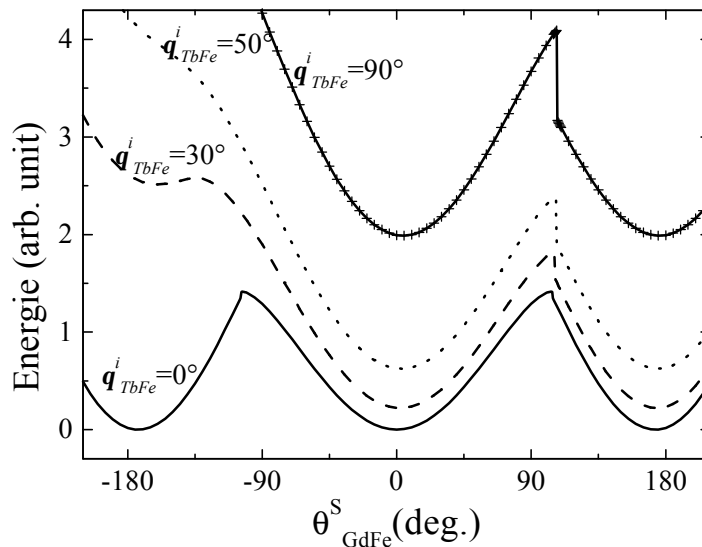


Figure III.58. Courbes d'énergie calculées pour un système GdFe/TbFe dont la couche de TbFe est gelée dans un état tel que  $\mathbf{q}_{TbFe}^i = 90^\circ, 50^\circ, 30^\circ$  ou  $0^\circ$ , en fonction de l'angle du dernier spin de GdFe le plus éloigné de l'interface.

Les processus de nucléation d'un domaine magnétique d'aimantation opposée à celle du reste du matériau dépendent fortement de la hauteur de barrière énergétique séparant l'état magnétique initial et nucléé (Figure III.56d). Il est possible de calculer, à l'aide de la simulation micromagnétique, cette hauteur de barrière de potentiel dans le cas d'une couche de GdFe couplée une couche de TbFe magnétiquement gelée en fonction de l'angle  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$ . Pour ce faire, pour  $H = H_E$  on fait varier l'angle  $\mathbf{q}^S_{GdFe}$  (l'angle du moment de GdFe le plus éloigné de l'interface) pour un  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$ , puis on calcule l'énergie de la configuration magnétique (de minimum énergie) imposée par la valeur de  $\mathbf{q}^S_{GdFe}$  et  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$ . Ainsi, on peut ainsi connaître le profil du potentiel en traçant l'énergie  $e(\mathbf{q}^S_{GdFe})$  pour chaque valeur de  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  (Figure III.58). Cette méthode impose juste de supposer que lors du renversement d'une configuration  $\mathbf{e}^+$  à  $\mathbf{e}^-$  l'aimantation reste dans le plan et que les configurations magnétiques sont une succession d'états d'équilibres. Pour chaque  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$ , on peut alors obtenir la hauteur de la barrière d'énergie à franchir pour permettre le retournement des moments de la couche de GdFe. La figure III.59 représente cette énergie normalisée en fonction de  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  dans le cas où le champ est appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie du GdFe. Il apparaît que la variation de  $\Delta E$  en fonction de  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  est non monotone avec un maximum lorsque  $\mathbf{q}^i_{TbFe} = 90^\circ$ . Ce comportement symétrique est identique à celui du champ coercitif représenté figure III.27a, obtenu dans le cas où les moments au sein du TbFe sont uniformément orientés (i.e. indépendamment de la configuration de volume du TbFe). Il semble donc que la variation de la coercitivité en fonction de  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  du système GdFe/TbFe soit liée à l'énergie nécessaire au renversement de l'aimantation de GdFe. Cela nous informe sur l'importance du processus de nucléation de domaines dans le mode de renversement de l'aimantation de la couche de GdFe.

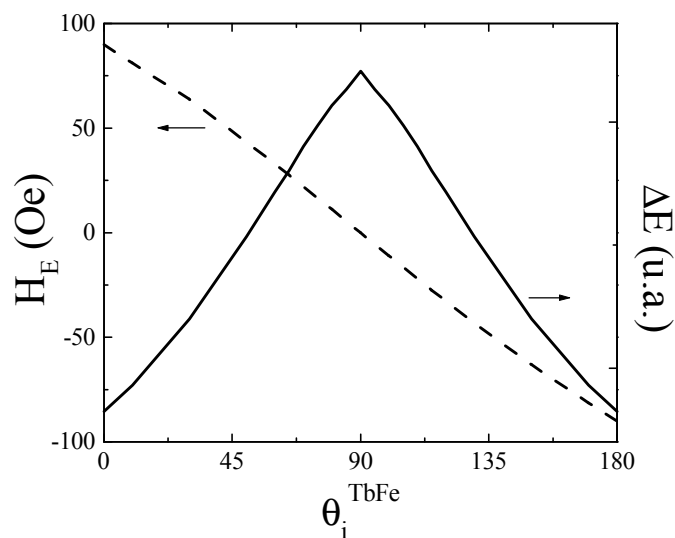


Figure III.59. Valeur du décalage d'échange et Amplitude  $\Delta E$  du col énergétique séparant, à  $H = H_E$ , les états stables  $\mathbf{e}^+$  et  $\mathbf{e}^-$  en fonction de l'angle  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  des moments gelés de TbFe à l'interface de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ .

Les simulations présentées dans ce paragraphe permettent d'expliquer qualitativement le comportement de la figure III.27a, elles ne permettent pas d'expliquer le rôle de la configuration dans le volume du TbFe (Figure III.27a et b). Dans la suite, afin d'éclairer ce point, nous allons étudier les effets de la température sur la coercitivité de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ .

### III.3.b] Dépendance en température de la coercitivité et mouvements au sein du TbFe

#### Dépendance en température de la coercitivité

Afin d'étudier le rôle de la température sur la coercitivité, nous avons souhaité travailler à  $q_{TbFe}^i$  constant (i.e à  $H_E$  constant). Nous avons ainsi spécialement étudié deux cas extrêmes :  $q_{TbFe}^i = 90^\circ$  ( $H_E = 0$  Oe) et  $q_{TbFe}^i = 0^\circ$  ( $H_E = -H_E^{max}$ ). Pour obtenir  $H_E = 0$  Oe à différentes températures, après plusieurs cycles (jusqu'à la fin des effets de traînage), il faut refroidir l'échantillon sous différents champs magnétiques. L'ensemble des champs utilisés est présenté dans le tableau III.4 en fonction de la température de mesure.

Tableau III.4. Exemples de couples « champ de refroidissement, température » utilisés pour obtenir à différentes températures un cycle tel que  $H_E = 0$  après traînage magnétique.

T (K)	5	25	50	75	110
$H_{cf}$ (Oe)	2800	1600	900	460	225

La figure III.60 représente l'évolution, en fonction de la température, des champs coercitifs  $H_C$  du cycle d'hystérésis du GdFe obtenu après cinq cycles successifs en champ tel que  $H_E = 0$  Oe et tel que  $H_E = -H_{Emax}$ . Dans le premier cas, une variation non monotone est observée avec un minimum lorsque  $T = 10$  K. De 5 à 10 K, la coercitivité diminue de 30 Oe à 20 Oe tandis qu'au-dessus de 10 K, elle augmente jusqu'à 50 Oe à 115 K. Dans le cas  $H_E = -H_{Emax}$ , obtenu après refroidissement sous  $H_{cf} = 30$  Oe à toutes températures, la coercitivité est constante sur la gamme de températures de 5 K à 115 K. Il est à noter que le cycle utilisé à 115 K a été obtenu après refroidissement sous 140 Oe, qui est proche de la valeur minimale permettant de geler une paroi magnétique au sein du TbFe. En dessous de cette valeur de  $H_{cf}$ , la couche de TbFe est uniformément aimantée à  $180^\circ$  des champs positifs (cas de  $H_{cf} = 30$  Oe), état qui ne subit jamais de relaxation. Par conséquent, pour des températures supérieures à 115 K, il n'est plus possible de trouver une valeur de  $H_{cf}$  telle qu'après traînage  $H_E = 0$  Oe (Figure III.54).

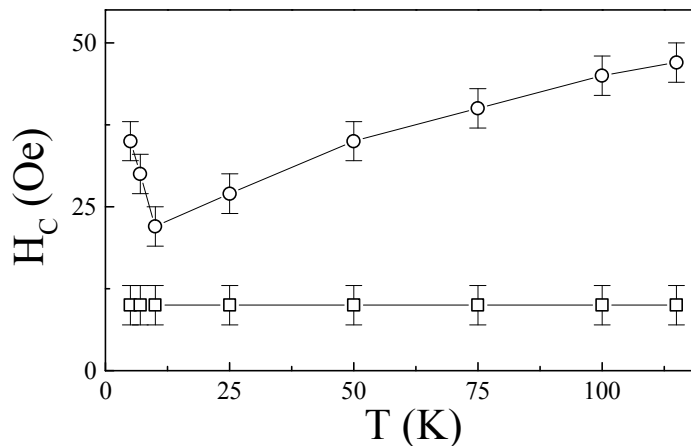


Figure III.60. Evolution du champ coercitif du cycle d'hystérésis de la couche de GdFe pour des valeurs de champ de refroidissement telles que  $H_E = 0$  Oe (ronds) et  $H_E = -90$  Oe (carrés) après traînage magnétique en fonction de la température.

## Mesures de susceptibilité

Pour tenter de comprendre ces évolutions de coercitivité de la couche couplée de GdFe en fonction de la température, nous avons réalisé des mesures de susceptibilité magnétique alternative. Nous avons effectué ces mesures pour une fréquence d'excitation de 1000 Hz et une amplitude du champ alternatif  $DH=1$  Oe.

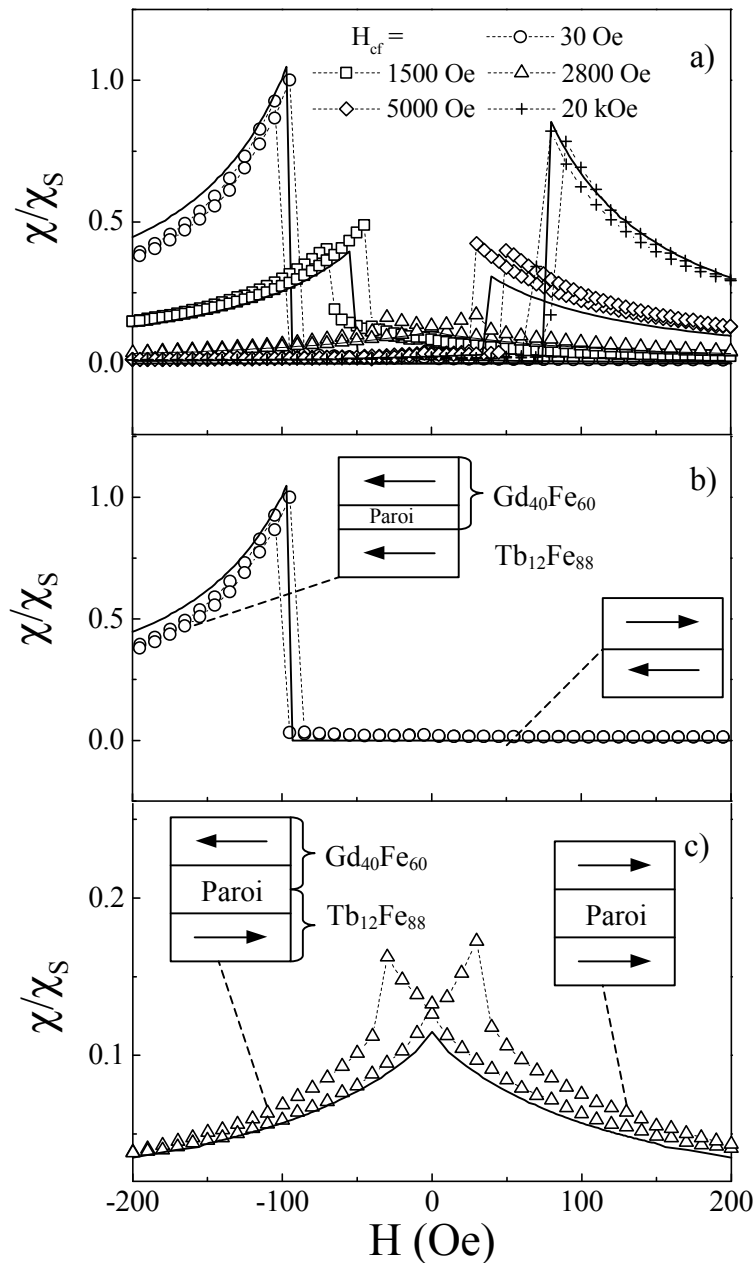


Figure III.61. a) Courbes de susceptibilité en fonction du champ mesurées à 5 K après refroidissement sous 30 Oe (ronds pleins), 1500 Oe (carrés vides), 2800 Oe (triangles pleins), 5000 Oe (carrés vides) et 20 kOe (croix). Les configurations magnétiques adoptées en fonction du champ pour  $H_{cf} = 30$  Oe et 2800 Oe sont respectivement schématisées sur les figures (b) et (c).

De manière générale, la valeur de la susceptibilité magnétique d'un film mince aimanté permet d'obtenir une information sur la composante perpendiculaire au champ d'excitation.

En effet, dans le cas d'une couche d'aimantation uniforme, lorsque le champ est appliqué le long de la direction d'aimantation, aucune variation n'est attendue ; en revanche, si l'aimantation de la couche est perpendiculaire au champ alors elle tend à tourner dans la direction du champ ; dès lors une valeur de susceptibilité non nulle est mesurée. Dans le cas d'une paroi magnétique, le signal de susceptibilité sera d'autant plus fort que la paroi sera grande et donc que le nombre de moments ayant une composante perpendiculaire au champ sera important.

La figure III.61 représente les courbes de susceptibilité obtenues à 5 K après refroidissement sous différents champs d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ . Ces cycles correspondent au 5<sup>ème</sup> cycle successif pour s'affranchir de toute influence du traînage magnétique. Nous avons superposé à ces différentes courbes le résultat de la simulation micromagnétique obtenu en supposant l'aimantation de TbFe uniforme et fixe suivant l'angle  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  déterminé grâce au mesure d'AMR présentées dans ce chapitre. Un accord raisonnable est obtenu. Pour expliquer brièvement ces courbes et montrer l'intérêt de la technique de susceptibilité alternative, nous avons choisi de nous intéresser plus particulièrement aux cas de  $H_E = -H_E^{max}$  soit  $H_{cf} = 30$  Oe (Figure III.61b). Pour un tel champ de refroidissement, nous savons que l'aimantation gelée dans le TbFe est uniforme et pointe dans la direction des champs négatifs ( $\mathbf{q}^i_{TbFe} = 180^\circ$ ). A toute température, quel que soit le nombre de cycles successifs réalisés, cet état n'évolue pas du fait de sa grande stabilité. Partant des valeurs de champ positives, entre 200 Oe et  $-H_E^{max}$ , la susceptibilité est nulle. En effet pour cette gamme de champs, l'aimantation du GdFe est alors uniforme et pointe dans la direction des champs positifs. A une intensité de champ négatif légèrement supérieure à  $|H_E^{max}|$  apparaît un saut de susceptibilité abrupt lié au retournement de l'aimantation du GdFe ou plutôt à l'apparition d'une paroi magnétique au sein de la couche de GdFe. Puis, lorsque l'intensité du champ augmente davantage jusqu'à  $-200$  Oe, la paroi se comprime vers l'interface ; le nombre de moments ayant une composante perpendiculaire diminue et la susceptibilité diminue.

De manière générale, à basse température pour des champs faibles, après refroidissement sous  $H_{cf}$  variant de 30 Oe à 70 kOe,  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$  varie de  $180^\circ$  à  $0^\circ$ , et  $\mathbf{q}^i_{GdFe}$  ( $\sim \mathbf{q}^i_{TbFe} + 180^\circ$ ) varie de  $0^\circ$  à  $180^\circ$ . Les résultats présentés sur la figure III.20 prouvent que lors du retournement de l'aimantation de GdFe de  $\mathbf{q}^S_{GdFe} \sim 0^\circ$  (pour l'état  $\mathbf{e}^+$ ) à  $\mathbf{q}^S_{GdFe} \sim 180^\circ$  (pour  $\mathbf{e}^-$ ), on passe d'une paroi faisant un angle ( $\mathbf{q}^i_{GdFe} - 0^\circ$ ) à une paroi faisant un angle ( $\mathbf{q}^i_{GdFe} - 180^\circ$ ). Plus l'angle de la paroi est important, plus la taille de la paroi est grande ; ceci explique pourquoi l'on observe de large pic de susceptibilité pour les parois faisant un angle proche de  $180^\circ$ . Dans le cas particulier  $\mathbf{q}^i_{TbFe} = 90^\circ$ , les parois magnétique à  $90^\circ$  qui se créent au sein du GdFe, soit en champ positif soit en champ négatif, sont de même taille par conséquent, le signal de susceptibilité en fonction du champ est symétrique (Figure III.61c). On peut remarquer que les variations de susceptibilité ressemblent fortement, bien qu'opposées en signe, aux variations d'anisotropie de magnétorésistance présentées sur la figure III.20, ce qui prouve la sensibilité des deux techniques à la même composante d'aimantation, perpendiculaire au champ.

Voyons maintenant l'évolution de la susceptibilité en fonction de la température pour les deux cas extrêmes que sont les décalages d'échange  $H_E = -H_E^{max}$  et  $H_E = 0$  Oe. La figure III.62a représente la susceptibilité en fonction du champ mesurée après refroidissement sous  $H_{cf} = 30$  Oe à différentes températures comprises entre 15 K et 120 K. Il apparaît que les courbes de susceptibilité mesurées dans ce cas n'évoluent quasiment pas en fonction de la température. La figure III.62b représente l'évolution des courbes de susceptibilités mesurées à différentes températures pour des champs de refroidissement tels qu'après traînage  $H_E = 0$  Oe.

Contrairement au premier cas, on observe une nette évolution de l'amplitude des pics de susceptibilité et de leur ouverture dont les valeurs augmentent lorsque la température augmente. De plus, la gamme de champs séparant les deux pics de susceptibilité augmente, i.e. le champ coercitif augmente, lorsque la température augmente. Ces évolutions sont très identiques à celles de la coercitivité représentées figure III.61.

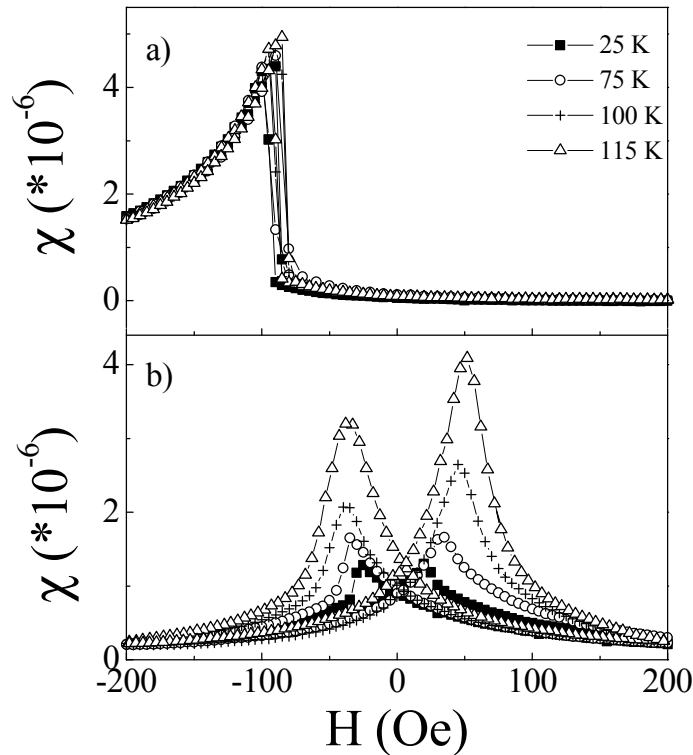


Figure III.62. Courbes de susceptibilité en fonction du champ mesurées après refroidissement jusqu'à 25 K (carrés pleins), 75 K (ronds vides), 100 K (croix), 115 K (triangles vides) sous  $H_{cf} = 30$  Oe (a) ou sous différentes valeurs telles que  $H_E = 0$  Oe à la fin du traînage magnétique (b).

### Discussion

Dans le cas  $H_{cf} = 30$  Oe, l'aimantation du TbFe est uniforme et antiparallèle à la direction des champs positifs. Cette configuration est très stable. Lorsque la température augmente, seule la susceptibilité liée à la configuration magnétique de GdFe peut changer. Comme nous venons de le voir, celle-ci évolue très peu. Par conséquent, si on considère que la configuration magnétique au sein du TbFe est gelée, nous ne devrions observer aucune variation de susceptibilité avec la température, quelle que soit la valeur  $\mathbf{q}^i_{TbFe}$ . En effet, prenons l'exemple de  $\mathbf{q}^i_{TbFe} = 90^\circ$  ; rien ne justifie apparemment qu'il existe une évolution de la susceptibilité d'une paroi à  $90^\circ$  dans le GdFe avec la température différente de celle de la susceptibilité d'une paroi à  $180^\circ$  (cas de  $H_{cf} = 30$  Oe). Or, expérimentalement, ce n'est pas le cas puisqu'une forte augmentation de l'amplitude ainsi que de l'ouverture des pics de susceptibilité est observée lorsque la température augmente entre 10 K et 120K; Lorsque  $\mathbf{q}^i_{TbFe} = 90^\circ$ , une susceptibilité non nulle de la couche de TbFe doit donc contribuer aux variations de susceptibilités de la bicouche GdFe/TbFe en fonction de la température. L'ouverture des cycles observé en parallèle à l'augmentation de l'amplitude de susceptibilité renseigne sur le caractère irréversible de évolutions magnétiques au sein du TbFe. Outre la dépendance de la



coercitivité vis-à-vis de la température, de tels mouvements irréversibles au sein du TbFe peuvent également expliquer la dépendance de la coercitivité à 20 K vis-à-vis de la configuration magnétique au sein du TbFe.

Comme nous le savons depuis le chapitre II, la coercitivité de l'alliage  $Tb_{12}Fe_{88}$  augmente fortement en dessous de 100 K. Cette évolution est directement liée à l'évolution de l'intensité de l'anisotropie magnétocristalline des sites de Tb responsables du gel parfait des configurations magnétiques de la couche à 5 K. Plus la température augmente, plus le profil d'aimantation gelée dans la couche de TbFe est susceptible d'être modifié. Dans ce chapitre, nous avons défini la notion de traînage magnétique caractérisée, dans le cas de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ , par une variation de la configuration magnétique de la couche de TbFe, censée être gelée. Cet effet ne peut pas être à l'origine de cette susceptibilité liée au TbFe puisque les résultats présentés pour cette étude ont été obtenus sur le cinquième cycle successif qui est exactement identique au troisième et au quatrième cycles. Toutefois, nous pensons que, comme dans le cas des effets de traînage magnétique, au dessus de 10 K, l'augmentation des mouvements irréversibles dans le TbFe avec la température entraîne une augmentation du champ coercitif, d'autant plus importante que la configuration dans le TbFe est instable ou que l'activation thermique est grande. De tels comportements ont également été observés expérimentalement dans des bicouches AF/FM type  $FeF_2/Fe$  [Roy05] ou ferromagnétiques, NiO/FM, [Sch00][Sch04]. En dessous de 10 K, l'activation thermique n'est certainement pas suffisante pour permettre l'existence de mouvements dans la couche de TbFe mais, en revanche, facilite la nucléation de domaines dans le GdFe ; la diminution de la coercitivité entre 5 K et 10 K est certainement due à cet effet [Lei02].

*Tout au long de ce chapitre, de nouvelles informations ont été obtenues quant aux dépendances de la coercitivité du système  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ . Nous avons observé les effets de trois paramètres : la valeur de l'angle  $q^i_{TbFe}$  des moments de TbFe gelés à l'interface à basse température (Figure III.27a), la configuration magnétique de volume de cette même couche de TbFe (Figure III.27b) et enfin la température (Figure III.54). Grâce aux résultats de la simulation micromagnétique, nous avons pu montrer que la dépendance vis-à-vis de  $q^i_{TbFe}$  provient de l'énergie nécessaire au renversement de l'aimantation de la couche de GdFe, correspondant en première approximation à l'énergie de nucléation d'un domaine magnétique d'aimantation renversée. Des mesures de susceptibilité en fonction de la température ont ensuite permis d'expliquer la dépendance de la coercitivité vis-à-vis de la configuration magnétique au sein du TbFe et vis-à-vis de la température par des mouvements magnétiques irréversibles dans le volume de la couche de TbFe dont l'amplitude dépend à la fois de la stabilité de la configuration gelée et de l'activation thermique.*

## IV/ Conclusion du chapitre

Des phénomènes de décalage d'échange similaires à ceux observés dans  $\text{FeF}_2/\text{Fe}$  ou  $\text{MnF}_2/\text{Fe}$  (cf. chapitre I) ont été mesurés pour le système  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  [Man03]. Les évolutions du champ de décalage  $H_E$  et du décalage en aimantation peuvent être expliquées à l'aide d'un modèle simple basé sur deux hypothèses : 1) La bicouche peut être assimilée à une chaîne de spins unidimensionnelle ; 2) la configuration magnétique de la couche de TbFe se gèle lors du refroidissement sous champ. Les résultats expérimentaux à partir desquels ce modèle a été développé sont en parfait accord avec la simulation micromagnétique définie au premier chapitre. Celle-ci permet de calculer les configurations stables adoptées par la bicouche en fonction du champ en minimisant l'énergie totale du système (somme des énergies d'échange, d'anisotropie et Zeeman) dans l'hypothèse d'un système 1D (assimilé à une succession de plans d'aimantation, latéralement infinis).

La première partie de ce chapitre est dédiée à la description des différentes mesures réalisées sur la bicouche  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  afin de valider les deux hypothèses du modèle. Des mesures XRMS (dichroïsme magnétique), sélectives chimiquement, ont permis de suivre l'évolution de l'aimantation de chacun des sous-réseaux d'aimantation de Terres-Rares (Tb ou Gd) de manière indépendante. L'existence de 4 états magnétiques différents est confirmée : deux états, à faibles champs, dans lesquels les aimantations de TbFe et de GdFe sont antiparallèles (états  $\text{AP}^+$  et  $\text{AP}^-$ ), et deux états, sous champs plus intenses, dans lesquels une paroi magnétique d'interface est créée, (états  $\text{P}^+$  et  $\text{P}^-$ ). Les résultats de mesures de réflectivité de neutrons polarisés (RNP), réalisées à température ambiante ainsi qu'à différentes températures, ont permis d'obtenir des profils magnétiques dans la profondeur de la bicouche. A température ambiante, les configurations dégagées sont en très bon accord avec celles fournies par la simulation micromagnétique ainsi qu'avec les résultats des mesures XRMS. Les configurations magnétiques déduites des mesures RNP prouvent l'effet de gel au sein du TbFe. Durant le refroidissement sous champ, la configuration magnétique de la couche de TbFe se fige dans la configuration qui était la sienne à 300K sous un champ égal au champ de refroidissement. Ce phénomène est possible grâce aux propriétés d'anisotropie aléatoire de l'alliage. Ensuite, des mesures de résistance très précises ont permis de relier les configurations observées précédemment aux valeurs de décalage d'échange. Nous avons montré alors que  $H_E$  est uniquement fonction de l'angle des moments du dernier plan de TbFe à l'interface,  $\mathbf{q}^i_{\text{TbFe}}$ , indépendamment de la configuration de volume.  $\mathbf{q}^i_{\text{TbFe}}$  évolue avec la taille de la paroi magnétique gelée au sein de la couche de TbFe qui dépend elle-même de la valeur  $H_{cf}$  du champ de refroidissement. C'est de là que provient l'évolution de  $H_E$  en fonction de  $H_{cf}$ . Bien que les hypothèses du modèle soient validées pour des cas de refroidissement jusqu'à des températures comprises entre 5 K et 20 K, certains résultats restent inexplicables à l'aide du modèle originel. Ces limites ont donc fait l'objet d'une étude particulière.

Tout d'abord, des domaines latéraux ont été artificiellement introduits puis gelés au sein de la bicouche  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (100 nm) /  $\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  (50 nm). De nouvelles formes de cycles d'hystérésis sont alors obtenues contenant, par exemple, un double saut d'aimantation prouvant que chacun de ces domaines gelés se comporte de manière indépendante et produit son propre décalage en champ. Dans d'autres cas (mélange  $\text{AP}^+/\text{P}^+$ ), un seul saut est observé malgré des configurations de volume différentes confirmant que, si la valeur de  $H_E$  dépend uniquement de  $\mathbf{q}^i_{\text{TbFe}}$ , la valeur de  $M_{\text{shift}}$  dépend des configurations de volume au sein de la couche gelée.

Nous nous sommes ensuite intéressés au phénomène de traînage magnétique dans le système  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (100 nm)/  $\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  (50 nm) caractérisé par une augmentation de la valeur du champ de décalage  $H_E$  ainsi qu'une diminution de la coercitivité lorsque plusieurs cycles successifs de champ sont réalisés après refroidissement sous champ. Nous avons démontré grâce à des mesures de réflectométrie de neutrons polarisés que ce changement de décalage d'échange est lié à la rotation des moments de TbFe, censés être gelés à basse température. Ces mouvements, nommés « traînissants », sont induits par la relaxation de la paroi magnétique gelée dans le TbFe. L'augmentation de l'énergie de l'état métastable lorsque la valeur du champ de refroidissement augmente explique la dépendance de l'effet de traînage magnétique en fonction de  $H_{cf}$ . Nous avons également démontré, à l'aide d'une méthode originale de cycles mineurs, que les mouvements irréversibles au sein du TbFe se font durant le renversement de l'aimantation de GdFe lors du cycle en champ indépendamment de l'intensité ou de la direction du champ. Enfin, une étude des propriétés de décalage d'échange (mesures macroscopiques d'aimantation) et des configurations magnétiques (mesures RNP) a permis de mettre en évidence l'effet de l'activation thermique sur ce phénomène de traînage. Il a été observé que plus la température est importante, plus l'état magnétique atteint durant la relaxation est stable. Une transition de champ d'échange de négatif à positif en fonction de la température, équivalente à celle généralement observée en fonction de  $H_{cf}$ , a été observée. Nous avons ainsi démontré qu'il est possible de stabiliser une configuration magnétique de TbFe voulue, et donc une valeur de  $H_E$ , en choisissant un couple de valeur  $H_{cf}$ / température.

Enfin, les propriétés de coercitivité ont été étudiées en détail. Comme dans le système  $\text{FeF}_2/\text{Fe}$ , la valeur du champ coercitif  $H_C$  de la bicouche GdFe/TbFe possède une évolution non monotone en fonction de  $H_{cf}$  avec un maximum lorsque  $H_E$  est nul, i.e. comme nous venons de le voir lorsque  $\mathbf{q}^i_{\text{TbFe}}$  vaut  $90^\circ$ . Suite à nos mesures de résistance, il a été démontré que la valeur du champ coercitif dépendait d'une part de la valeur de  $\mathbf{q}^i_{\text{TbFe}}$  mais également de la configuration magnétique de volume. Nous avons montré qu'il est possible de séparer les deux contributions. La première dépendance vis-à-vis de  $H_{cf}$  provient des variations de l'énergie de nucléation de domaines d'aimantation renversée dans la couche de GdFe en fonction de l'angle des moments, considérés comme gelés, du dernier plan d'interface de TbFe. Des mesures de susceptibilité en fonction de la température ont permis de démontrer que la seconde contribution à la coercitivité, fonction également de  $H_{cf}$  et caractérisée par une dépendance vis-à-vis de la configuration gelée dans le volume du TbFe, est due à des mouvements irréversibles au sein du TbFe dont l'amplitude dépend de la configuration de volume et de la température.

# Chapitre IV

Magnéto-résistances d'interface dans les  
systèmes bicouches amorphes  
ferrimagnétique/ferrimagnétique



Au premier chapitre, nous avons discuté des différents systèmes utilisés permettant d'observer l'influence de parois magnétiques sur les propriétés de transport : films à aimantation perpendiculaire, objets lithographiés de formes différentes ou multicouches magnétiques. Nous avons conclu que le cas d'une bicouche couplée antiferromagnétiquement à l'interface est un système particulièrement propice à une telle étude du fait de la possibilité de contrôler une paroi unique de taille variable. De plus, nous avons remarqué qu'aucune étude n'a été réalisée sur des parois de domaines magnétiques dans des films amorphes. Or, depuis le chapitre II, nous savons que les propriétés de transport dans les matériaux amorphes sont différentes de celles observées dans les matériaux cristallins ou polycristallins. Enfin, Les études menées au chapitre III ont prouvé qu'il est possible de déterminer avec précision les configurations magnétiques d'une bicouche amorphe  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  à couplage interfacial antiferromagnétique. Dans ce chapitre IV, nous allons utiliser notre maîtrise de ces configurations afin d'étudier les effets de transport liés à la présence d'une paroi magnétique dans ce type de système bicouche amorphe. Dans un premier temps, nous présenterons les résultats de mesures de magnétorésistance réalisées sur une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  identiques à celles étudiées au chapitre III. S'il est possible de bien caractériser l'effet d'Anisotropie de MagnétoRésistance (AMR) dominant à bas champ, à plus haut champ, différents problèmes propres aux méthodes de mesures d'une part et au système  $GdFe/TbFe$  d'autre part sont mis en évidence. D'autres bicouches et modes opératoires seront donc envisagés afin de parer à ces problèmes. Le système  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}$  sera étudié plus en détail afin de conclure sur l'existence ou non d'effets de magnétorésistance de paroi dans ce type de bicouche amorphe ferrimagnétique/ferrimagnétique. Nous présenterons enfin des résultats de mesures de magnetotransport dans une spin-valve  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}/Cu/Gd_{40}Fe_{60}$  qui nous ont permis d'étudier l'influence de la paroi de domaines magnétiques créée au sein de la bicouche sur les variations de magnétorésistance géante.

## **I/ Magnétorésistances dans la bicouche $Gd_{40}Fe_{60}$ (100 nm)/ $Tb_{12}Fe_{88}$ (50 nm)**

Les mesures décrites dans la suite ont été réalisées dans une géométrie classique « 4 pointes » avec le courant se propageant dans le plan de croissance des couches (géométrie CIP). L'axe du courant est conservé parallèle à l'axe du champ et à l'axe d'anisotropie de la couche de  $GdFe$ . Une description plus précise des échantillons et des méthodes de prises de contact électrique est fournie au chapitre II.

## I.1) Premières mesures à température ambiante

### I.1.a] A champ faible

La figure IV.1 présente les résultats d'une mesure de résistance obtenue à 300 K sur un échantillon verre/Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> (100 nm)/ Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub> (50 nm)/Al (5 nm). Comme nous l'avons déjà vu dans les deuxième et troisième chapitres, les résultats de magnétorésistance obtenus à bas champs peuvent être interprétés en tenant compte uniquement du terme d'anisotropie de magnétorésistance. Dans le cas précis de la bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/ Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>, on observe un plateau pour les champs faibles lorsque les deux aimantations de GdFe et de TbFe sont antiparallèles de manière à satisfaire le couplage antiferromagnétique entre les deux films. Les aimantations des couches sont alors colinéaires à l'axe du courant et une valeur maximale de résistance est attendue ( $R''$ ).

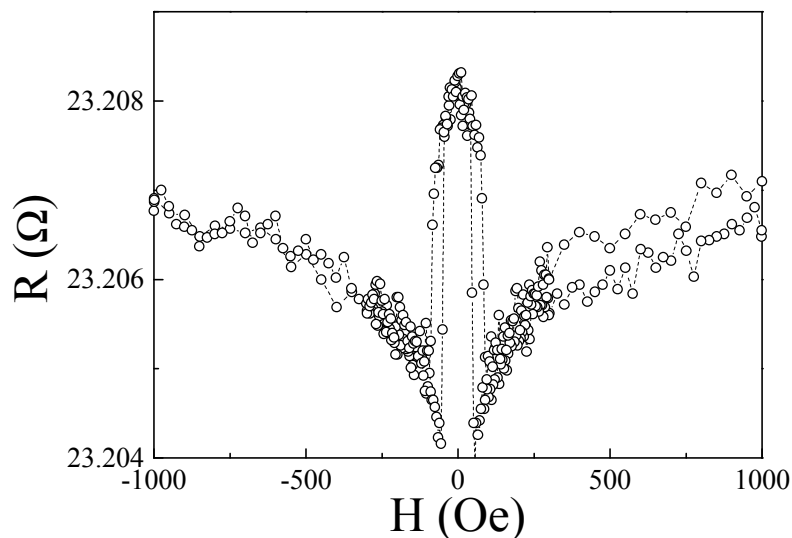


Figure IV.1. Courbe de résistance mesurée à température ambiante avec un champ magnétique parallèle à l'axe d'anisotropie du GdFe (et parallèle au courant électrique pour la mesure de résistance).

Lorsque le champ augmente, une chute de résistance apparaît pour un champ  $H=100$  Oe. Ce saut correspond à la création d'une paroi de domaines magnétiques majoritairement localisée dans le TbFe. L'axe de cette paroi, dont les propriétés ont été étudiées en détail au chapitre III, est perpendiculaire au plan de croissance des couches. La chute de résistance s'explique par le fait que les moments magnétiques qui composent cette paroi possèdent une composante perpendiculaire à l'axe du courant ; en terme d'AMR, leur contribution à la résistance est par conséquent plus faible que lorsqu'ils étaient colinéaires au courant. A 100 Oe, la paroi s'étend sur l'ensemble de la couche de TbFe puis, plus le champ magnétique augmente, plus elle est comprimée vers l'interface. Lors de cette compression, le nombre de moments ayant une composante perpendiculaire à l'axe du courant diminue et, par conséquent, la résistance augmente à nouveau (Figure IV.1).

### I.1.b] A champ fort

L'anisotropie de magnétorésistance ne suffit pas à expliquer les évolutions magnétorésistives pour des champs supérieurs à 1 kOe (Figure IV.2). En terme d'AMR, nous nous attendons à atteindre la même résistance à très fort champ qu'à champ nul puisque, dans les deux cas, les aimantations de  $Gd_{40}Fe_{60}$  et de  $Tb_{12}Fe_{88}$  (parallèles ou antiparallèles entre elles) sont alors colinéaires au courant. Or, au dessus de 1 kOe, une augmentation quasi-linéaire de la résistance est mesurée. La résistance à 7 T est alors nettement supérieure à  $R''$ . De telles variations linéaires positives ont été observées au chapitre II, lors de l'étude des couches de  $Gd_{40}Fe_{60}$  et de  $Tb_{12}Fe_{88}$  individuelles.

Pour pouvoir nous assurer que ce phénomène est dû aux caractéristiques des couches individuelles ainsi que dans un second temps pour s'en affranchir, il nous faut comparer le comportement magnétorésistif à 300 K de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}(100nm)/ Tb_{12}Fe_{88}(50nm)$  avec la variation d'une résistance équivalente  $R_{eq}$  calculée à partir des couches individuelles (Figure IV.2):

$$\frac{1}{R_{eq}} = \frac{1}{R_{Gd40Fe60}} + \frac{1}{R_{Tb12Fe88}}$$

L'ordre de grandeur des variations magnétorésistives à haut champ de  $R_{eq}$  est très similaire à celui des variations observées sur la bicouche (Figure IV.2). Pourtant, deux problèmes apparaissent ici dans l'optique d'une comparaison directe. Le premier problème provient de l'existence d'une différence de résistance d'environ  $1,5 \Omega$  entre  $R_{bicouche}(0 Oe) = 20.34 \Omega$  et  $R_{eq}(0 Oe) = 21.78 \Omega$ . Cette différence est de trois ordres de grandeur supérieure aux variations d'AMR observées sur la bicouche. Ce résultat confirme nos difficultés pour comparer les échantillons entre eux. Les incertitudes sur les concentrations, sur les épaisseurs et sur les résistances de contact sur les plots d'or sont certainement à l'origine de cette différence. Le second problème a pour origine le comportement magnétorésistif propre à la couche de  $Tb_{12}Fe_{88}$  individuelle. D'une part, à bas champ, la variation d'AMR liée au retournement d'aimantation de la couche individuelle est du même ordre de grandeur que la variation due à la création de la paroi magnétique au sein de la bicouche (encart de la figure IV.2); par conséquent, lorsque l'on soustrait l'évolution des couches seules à celle de la bicouche (afin de s'affranchir de la composante haut champ), on perd l'information AMR de la bicouche. D'autre part, à haut champ, les effets liés à la fermeture du cône des moments de Tb compliquent une étude précise des effets magnétorésistifs liés à la paroi magnétique. Enfin, même si nous ne l'avons pas traité ici, le fort champ coercitif du TbFe à basse température complique également cette étude.

La bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/ Tb_{12}Fe_{88}$  n'est donc certainement pas le meilleur système pour étudier les effets magnétorésistifs d'une paroi magnétique d'interface. Il nous faut trouver un système possédant deux couches amorphes, ayant de préférence des axes d'anisotropie uniaxiale parallèles et surtout dépourvues d'anisotropie aléatoire. L'alliage de  $Gd_{40}Fe_{60}$  répond à ces critères et sera donc conservé dans la nouvelle structure. La seconde couche remplaçant le  $Tb_{12}Fe_{88}$  doit de plus conserver un couplage antiferromagnétique à l'interface avec la couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$ . Enfin, pour privilégier les effets d'interface (liés à la paroi) devant les effets d'ordre dans le volume des matériaux amorphes, les épaisseurs des couches utilisées devront être réduites tout en s'assurant de pouvoir conserver une variation non négligeable de la taille de paroi avec le champ.



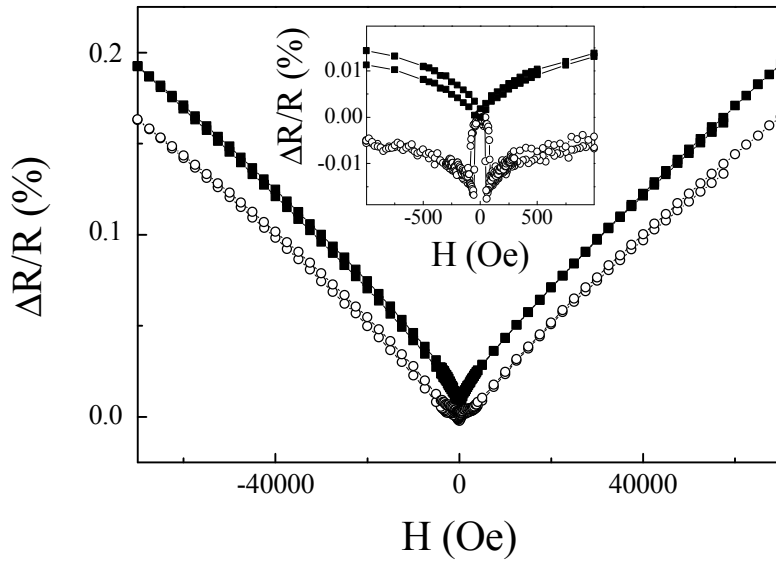


Figure IV.2. Comparaison entre la magnétorésistance  $[R(H)-R(0Oe)]/R(0Oe)$ , en fonction du champ magnétique  $H$ , mesurée à 300 K avec un champ magnétique parallèle à l'axe d'anisotropie du  $GdFe$  (et parallèle au courant électrique) sur une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm)/  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm)/ $Al(5\text{ nm})$  et la magnétorésistance d'un système fictif contenant une couche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm)/  $Al(5\text{ nm})$  et une couche  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm)/  $Al(5\text{ nm})$  magnétiquement indépendantes à 300 K dans la même géométrie que décrite pour la figure (a). En encart : zoom à bas champ.

Dans la suite nous allons décrire les propriétés magnétiques et résistives des systèmes  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_xFe_{1-x}$  susceptibles de convenir aux critères définis précédemment. Dans un second temps, nous définirons des procédures d'élaboration qui vont nous permettre une meilleure comparaison entre les couches individuelles découplées magnétiquement et la bicouche, et ainsi faciliter l'extraction de la contribution résistive liée à la paroi magnétique.

## **II/ Obtention d'un système optimisé et procédures**

### **II.1) Obtention d'un système optimisé pour l'étude des magnétorésistances d'interface**

Suite aux problèmes expérimentaux rencontrés durant notre étude du système  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ , nous avons choisi d'étudier le système  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_xFe_{1-x}$ . L'utilisation dans la seconde couche de Gd à la place du Tb permet de minimiser les phénomènes d'anisotropie aléatoire puisque le Gd est un ion S (i.e. son moment cinétique orbital est nul comme nous l'avons vu au chapitre II) tout en gardant malgré tout une structure amorphe. Nous savons que le couplage d'échange ferromagnétique entre les spins de Fe domine le couplage d'échange entre les spins de Gd et Fe ( $|J^{TR-TR}| < |J^{MT-TR}| < |J^{MT-MT}|$ ). Or, dans la couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$ ,

l'aimantation résultante est portée, à toute température, par le sous-réseau de moments de Gd ; par conséquent, afin de conserver un couplage antiferromagnétique entre les aimantations résultantes des deux couches, il nous faut sélectionner une concentration en Gd telle que l'aimantation du sous-réseau de fer soit dominante dans la seconde couche. Sur la figure II.5, il apparaît que le Fe n'est plus dominant sur toute la gamme de températures étudiée (5 K à 300 K) pour des concentrations en Gd supérieures à 20 %. Dans la suite, nous allons présenter les études réalisées pour des alliages avec  $x = 0, 5$  et 10% (au vu de la précision que nous pouvons atteindre sur les concentrations, il serait dérisoire de faire des pas plus fins).

### II.1.a] Etude des bicouches $Gd_{40}Fe_{60}/Fe$ et $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_5Fe_{95}$

Le premier système envisagé est la multicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm)/ Fe (50 nm)/ Al (5 nm). Les mesures magnétiques et résistives réalisées sur cette bicouche montrent que l'état antiparallèle est mal défini, ce qui se caractérise par des plateaux de résistance arrondis autour du champ nul (Figure IV.3a). Deux larges pics négatifs de part et d'autre du champ nul ainsi qu'une pente négative à fort champ sont observés.

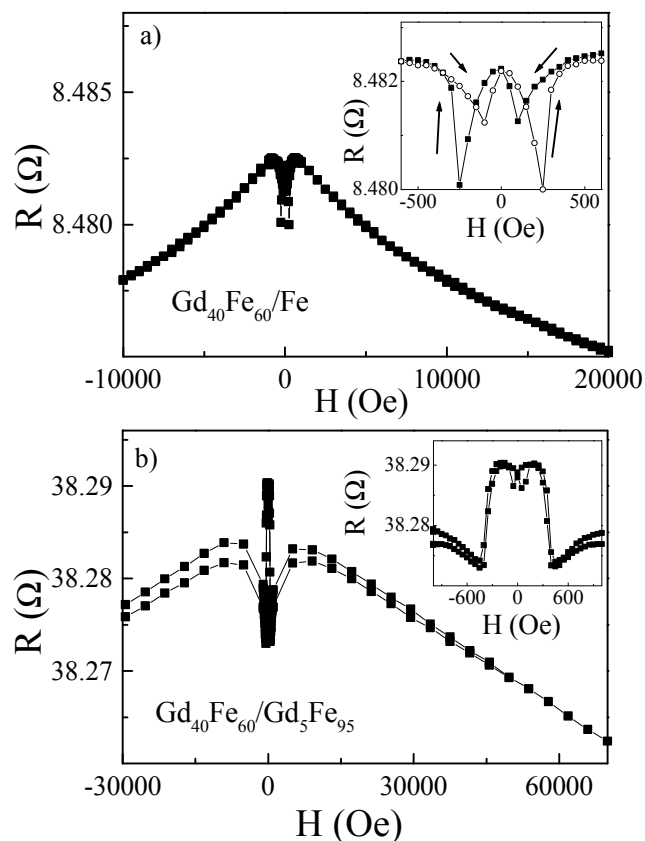


Figure IV.3. Résistance des bicouches a)  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm)/Fe (50 nm) et b)  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ $Gd_5Fe_{95}$  (30 nm)/ Al (5 nm) en fonction de l'intensité d'un champ magnétique appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie de la couche de GdFe à 300 K. En encart de (a) et (b) : zoom sur la partie bas champ de la courbe principale.

Ces variations se retrouvent sur une couche de Fe seule et ne sont donc pas dues à la présence de la paroi. La pente magnétorésistive à haut champ s'explique probablement par le fait que la couche de fer n'est pas amorphe. En effet, dans ces conditions, à température ambiante, l'augmentation du champ tend à faire disparaître les magnons, générant une diminution de résistance, comme décrit au premier chapitre [War99]. La faible résistivité de la couche de Fe,  $r''_{\text{Fe}} = 43.85 \mu\Omega.\text{cm}$ , semble confirmer sa non-amorphicité. La bicouche  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (100 nm)/ Fe (50 nm) n'est donc pas le bon système pour notre étude. La couche de fer n'est certainement pas amorphe et, de plus, la configuration "antiparallèle" n'est pas bien définie sous champ nul. En ajoutant un léger pourcentage de Gd, il doit être possible d'amorphiser la couche en ajoutant un désordre suffisant [Moo84][Aus83].

La bicouche  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (30nm)/  $\text{Gd}_5\text{Fe}_{95}$ (30 nm) présente un comportement à bas champ beaucoup plus proche du comportement souhaité. Le plateau de résistance à champ nul est mieux défini (Figure IV.3b). De plus, la diminution des épaisseurs a permis d'augmenter l'influence relative de la contribution d'AMR due à la création de la paroi magnétique d'interface par rapport aux contributions magnétorésistives caractéristiques des couches individuelles ; les pics de résistance dus au renversement de la couche de  $\text{Gd}_5\text{Fe}_{95}$  sont en effet largement réduits par rapport au cas précédent. Toutefois, le comportement à haut champ correspond toujours à une diminution de résistance avec l'augmentation du champ. La résistivité  $r''_{\text{Gd}_5\text{Fe}_{95}} \sim 100 \pm 30 \text{ n}\Omega.\text{cm}$ , mais on peut noter, que d'un échantillon à l'autre, les bicouches  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (30nm)/  $\text{Gd}_5\text{Fe}_{95}$ (30 nm) ont des résistances et des pentes magnétorésistives à haut champ très différentes. Cela montre que 5% de Gd est une concentration charnière entre l'état métallique normal du Fe pur et le comportement métallique amorphe similaire à  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$ . Cela confirme malheureusement également le manque de précision sur la concentration ( $\pm 5 \%$ ) que nous avons lors de l'élaboration des échantillons.

## II.1.b] Etude de la bicouche $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$ (30 nm)/ $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$ (30 nm)

### **Etude des propriétés magnétiques de la bicouche**

L'évolution de l'aimantation de la bicouche  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (30 nm)/  $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  (30 nm) en fonction du champ magnétique à 300 K présente les caractéristiques typiques d'un couplage antiferromagnétique (Figure IV.4a). Lorsque le champ diminue à partir de l'état de saturation, la valeur d'aimantation décroît lentement jusqu'au renversement en champ positif d'une des deux couches constitutives de la bicouche. Cette diminution progressive de l'aimantation est due à la décompression progressive d'une paroi magnétique d'interface créée par la compétition entre l'énergie Zeeman et le couplage d'échange antiferromagnétique d'interface. L'aimantation de la couche  $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  se retourne dans la direction des champs négatifs à 150 Oe pour satisfaire le couplage antiferromagnétique d'interface. Lorsque le champ diminue encore, un second saut d'aimantation apparaît à -10 Oe. Ce saut correspond au renversement des aimantations de l'ensemble de la bicouche et est initié à cause du renversement de l'aimantation du  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  diminuant l'énergie Zeeman du système. A -150 Oe, une nouvelle paroi magnétique est formée à l'interface de la bicouche dont l'épaisseur diminue (compression de la paroi) lorsque l'intensité du champ augmente dans la direction négative.

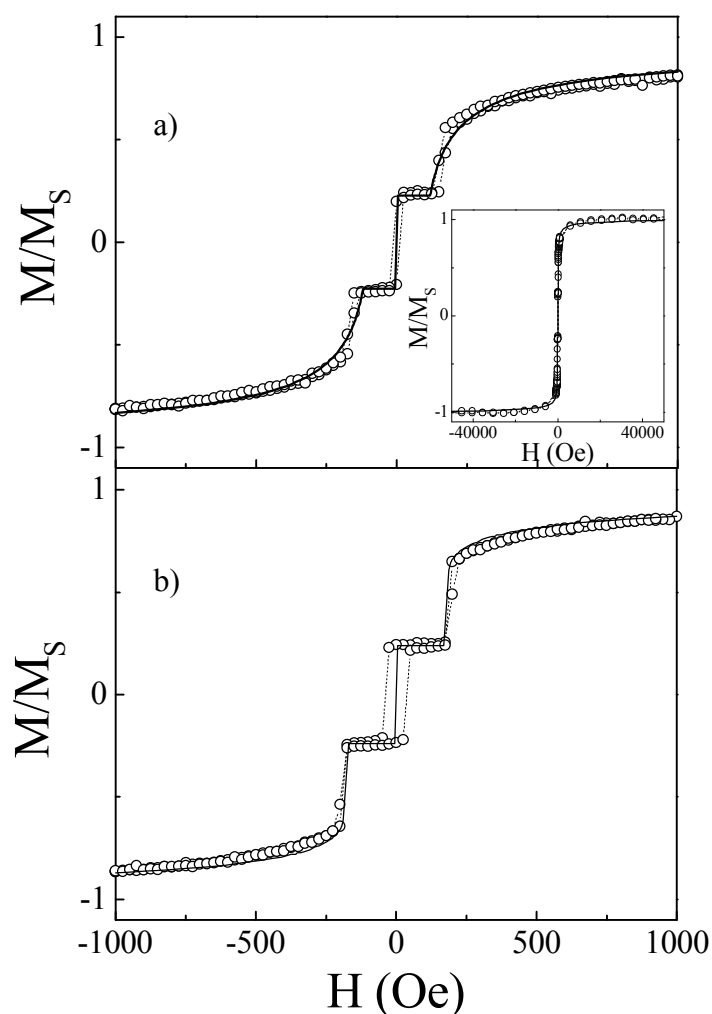


Figure IV.4. Courbe d'aimantation d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/ Al ( 5 nm) à 300 K (a) et à 5 K (b) lorsque le champ magnétique est appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie du  $Gd_{40}Fe_{60}$ . La ligne en trait continu correspond au résultat de la simulation micromagnétique. En encart: mesure d'aimantation présentée en (a) sur une échelle de  $\pm 50$  kOe.

La figure IV.4b représente la courbe d'aimantation de la même bicouche mesurée à 5 K. Contrairement au cas de la bicouche  $GdFe/TbFe$ , sa forme est similaire à celle de la courbe obtenue à 300 K. En comparant ces mesures d'aimantation avec les résultats de la simulation micromagnétique décrite au premier chapitre (Figure IV.4), on observe un excellent accord en prenant les paramètres donnés dans le tableau IV.1 (seules sont présentées ici les courbes d'aimantation à 5 K et 300 K, mais nous avons obtenu le même excellent accord entre les courbes expérimentales et simulées à 200 K, 100 K et 50 K); on peut remarquer que ces valeurs sont proches de celles obtenues à partir des couches simples au chapitre II.

Tableau IV.1. Constantes d'échange ( $A$ ), d'anisotropie ( $K$ ), aimantations ( $M_S$ ) caractéristiques des couches  $Gd_{40}Fe_{60}$  et  $Gd_{10}Fe_{90}$  utilisées dans la simulation des courbes  $R(H)$  et  $M(H)$  de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm) à 300 K, 200 K, 100 K, 50 K et 5 K.

Couche	T (K)	$A$ (erg.cm <sup>-1</sup> )	$K$ (erg.cm <sup>-3</sup> )	$M_S$ (emu.cm <sup>-3</sup> )
$Gd_{40}Fe_{60}$	300 K	$5. 10^{-7}$	$2,9. 10^4$	586
	200 K	$5. 10^{-7}$	$6,1. 10^4$	812
	100 K	$5. 10^{-7}$	$1. 10^5$	962
	50 K	$5. 10^{-7}$	$1,3. 10^5$	1048
	5 K	$5. 10^{-7}$	$1,3. 10^5$	1096
$Gd_{10}Fe_{90}$	300 K	$2,2. 10^{-7}$	$1. 10^4$	370
	200 K	$2,2. 10^{-7}$	$1,5. 10^4$	472
	100 K	$2,5. 10^{-7}$	$2. 10^4$	583
	50 K	$2,2. 10^{-7}$	$4.10^4$	632
	5 K	$2,2. 10^{-7}$	$6,7. 10^4$	677
Interface	$A' = -15 \text{ erg.cm}^{-2}$			

### Etude des propriétés résistives de la bicouche

La figure IV.5 présente l'évolution de la résistance d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm). Ces mesures ont été réalisées avec les substrats décrits au chapitre II. A bas champ, l'évolution de résistance peut tout à fait s'expliquer en terme d'anisotropie de magnétorésistance comme le montre l'évolution de la résistance calculée à partir des configurations magnétiques déduites des mesures d'aimantation (Figure IV.4).

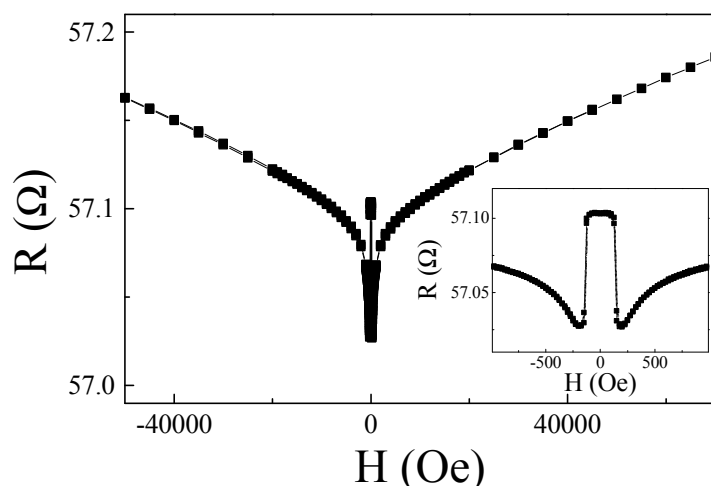


Figure IV.5. Courbe de résistance en fonction de l'intensité du champ magnétique d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/Si (8 nm) mesurée à 300 K avec le courant parallèle à l'axe d'anisotropie de la couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$ . En encart : Zoom sur la partie bas champ.

A haut champ, on retrouve une pente magnétorésistive positive ; elle tend à confirmer que l'ensemble de la bicouche est amorphe. En revanche, ce phénomène, contrairement au cas de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (100 nm)/  $Tb_{12}Fe_{88}$  (50 nm), n'est plus largement supérieur à l'amplitude des variations d'AMR grâce à la diminution des épaisseurs des couches qui renforce l'importance des effets magnétorésistifs autour de l'interface devant les effets de volume. Les études des propriétés magnétiques et résistives de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30nm) prouvent donc que ce système rassemble les conditions nécessaires à notre étude sur les magnétorésistances de paroi magnétique. Voyons maintenant les procédures que nous pouvons utiliser pour faciliter l'extraction de la contribution résistive intrinsèque à l'interface magnétique de cette bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30nm).

## II.2) Procédures

Les études précédentes ont mis en évidence les difficultés rencontrées pour reproduire deux échantillons à l'identique lors d'évaporations successives (problèmes d'épaisseurs, de résistance de contact, etc.). Dans le but d'éliminer ces sources d'erreur, nous avons développé deux procédures d'élaboration ou de caractérisation permettant un meilleur contrôle des couches étudiées.

### II.2.a] Procédure 1

Afin de diminuer les problèmes de résistance de contact et de supprimer l'erreur sur les concentrations et épaisseurs des couches comparées, nous avons choisi de comparer la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30nm)/ Si (8 nm) dans laquelle les couches sont couplées à une tricouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/Si(30nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30nm)/ Si (8 nm) où la couche Si joue le rôle d'un espaceur entre les couches permettant de les découpler magnétiquement. Nous avons choisi une épaisseur de silicium relativement élevée (30 nm) pour nous assurer d'un bon découplage magnétique. Nos mesures de résistances sont réalisées dans une géométrie CIP, i.e. avec le courant circulant dans le plan des couches ; la couche de silicium, escomptée très résistive, ne doit pas court-circuiter le passage du courant dans les couches  $Gd_{40}Fe_{60}$  ou  $Gd_{10}Fe_{90}$  (Figure IV.6a).

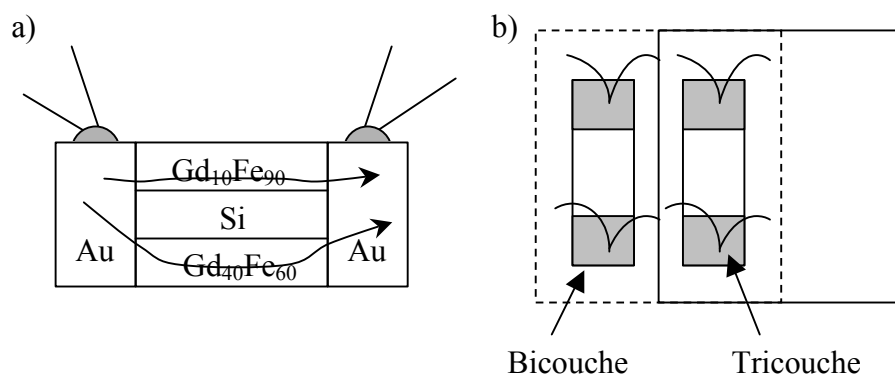


Figure IV.6. a) Schéma du passage du courant attendu pour une tricouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/Si (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30nm). b) Disposition des lames lors du dépôt simultané de la bicouche et de la tricouche. L'espace rectangulaire délimité par les segments continus correspond à la position de l'ouverture du cache coulissant lors de l'évaporation de la couche de Si centrale. La lame bicouche est ensuite cachée.

De plus, afin de réaliser des couches de  $Gd_{40}Fe_{60}$  et  $Gd_{10}Fe_{90}$  ayant les caractéristiques les plus proches possible dans les deux systèmes, nous avons réalisé la bicouche et la tricouche simultanément à l'aide d'un cache coulissant in-situ (cf. chapitre II) permettant de cacher la lame bicouche lors du dépôt du silicium central (Figure IV.6b). Grâce à cette méthode de dépôt, nous devrions éliminer toute différence de concentration ou d'épaisseur entre les couches de GdFe de la bicouche et de la tricouche. Dans cette dernière, la couche de  $Gd_{10}Fe_{90}$  déposée sur la couche de Si est considérée identique à la structure de la même couche déposée sur la couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$ .

## II.2.b] Procédure 2

Dans la procédure 1, il peut toujours exister des problèmes de résistance de contact. En effet, chaque substrat, composé d'une lame de verre recouverte à ses deux extrémités de zones d'or sur lesquelles sont pris des contacts électriques, peut différer de son voisin en fonction de la qualité de ce contact électrique. Nous avons donc décidé d'utiliser une technique de lithographie UV pour prendre des contacts électriques mieux définis sur nos échantillons.

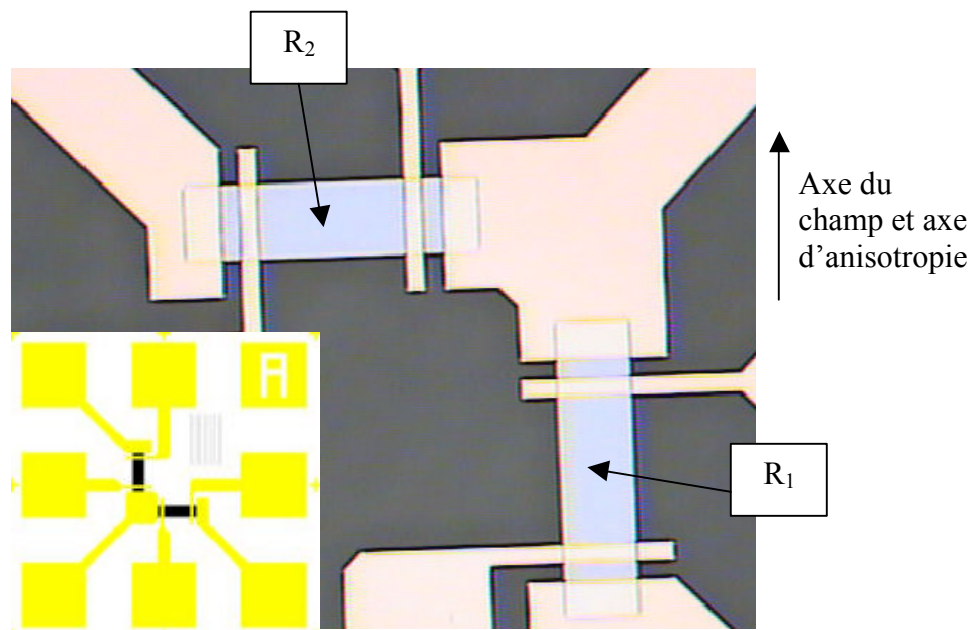


Figure IV.7. Photographie d'un échantillon  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30nm) lithographié. Deux barreaux magnétiques, notés  $R_1$  et  $R_2$ , de dimensions latérales  $200 \times 800 \text{ nm}^2$  et les connexions d'Or servant aux mesures résistives 4 pointses sont visibles. En encart : schéma du motif lithographié complet (tourné de  $180^\circ$  par rapport à la photo principale). Les larges carrés sur la périphérie du motif sont les plots d'or sur lesquels sont pris les contacts électriques avec le système de mesures électriques. La largeur totale réelle du motif est de  $0.5 \times 0.5 \text{ cm}^2$ .

Dans cette procédure, nous élaborons dans un premier temps les multicouches (bicouches ou tricouches) à étudier sur des lames de verre. Puis, par une succession d'étapes lithographiques classiques (lithographie UV et gravure argon), des barreaux magnétiques sont découpés dans ces couches. La figure IV.7 représente un « motif » gravé dans un film de  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30nm) contenant deux barreaux magnétiques perpendiculaires d'aire  $200 \times 800 \mu m^2$ . Une fois que les barreaux de matière sont découpés, un second jeu d'étapes lithographiques permet de déposer des contacts Ti/Au à différents endroits du barreau (Figure IV.7). Ces contacts mènent à des plots d'or beaucoup plus gros sur lesquels il est possible de prendre facilement un contact électrique. Pour un motif comptant deux barreaux magnétiques orientés à  $90^\circ$  l'un de l'autre, les contacts d'or sont placés sur les barreaux magnétiques de manière à pouvoir réaliser une mesure 4 pointes sur les deux barreaux simultanément.

La possibilité de mesurer sur le même échantillon deux barreaux perpendiculaires l'un à l'autre permet de supprimer les contributions à la résistance possédant une symétrie axiale (typiquement les effets d'AMR) [Mib98][Gor99]. En effet, lorsqu'on considère la même configuration magnétique pour les deux barreaux (censés être parfaitement identiques), la direction du courant par rapport à cette aimantation change d'un barreau à l'autre. Si, pour le premier barreau, on peut écrire par exemple :

$$R_1 = R_{//} + (R_{\perp} - R_{//}) \sin^2 \mathbf{q}$$

alors la résistance du second barreau s'écrit :

$$R_2 = R_{//} + (R_{\perp} - R_{//}) \cos^2 \mathbf{q}$$

Et, par conséquent, la somme des résistances des deux barreaux est une valeur qui ne dépend plus de l'angle entre le courant et l'aimantation. Cette somme est donnée par l'expression :

$$R_1 + R_2 = R_{//} + R_{\perp}$$

Cette procédure permettra de faciliter le travail d'extraction de la résistance intrinsèque due à l'interface magnétique (affranchie de la contribution d'AMR). Nous avons réalisé deux échantillons lithographiés, une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/ Si (8 nm) et une tricouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ Si (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/ Si (8 nm), dont nous avons comparé leurs évolutions magnétorésistives.



## III) Résultats expérimentaux des procédures 1 et 2

### III.1) Procédure 1

#### III.1.a] Etude de la tricouche $Gd_{40}Fe_{60}$ (30 nm)/ Si (30 nm)/ $Gd_{10}Fe_{90}$ (30 nm)

#### Etude des propriétés magnétiques

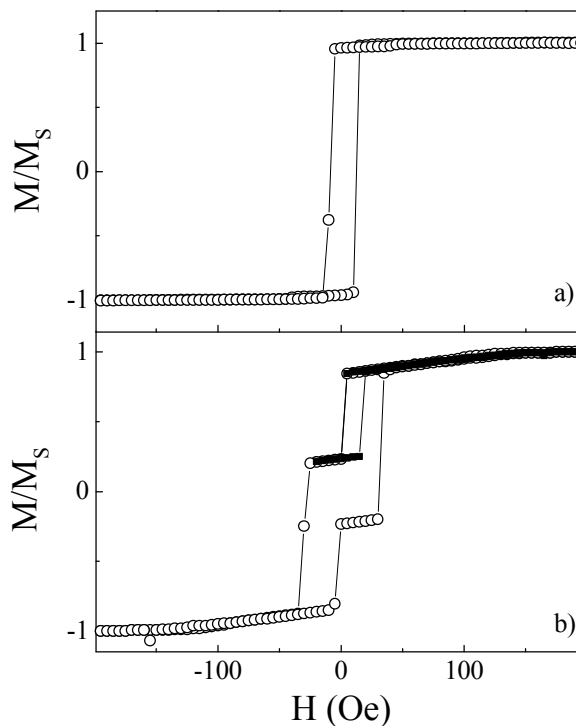


Figure IV.8. Courbes d'aimantation en fonction du champ mesurées sur une tricouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ Si (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/ Si (8 nm) à 300 K (a) et 100 K (b). La courbe représentée par les symboles carrés pleins correspond à un cycle mineur réalisé à 100 K.

Les figures IV.8a et IV.8b représentent respectivement les courbes d'aimantation obtenues à 300K et 100K en fonction du champ magnétique appliqué parallèlement à l'axe facile de la couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$  pour une tricouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ Si (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm). Nous avons vérifié que la valeur d'aimantation à saturation correspond bien à la somme des aimantations de  $Gd_{40}Fe_{60}$  et  $Gd_{10}Fe_{90}$  déduites des couches simples. A 300K, un seul saut d'aimantation est observé tandis qu'un double saut d'aimantation est observé à 100K. Les deux sauts d'aimantation correspondant aux retournements des deux couches sont bien marqués. En revanche la légère diminution de l'aimantation, pour  $|H| < 100$  Oe, peut certainement être attribuée à l'absence d'anisotropie uniaxiale au sein de la couche de  $Gd_{10}Fe_{90}$  (cf. chapitre II). Enfin le léger décalage (de quelques Oe) du cycle d'hystérésis mineur correspondant au retournement de la couche de  $Gd_{10}Fe_{90}$  semble témoigner d'un faible couplage antiferromagnétique entre les deux couches (ce qui semble surprenant vu l'épaisseur de la

couche de Si). Nous n'avons pas étudié l'origine de ce couplage potentiel. Quelle que soit sa nature, il doit être très faible et l'aimantation à saturation est atteinte dès 100 Oe. Le même type de cycle, i.e. possédant deux sauts d'aimantations bien distincts, est observé pour des températures inférieures ou égales à 150 K.

### Etude des propriétés résistives

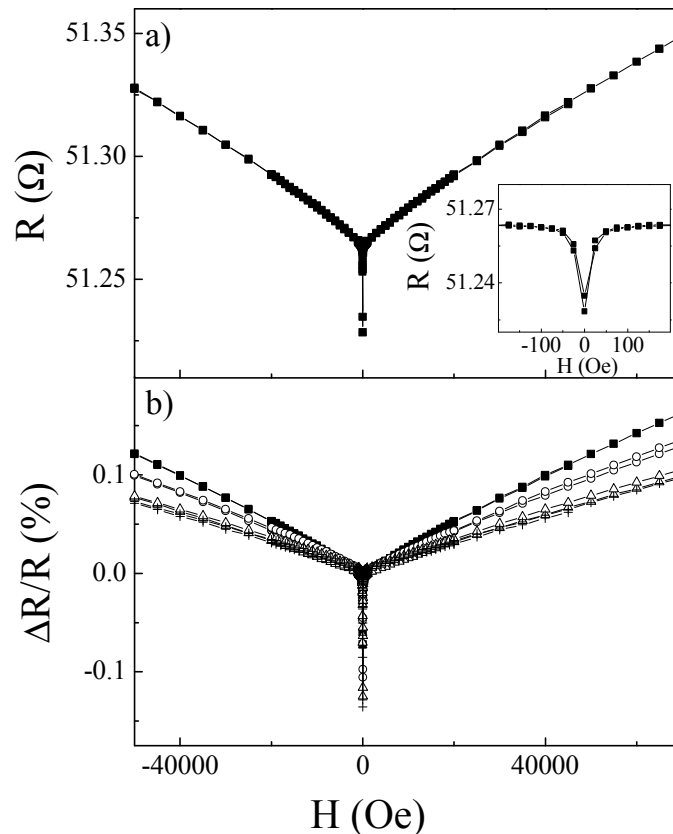


Figure IV.9. a) Résistance d'une tricouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ Si (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/Si(8 nm) à 300 K, le courant étant appliqué parallèlement au champ et à l'axe d'anisotropie de la couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$ . En encart : zoom de la courbe principale entre 200 Oe et -200 Oe. b) Comparaison entre les variations magnétorésistives de la même tricouche pour différentes températures : 300 K (carrés pleins), 200 K (ronds vides), 100K (triangles vides) et 50 K (croix).

La figure IV.9a présente le résultat d'une mesure de résistance en fonction du champ magnétique obtenue à 300 K sur une tricouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ Si (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm) dans le cas où l'axe du champ est confondu avec l'axe du courant électrique et avec l'axe d'anisotropie de l'alliage  $Gd_{40}Fe_{60}$ . La pente magnétorésistive à haut champ est clairement visible. Si l'on se focalise sur une région à bas champ, on observe un palier de résistance entre - et +1000 Oe. Au centre de ce palier, entre - et +100 Oe, on peut noter une brusque variation de résistance (encart Figure IV.9a). Cette région correspond à celle pour laquelle une diminution de l'aimantation était précédemment observée (Figure IV.8) et l'évolution magnétorésistive est donc certainement due à une variation d'AMR liée au renversement de l'aimantation de l'alliage  $Gd_{10}Fe_{90}$ . Ce comportement résistif de la tricouche est similaire pour

chaque température étudiée ; l'amplitude du pic central augmente tandis que la pente positive pour  $H > 1000$  Oe diminue lorsque la température diminue (Figure IV.9b). Ces évolutions sont celles observées sur la couche simple de  $Gd_{10}Fe_{90}$ . Nous avons vu au chapitre II que la magnétorésistance positive à haut champ du film  $Gd_{40}Fe_{60}$  est largement négligeable devant celle du film  $Gd_{10}Fe_{90}$ . C'est, par conséquent, le comportement résistif de cette dernière couche qui est à l'origine de la majorité des variations de résistance observées sur la tricouche en fonction du champ et en fonction de la température.

### III.1.b] Comparaison entre les mesures résistives réalisées sur la bicouche et sur la tricouche

La figure IV.10 présente une comparaison entre les courbes de résistance en fonction du champ mesurées sur la bicouche et sur la tricouche à 300 K. Les pentes à haut champ semblent similaires d'une courbe à l'autre ; toutefois, une différence d'environ  $6 \Omega$  existe entre les résistances de la tricouche et de la bicouche à champ nul.

Les deux échantillons ayant été réalisés simultanément, les deux couches magnétiques peuvent donc être considérées comme identiques (mêmes épaisseurs et mêmes concentrations) pour les deux échantillons mesurés. Si la différence ne provient pas des couches magnétiques, il nous semble raisonnable de la considérer comme indépendante du champ magnétique. Par conséquent, on peut la calculer en comparant les résistances de la bicouche et de la tricouche pour des configurations magnétiques de résistance identique. Pour  $H = 100$  Oe, dans la bicouche, les deux aimantations sont antiparallèles mais colinéaires à l'axe du champ tandis que dans la tricouche nous avons vu que les deux aimantations sont uniformément parallèles au champ et donc au courant. Dans les deux cas, la contribution d'AMR est identique. Nous avons choisi la valeur de 100 Oe, au lieu de 0 Oe, pour éviter de tenir compte de l'effet d'AMR lié au retournement de la couche  $Gd_{10}Fe_{90}$  dans la tricouche autour du champ nul.

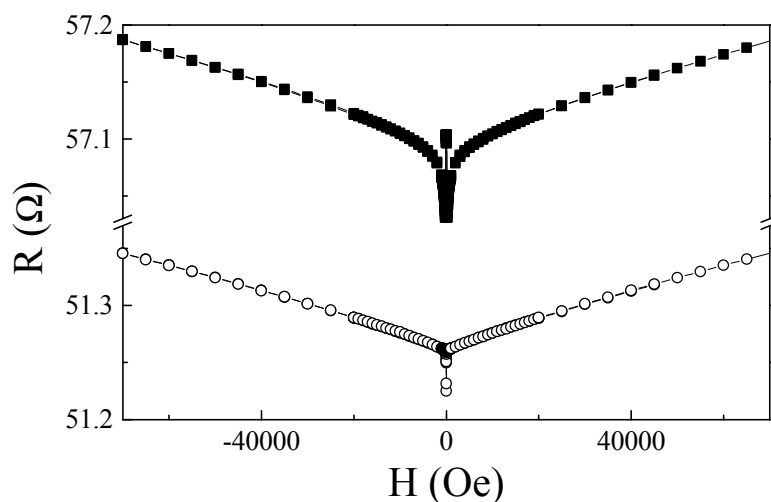


Figure IV.10. Résistance d'une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/Si (8 nm) (carrés pleins) et d'une tricouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ Si (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/ Si (8 nm) (ronds vides) en fonction de l'intensité du champ magnétique appliqué à 300 K.

Sans rien préjuger de la cause de cette résistance supplémentaire de  $6 \Omega$ , mais en faisant l'hypothèse qu'à 100 Oe si le courant passait uniquement dans les couches magnétiques, les systèmes bicouches et tricouches présenteraient des résistances identiques, on peut donc éliminer la résistance supplémentaire de deux manières différentes :

- 1) On peut considérer une conductance supplémentaire indépendante du champ, par exemple générée par la couche de Si dans la tricouche. Dans ce cas, on peut la calculer comme:

$$G_{sup} = G_{bicouche}(100 \text{ Oe}) - G_{tricouche}(100 \text{ Oe})$$

où  $G_{sup}$  est une conductance supplémentaire indépendante du champ magnétique.

Dans cette hypothèse, la différence de conductance corrigée entre la bicouche et la tricouche est notée  $DG_C$  et s'exprime comme :

$$DG_C = G_{bicouche} - (G_{tricouche} + G_{sup}) = \frac{I}{R_{bicouche}} - \frac{I}{R_{tricouche}} - \frac{I}{R_{bicouche}(100 \text{ Oe})} + \frac{I}{R_{tricouche}(100 \text{ Oe})}$$

- 2) On peut encore définir une résistance supplémentaire indépendante du champ, liée par exemple à des résistances de contact différentes d'un échantillon à l'autre ; sa valeur est donnée par :

$$R_{sup}(H) = R_{bicouche}(H = 100 \text{ Oe}) - R_{tricouche}(H = 100 \text{ Oe})$$

où  $R_{sup}$  est une résistance supplémentaire indépendante du champ magnétique.

Dans cette hypothèse, la différence de conductance corrigée entre la bicouche et la tricouche est notée  $DG_R$  et s'exprime comme :

$$DG_R = \frac{I}{R_{bicouche}} - \frac{I}{R_{tricouche} + R_{sup}} = \frac{I}{R_{bicouche}} - \frac{I}{R_{tricouche} + R_{bicouche}(100 \text{ Oe}) - R_{tricouche}(100 \text{ Oe})}$$

En réalité, ces deux cas ne sont pas dissociables et il faudrait pouvoir tenir compte simultanément de  $G_{sup}$  et  $R_{sup}$ . Toutefois, il semble impossible de connaître leur poids relatif. Pour notre étude, nous avons donc dû les traiter de manière indépendante. Enfin, puisque nous considérons que la différence de résistance à bas champ ne dépend pas des épaisseurs ou des concentrations des couches magnétiques, nous ne présenterons pas dans la suite la correction à l'aide des conductances (ou résistances) normalisées. Nous avons toutefois vérifié que cette correction mène à des résultats très similaires (évolutions et amplitudes) à ceux obtenus à l'aide des deux autres corrections.

La figure IV.11a représente l'évolution de  $1/G_{sup}$  en fonction de la température. On peut revenir sur l'hypothèse concernant le rôle de la couche de Si centrale de la tricouche. Si on considère que la conductance supplémentaire provient uniquement de cette couche de Si, alors la résistivité de cette couche serait de l'ordre de quelques  $m\Omega.cm$ . Cette résistivité

semble très faible par rapport à ce qu'on attendrait d'une couche de Si cristallin mais n'est pas totalement inenvisageable dans le cas d'une couche de Si amorphe portant un grand nombre de défauts structuraux. La diminution de  $1/G_{sup}$  lorsque la température augmente est cohérente avec cette hypothèse. La figure IV.11b représente l'évolution de  $R_{sup}$  en fonction de la température. La valeur de  $R_{sup}$  augmente linéairement lorsque la température croît. Une telle évolution est en accord avec une résistance métallique supplémentaire.

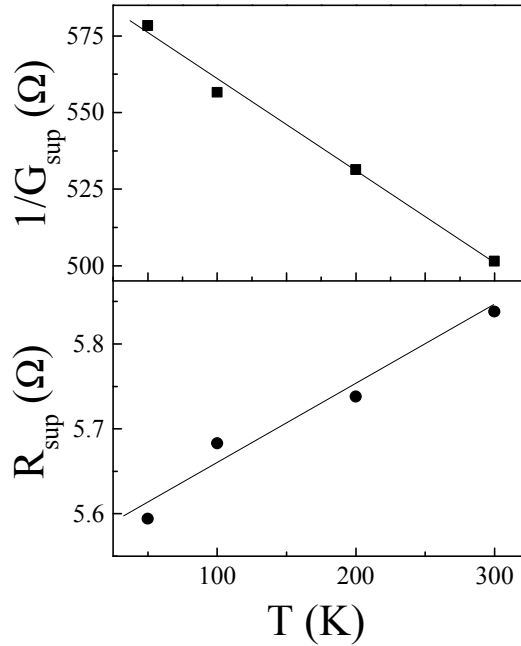


Figure IV.11. a) Evolution de la résistance  $1/G_{sup}$  en fonction de la température. b) Evolution de la résistance  $R_{sup}$  en fonction de la température. Les lignes sont des guides visuels.

Pouvant désormais comparer directement la conductance de la bicouche et de la tricouche, nous allons extraire de leur différence la variation de conductance liée a priori uniquement à l'existence d'une interface magnétique couplant les couches de GdFe entre elles. Il est possible de comparer  $DG_C$  et  $DG_R$  avec la variation d'anisotropie de magnétorésistance prévue par la simulation micromagnétique. En effet, grâce aux mesures d'aimantation en fonction du champ présentées précédemment (Figure IV.9), il est possible de connaître la configuration magnétique adoptée par la bicouche à 300 K quel que soit le champ magnétique et par conséquent de calculer la variation d'anisotropie de magnétorésistance théoriques.

Pour simplifier la présentation des résultats, nous n'allons décrire que les évolutions de  $DG_R$ . En effet, on peut montrer, à l'aide d'un développement limité justifié par  $R_{tricouche} \gg [R_{bicouche}(100 \text{ Oe}) - R_{tricouche}(100 \text{ Oe})]$  que :

$$DG_C = DG_R + \left( \frac{I}{R_{tricouche}(100 \text{ Oe})} - \frac{I}{R_{bicouche}(100 \text{ Oe})} - \frac{R_{tricouche}(100 \text{ Oe})}{R_{tricouche}^2(H)} + \frac{R_{bicouche}(100 \text{ Oe})}{R_{tricouche}^2(H)} \right)$$

Or, la partie entre parenthèses de cette expression est de l'ordre de quelques pour-cent de  $DG_R$ . En premier approximation, on peut donc considérer que les valeurs  $DG_C$  et  $DG_R$  sont

équivalentes. Nous avons vérifié que les formes et amplitudes de ces deux courbes ne sont pas drastiquement différentes dans la gamme de températures et de champs étudiée.

### III.1.c] Comportements de $\mathbf{DG}_R$ et évolutions en fonction de la température

Une comparaison entre  $\mathbf{DG}_R$  et  $\mathbf{DG}_{AMR}$  obtenues à 300 K est présentée sur la figure IV.12a. Le calcul d'AMR a été obtenu à l'aide des paramètres magnétiques donnés dans le Tableau IV.1. A bas champ, comme nous avons déjà remarqué à de nombreuses reprises, l'accord entre les variations de conductance  $\mathbf{DG}_R$  et  $\mathbf{DG}_{AMR}$  est bon (Encart de la figure IV.12a) ; on peut noter qu'on retrouve, autour de 0 Oe, l'effet du retournement de l'aimantation de la couche de  $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  dans la tricouche qui n'est bien évidemment pas pris en compte par la simulation). A plus fort champ, nous étant affranchis de la composante magnétorésistive positive propre aux couches individuelles, il semble également que la seule contribution magnétorésistive persistante soit un signal AMR. Cette conclusion est sensiblement différente à 50 K (Figure IV.12). En effet, à cette température, si  $\mathbf{DG}_R$  et  $\mathbf{DG}_{AMR}$  sont bien identiques à bas champs (Encart de la figure IV.12b), il persiste une différence notable à plus fort champ. Les valeurs de  $\mathbf{DG}_R$  sont alors supérieures aux valeurs d'AMR simulées.

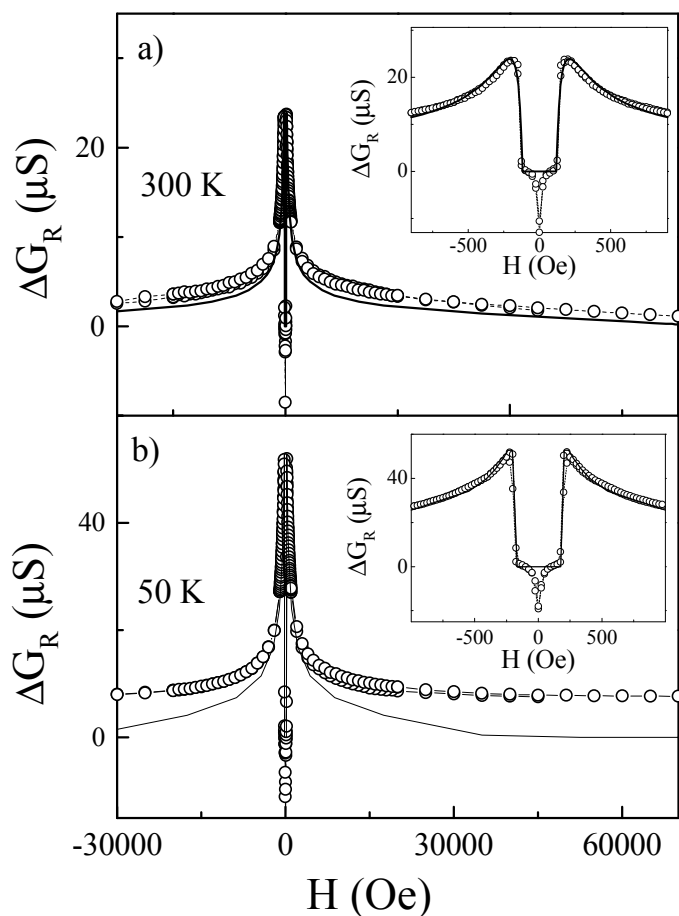


Figure IV.12. a) Comparaison des variations de conductance  $\mathbf{Ds}_R$  expérimentales (ronds vides) et  $\mathbf{Ds}_{AMR}$  calculée (ligne continue) à 300 K (a) et 50 K (b). En encart: Zooms entre -1000 et +1000 Oe sur les courbes principales.

Nous avons ainsi réalisé les mêmes comparaisons pour diverses températures (les paramètres magnétiques utilisés pour les simulations AMR sont précisés dans le Tableau IV.1). Lorsque l'on soustrait la contribution d'AMR  $DG_{AMR}$  calculée à  $DG_R$ , la courbe de conductance en fonction du champ restante ne contient a priori ni la contribution de l'anisotropie de magnétorésistance, ni l'effet magnétorésistif lié aux propriétés intrinsèques des couches de GdFe. La figure IV.13 montre qu'une variation de conductance avec l'intensité du champ magnétique persiste en dessous de 300 K. L'amplitude de cet effet magnétorésistif supplémentaire augmente lorsque la température diminue entre 300 K et 50 K. Il semble donc qu'il faille tenir compte d'une contribution supplémentaire (en plus de l'AMR et de la magnétorésistance due à l'amorphicité des couches individuelles) pour expliquer les phénomènes de magnétorésistance de la bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> (30 nm)/ Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub> (30 nm). On peut noter qu'une brisure de pente apparaît pour les champs correspondant au champ de saturation de l'aimantation de la bicouche, i.e. au champ de disparition de la paroi magnétique d'interface. Cette brisure provient majoritairement de la soustraction de la courbe d'AMR calculée, comme on peut le voir sur la figure IV.12.

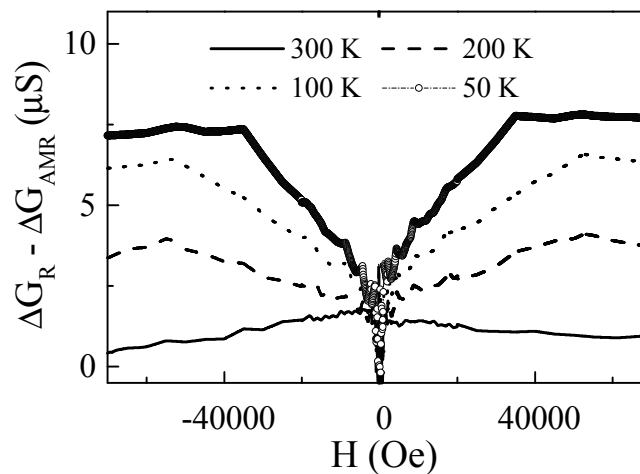


Figure IV.13. Variation de  $Ds_R - Ds_{AMR}$  en fonction du champ magnétique lorsque le champ magnétique est appliqué parallèlement à l'axe du courant à différentes températures : 300 K (ligne continue), 200 K (trait discontinu), 100 K (trait en pointillés), 50 K (trait épais).

*La procédure 1 montre que, même lorsque les bicouche et tricouche comparées sont élaborées simultanément, il est difficile de faire une comparaison directe des résistances absolues. Il faut alors passer par une correction, soit de conductance, soit de résistance. Dans les deux cas, il est possible, à bas champ, de comparer quantitativement la variation de conduction  $DG_R$  (ou  $DG_C$ ) créée par le changement de configuration magnétique entre les couches couplées et non couplées à la contribution d'AMR théorique simulée. Après soustraction de l'AMR et de la pente à haut champ des couches indépendantes, il est possible d'observer une augmentation de la conductance lorsque le champ magnétique augmente, dont l'amplitude croît lorsque la température diminue. Pour comparaison, l'amplitude de cet effet résiduel à 50 K est 7 mS tandis que les variations d'AMR ( $DG_{AMR}$ ) sont de l'ordre de 50 mS et les variations de conductance à haut champ des couches magnétiquement indépendantes ( $1/R_{tricouche}$ ) sont de l'ordre de 40 mS. Bien qu'il soit faible devant les deux autres contributions, cet effet semble apparaître quel que soit le type de correction opérée.*

### III.2) Procédure 2 : étude des échantillons lithographiés

Les résultats de la procédure I dépendent de la qualité du résultat de la simulation micromagnétique. La procédure II nous permet de nous affranchir de la simulation en supprimant de manière géométrique les variations d'AMR. Deux échantillons lithographiés, une bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm) et une tricouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ Si (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm), ont été préparés pour cette procédure. Dans un premier temps, nous allons montrer que l'utilisation de la lithographie permet d'éliminer la contribution d'AMR dans le cas de la bicouche comme dans celui de la tricouche. Une fois l'AMR supprimée, nous comparerons les évolutions magnétorésistives restantes des deux échantillons.

#### III.2.a) Etude de la bicouche

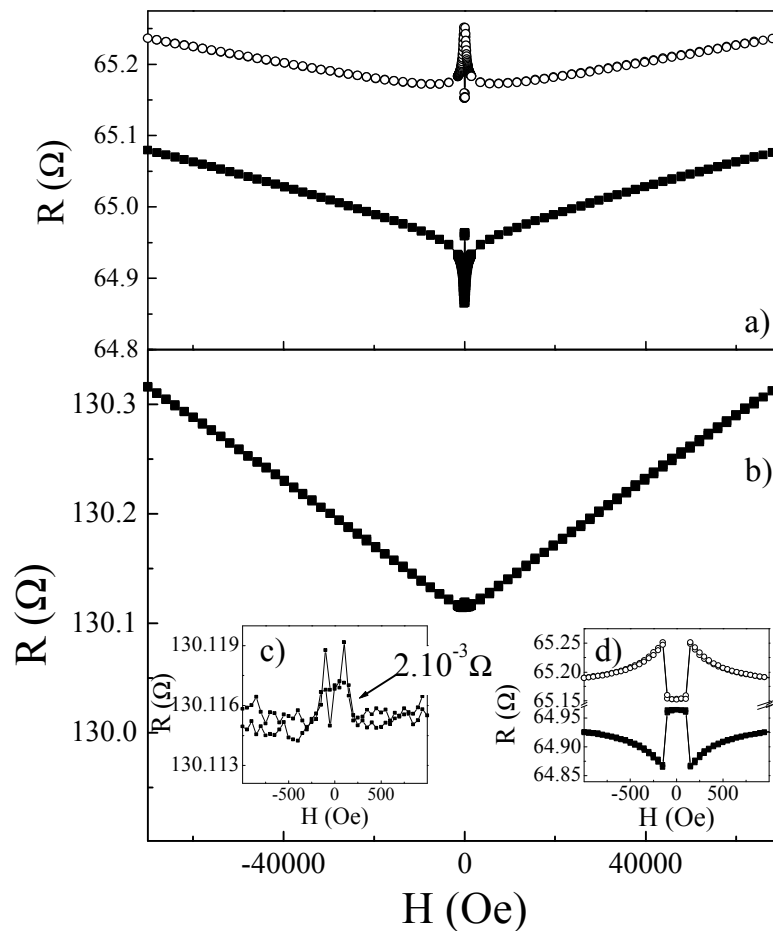


Figure IV.14. a) Variations de résistance en fonction du champ magnétique mesurées à 300 K sur des barreaux d'axe parallèle (carrés pleins) ou perpendiculaire (ronds vides) à l'axe d'anisotropie de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/Si (8 nm) lithographié. Le champ magnétique est maintenu parallèle à cet axe d'anisotropie. b) Somme des résistances des deux barreaux représentés en (a). c) Zoom bas champ de la courbe présentée en (b). d) Zoom bas champ des courbes présentées en (a) ; l'axe des ordonnées est divisé en deux.



La figure IV.14a et IV.14d représente les courbes de résistance en fonction du champ mesurées à température ambiante sur deux barreaux de taille  $200 \times 800 \text{ nm}^2$  gravés dans un film verre/ $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (30 nm)/ $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  (30 nm)/Si (8 nm). L'axe principal d'un des deux barreaux, axe du courant électrique, est parallèle à l'axe d'anisotropie de la couche de  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  et colinéaire au champ magnétique. L'axe principal du second barreau est perpendiculaire à l'axe du premier.

La comparaison des magnétorésistances des deux barreaux confirme le fait que pour des champs faibles, l'AMR suffit à expliquer les variations de résistances de la bicouche en fonction de l'intensité du champ (Figure IV.14d). Il apparaît que les variations de résistance des deux barreaux sont symétriques par rapport à l'axe des abscisses. Dans le cas du premier cité, on retrouve la courbe déjà décrite de nombreuses fois dans les paragraphes précédents. Dans le second barreau, le courant circule perpendiculairement à l'axe d'anisotropie; par conséquent une variation opposée est mesurée. A plus haut champ, on observe une variation magnétorésistive positive quasi-linéaire (Figure IV.14a) dont la présence dans les deux barreaux prouve une nouvelle fois qu'elle n'est pas due à un effet d'AMR. Sur la figure IV.14b est présentée la somme des résistances des deux barreaux en fonction du champ magnétique à 300 K. Les variations dues à l'AMR à bas champ ont complètement disparu. Tout du moins l'amplitude du signal restant est inférieure à  $2 \cdot 10^{-3} \Omega$ , soit moins de 1% du signal AMR d'un barreau (Figure IV.14d). La courbe est alors uniquement constituée d'une magnétorésistance positive quasi-linéaire. La contribution d'AMR a ainsi été supprimée. Nous le représentons ici à 300 K, mais ceci est vrai pour toutes les températures entre 300 K et 50 K. Il faut signaler que la valeur de résistance du barreau  $R_2$  est supérieure de  $0.2 \Omega$  par rapport à celle du barreau  $R_1$ . Toutefois, au vu de la disparition des effets d'AMR après somme des deux barreaux, nous pouvons penser que cette différence de résistance doit être majoritairement extrinsèque aux couches magnétiques.

### III.2.b] Etude de la tricouche

Nous avons réalisé la même démarche pour la tricouche verre/ $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (30 nm)/ Si (30 nm)/ $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  (30 nm)/ Si (8 nm). Les courbes de résistance en fonction du champ, mesurées à température ambiante sur deux barreaux sont représentées sur la figure IV.15. Dans le cas de la tricouche, nous avons déjà remarqué que la seule variation à bas champ est due au renversement de l'aimantation de la couche de  $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$ . A bas champ, les comportements magnétorésistifs des deux barreaux sont symétriques et proviennent de l'effet d'AMR dû au renversement de l'aimantation de la couche de  $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  (Figure IV.15d). Ce n'est plus vrai à haut champ comme le prouve la figure IV.15c montrant l'évolution magnétorésistive des barreaux sur une plage de  $\pm 70 \text{ kOe}$ .

Lorsqu'on fait la somme des résistances des deux barreaux, la composante à bas champ disparaît (Figure IV.15d). Il ne reste alors plus qu'une contribution magnétorésistive positive et quasi-linéaire dont l'amplitude est similaire de celle mesurée sur la bicouche (Figure IV.14). Il faut noter que, de la même manière que pour la bicouche, il existe une différence de  $0.5 \Omega$  entre les résistances des deux barreaux ; toutefois, l'AMR étant supprimée en faisant la somme des résistances, nous pouvons également conclure ici que cette différence de résistance est extrinsèque aux couches magnétiques.

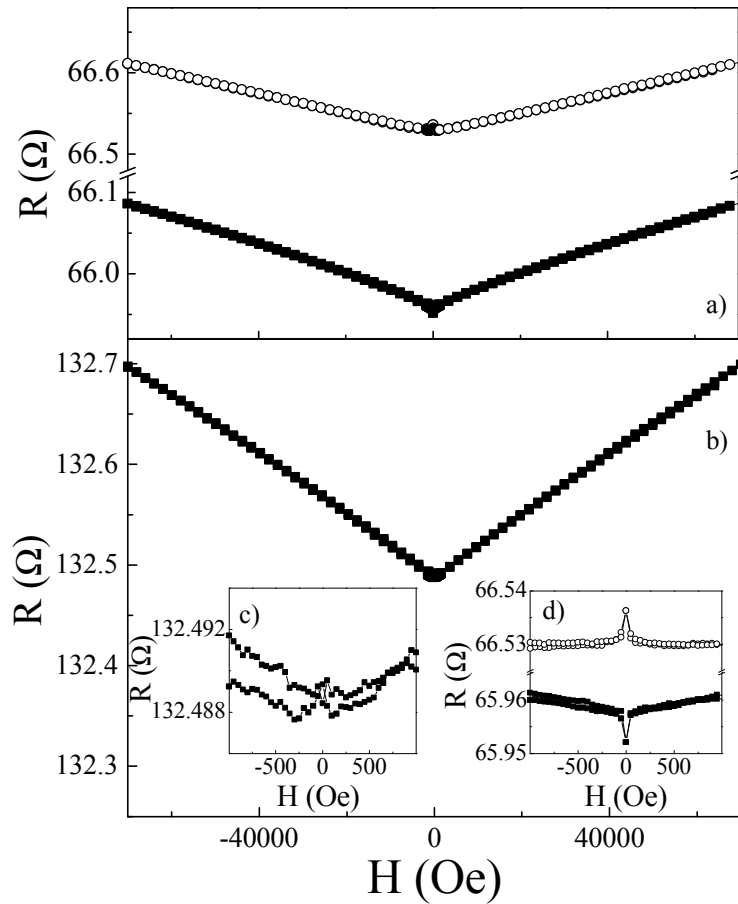


Figure IV.15. a) Variations de résistance en fonction du champ magnétique mesurées à 300 K sur des barreaux d'axe parallèle (carrés pleins) ou perpendiculaire (ronds vides) à l'axe d'anisotropie de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/Si (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/Si (8 nm) lithographié. Le champ magnétique est maintenu parallèle à cet axe d'anisotropie. b) Somme des résistances des deux barreaux représentés en (a). c) Zoom bas champ de la courbe présentée en (b). d) Zoom bas champ des courbes présentées en (a) ; l'axe des ordonnées est divisé en deux.

### III.2.c] Comparaison entre bicouche et tricouche

Nous étant affranchis de l'effet d'anisotropie de magnétorésistance, nous pouvons désormais comparer les contributions magnétorésistives de la bicouche et de la tricouche. A champ nul, la valeur des sommes des deux barreaux de la bicouche et de la tricouche est :  $2R_{bicouche}(0 \text{ Oe}) = 130,11 \text{ } \Omega$  et  $2R_{tricouche}(0 \text{ Oe}) = 132,49 \text{ } \Omega$ . Nous avons reproduit ces expériences sur d'autres échantillons identiques et il semble difficile d'obtenir une égalité entre  $2R_{bicouche}(0 \text{ Oe})$  et  $2R_{tricouche}(0 \text{ Oe})$ . Cette différence n'est pas constante d'une paire d'échantillons à une autre, pouvant être positive ou négative. Il apparaît que, dans le cas présent,  $2R_{bicouche} < 2R_{tricouche}$ , on ne peut donc pas attribuer cette différence à la présence de la résistance de la couche de Si en parallèle aux couches de  $Gd_{40}Fe_{60}$  et  $Gd_{10}Fe_{90}$  (ou tout du moins il existe une autre contribution opposée plus forte). Nous avons malgré tout réalisé les deux types de corrections possibles (addition d'une conductance ou d'une résistance supplémentaire indépendante du champ) afin d'égaliser la résistance de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm) et celle

de la tricouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ Si (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm) censées être identiques autour de 0 Oe. On extrait au final les variations de conductance  $DG_C$  et  $DG_R$  définies lors de l'étude des résultats de la procédure 1. Comme dans le cas procédure 1, les variations  $DG_C$  et  $DG_R$  sont très similaires du fait que  $R_{tricouche} \gg [R_{bicouche}(0 \text{ Oe}) - R_{tricouche}(0 \text{ Oe})]$  et nous ne présenterons ici que  $DG_R$  afin de faciliter la lecture. La figure IV.16 représente les évolutions de  $DG_R$  en fonction de l'intensité du champ magnétique pour différentes températures. Une augmentation de la conductance est observée lorsque  $|H|$  augmente. L'amplitude de cette augmentation croît lorsque la température diminue et est proche de celle obtenue lors de la procédure 1.

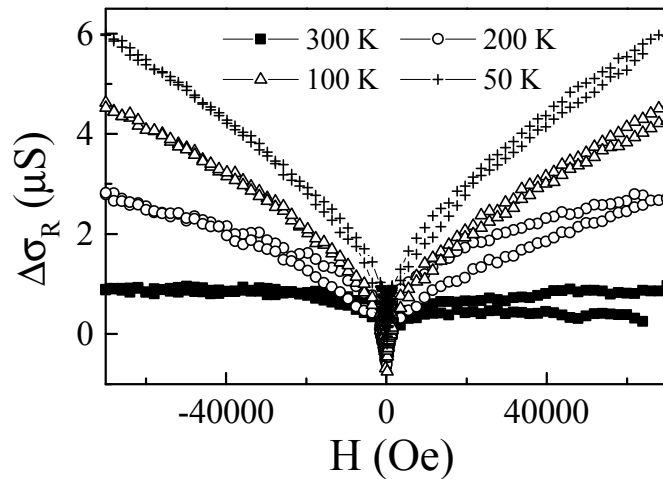


Figure IV.16. Variations de  $Ds_R$  (a) en fonction du champ magnétique lorsque le champ magnétique est appliqué parallèlement à l'axe du courant à différentes températures : 300 K (carrés pleins), 200 K (ronds vides), 100 K (triangles vides), 50 K (croix).

### III.2.d] Remarques

Nous avons jusqu'ici quantifié la contribution résiduelle en terme de variation de conduction  $DG_R$  ou  $DG_C$  mais il est également possible de la discuter en terme de variation de résistance additionnelle. En effet, comme dans les études CIP de magnétorésistance géante (MRG) sur des systèmes ferromagnétique/non magnétique/ferromagnétique, lorsqu'on étudie la magnétorésistance de paroi dans une géométrie CIP, il est difficile de définir si les effets de la paroi magnétique doivent être traités comme une magnétorésistance ou une magnétoconductance supplémentaire. Seule la géométrie CPP dans laquelle le courant circule le long de l'axe de rotation de la paroi permet une définition claire de l'effet supplémentaire (magnétorésistance en série).

La figure IV.17 représente l'évolution de la valeur  $DR_R$ , obtenue dans le cas où la différence de résistance à champ nul entre la bicouche et la tricouche proviendrait d'une résistivité en série supplémentaire indépendante du champ, en fonction du champ à différentes températures. Cette valeur est calculée comme :

$$DR_R = R_{bicouche} - (R_{tricouche} + R_{sup}) = R_{bicouche} - (R_{tricouche} + R_{bicouche}(0Oe) - R_{tricouche}(0Oe))$$

Nous aurions pu également présenter l'évolution de la valeur  $DR_C$ , obtenue dans le cas où la différence de résistance à champ nul entre la bicouche et la tricouche proviendrait d'une conductance supplémentaire indépendante du champ, en fonction du champ à différentes températures. Cette valeur est calculée comme :

$$DR_C = R_{bicouche} - \frac{I}{\frac{I}{R_{tricouche}} + \frac{I}{R_{sup}}} = R_{bicouche} - \frac{I}{\frac{I}{R_{tricouche}} + \frac{I}{R_{bicouche}(0Oe)} - \frac{I}{R_{tricouche}(0Oe)}}$$

Une diminution de résistance lorsque l'intensité du champ magnétique augmente est observée dans la courbe  $DR_R(H)$ . L'amplitude de cette diminution croît lorsque la température diminue. A 50 K, l'ordre de grandeur de cette variation est environ de 0.03  $\Omega$ , soit une variation normalisée par rapport à la résistance de la bicouche de 0.045 %. Pour comparaison, les variations d'AMR et les variations à haut champ dues aux couches découplées sont de l'ordre 0.1  $\Omega$ , soit 0.15 %.

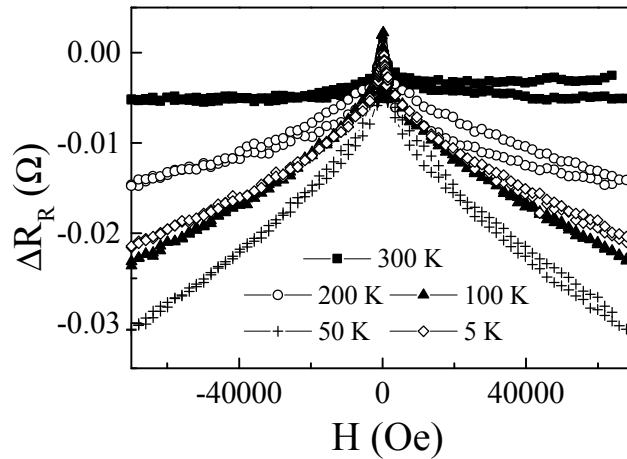


Figure IV.17. Variation de  $DR_R$  en fonction du champ magnétique lorsque le champ magnétique est appliqué parallèlement à l'axe du courant à différentes températures : 300 K (ligne continue), 200 K (trait discontinu), 100 K (trait en pointillés), 50 K (ronds vides), 5 K (losanges vides).

Enfin, nous n'avons pas souhaité présenter avant les résultats obtenus en dessous de 50 K car ils ne suivent plus la même évolution en température. Il apparaît en effet qu'en dessous de 50 K, l'amplitude de l'effet reste presque constante jusqu'à 25 K avant de diminuer jusqu'à 5 K (Figure IV.17). A cette température, l'effet possède la même amplitude que l'effet observé à 100 K. Nous n'avons aucune explication quant à l'origine de ces évolutions. Nous ne les discuterons donc pas dans la suite.

*Nous avons montré en appliquant la procédure 2 sur les bicouches  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm) et tricouches  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ Si (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm) que les motifs lithographiés permettent de supprimer les variations de résistance dues à l'anisotropie de magnétorésistance. Bien que son amplitude soit beaucoup plus faible que dans les expériences précédentes, une différence de résistance (de l'ordre de 0,5  $\Omega$ ) persiste à champ nul entre la bicouche et la tricouche. Quelle que soit la provenance de cette différence à*

*champ nul et les corrections réalisées pour s'en affranchir, le même effet persistant est observé après élimination des variations d'AMR (de manière purement géométrique) et des pentes magnétorésistives à haut champ provenant des couches découplées magnétiquement. Lorsque le champ magnétique augmente, une augmentation de la conductance apparaît dont l'amplitude croît lorsque la température diminue. L'amplitude de cet effet résiduel à 50 K est comprise entre 5 et 6 mS, soit des valeurs très similaires à celles obtenues lors de la procédure 1. Lorsqu'on traite cette contribution magnétorésistive résiduelle en terme de résistance et non plus en terme de conductance, une diminution de résistance est obtenue lorsque le champ augmente dont l'amplitude croît lorsque la température diminue. A 50 K, l'ordre de grandeur de cette variation magnétorésistive négative supplémentaire est environ de 0.03 W à 70 kOe, soit une variation normalisée par rapport à la résistance de la bicouche de 0.045 % tandis que les variations d'AMR et les variations à haut champ observées dans les couches découplées sont toutes deux de l'ordre 0.1 W soit 0.15 %.*

### **III.3) Discussion sur les propriétés magnétorésistives d'interface dans la bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> (30 nm) /Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub> (30 nm)**

Nous avons également pu noter le très bon accord entre le résultat du calcul micromagnétique et les résultats des mesures d'aimantation et de magnétorésistance obtenus sur les bicouches Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> (30 nm)/Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub> (30 nm). La figure IV.18a représente l'orientation des moments résultants de Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> et de Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub> en fonction de la profondeur et pour différents champs magnétiques à 200 K. Ces courbes ont été calculées à l'aide de la simulation micromagnétique à partir des paramètres indiqués tableau IV.1. L'angle 0° correspond à la direction des champs positifs.

Récemment, des mesures de magnétorésistance géante sur le système NiO/Fe/Cu/Gd<sub>x</sub>Co<sub>1-x</sub> en fonction de la concentrations x, des épaisseurs et de la températures ont été réalisées par Yang et al. [Yan06]. Celles-ci ont permis de mettre en évidence le rapport d'asymétrie en spins (cf. chapitre I) dans le volume des couches de Gd<sub>x</sub>Co<sub>1-x</sub>. D'après leurs résultats, quel que soit le sous-réseau dominant l'aimantation macroscopique, le canal de spin majoritaire est toujours le canal de spin parallèle à l'aimantation du sous-réseau de cobalt. En d'autres termes, si l'alliage est Gd dominant, alors la polarisation est négative tandis que si l'alliage est Co dominant, la polarisation est positive. Ces observations complètent des résultats antécédents obtenus sur des spins valves CoFe/Ag/GdCoFe [Bel96] ou TbFeCo/Cu/Co/GdFeCo [Lai01], et mettant en évidence l'importance des diffusions de type s-d liées au sous-réseau de métal de transition par rapport aux diffusions liées au sous-réseau de Terres-Rares. La dépendance vis à vis de la concentration de la polarisation dite « tunnel » (majoritairement liée aux électrons s) des mêmes alliages Gd<sub>x</sub>Co<sub>1-x</sub> a été étudiée par spectroscopie tunnel supraconductrice STS [Kai05][Kai06]. Les résultats obtenus sont très similaires aux comportements de volume mesurés par Yang et al. [Yan06]. Afin de discuter nos résultats, nous pouvons donc quitter définitivement la notion d'aimantation résultante pour ne considérer que la direction des moments des sous-réseaux de fer dans les alliages Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub> et de Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub>. La figure IV.18b est l'équivalent de la figure IV.18a, mais correspond à l'évolution des orientations des moments de fer en fonction de la profondeur pour les mêmes champs. A bas champ, tous les moments de fer de la bicouche sont parallèles. Cette remarque justifie l'hypothèse faite tout au long de notre étude selon laquelle les valeurs  $R_{bicouche}(H=0)$  et  $R_{tricouche}(H=0)$  doivent être égales. A plus haut champ, l'effet de compression de la paroi de

fer est clairement observé. La figure IV.19 résume l'évolution simulée de taille de la paroi magnétique créée à l'interface de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm) en fonction de l'intensité du champ magnétique pour les différentes températures étudiées.

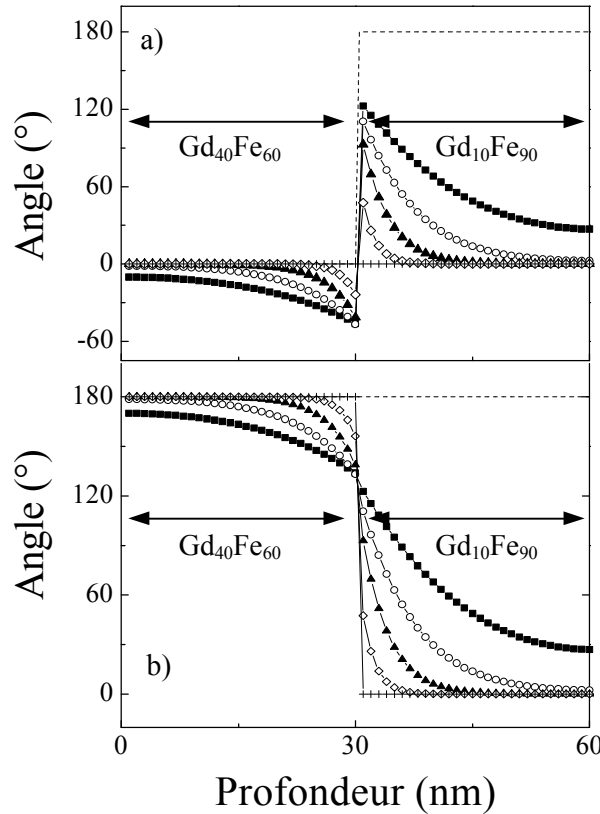


Figure IV.18. Evolution des configurations magnétiques de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm) calculées par la simulation micromagnétique en fonction du champ magnétique à 200 K : 0 Oe (trait pointillé), 500 Oe (carrés pleins), 2200 Oe (ronds vides), 8700 Oe (triangles pleins), 35 kOe (losange vides) et 55 kOe (croix) . a) Orientation des moments magnétiques résultants de GdFe en fonction de la profondeur dans la bicouche . b) Orientation des moments des sous-réseaux de fer en fonction de la profondeur. La valeur  $0^\circ$  correspond à la direction des champs positifs.

Connaissant l'évolution de la taille de la paroi d'interface en fonction du champ et de la température, nous pouvons désormais essayer d'interpréter les évolutions de magnétorésistance observées lors des procédures 1 et 2 (Figure IV.13 et Figure IV.16). Dans les deux cas, dont les résultats sont relativement similaires, lorsque la taille de la paroi diminue, la contribution de la conductance résiduelle augmente. L'amplitude de cette augmentation croît lorsque la température diminue entre 300 K et 50 K. Aucune des théories décrites au chapitre I n'est susceptible de rendre compte de ces résultats [Pri05]. En effet, dans le cas de matériaux cristallins, la contribution magnétorésistive intrinsèque à l'existence de la paroi (indépendamment de toutes contributions d'AMR) est positive, i.e. que la paroi génère une augmentation de résistance [Mar04][Dan02][Gor99]. La seule contribution de résistance négative envisagée est celle provenant de l'effet de délocalisation à très basse température [Tat97][Jon99]; or, les résultats présentés sur la figure IV.13 et IV.16 correspondent à des températures supérieures à 50 K pour lesquelles l'effet de localisation est

prédit négligeable. Par conséquent, il faut introduire une nouvelle contribution magnétorésistive pour rendre compte de nos résultats.

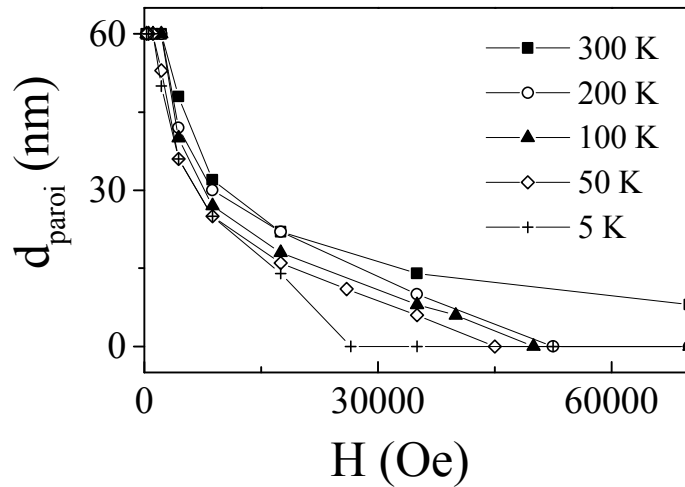


Figure IV.19. Epaisseur de la paroi  $d_{\text{paroi}}$  entre les derniers moments de fer à l'interface de la bicouche  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  calculées par la simulation micromagnétique en fonction de l'intensité du champ magnétique à 300 K (carrés pleins), 200 K (ronds vides), 100 K (triangles pleins), 50 K (losanges vides) et 5 K (croix).

La principale particularité du système que nous avons étudié par rapport aux précédents travaux expérimentaux réside dans sa structure amorphe. Le manque de connaissances théoriques sur la conduction électrique ou de spins dans les matériaux amorphes ne nous permet pas de décrire de manière certaine l'origine de ce phénomène. Toutefois, nous pouvons tenter de donner une explication possible en nous basant sur les modèles théoriques développés au chapitre II. Nous savons que, dans les matériaux amorphes, la résistance liée au magnétisme dépend de l'ordre magnétique [Aso79][Bha78][Sri03][Fre88]. Dans le cas des couches simples de  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  et de  $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$ , nous avons observé une augmentation de la résistance lorsque le champ magnétique croît, que nous avons associé à un gain d'ordre magnétique en accord avec la théorie de Asomoza et al. [Aso77][Fer79]. Une paroi magnétique peut être considérée comme un élément de désordre magnétique au même titre que des fluctuations d'aimantation telles que les magnons. Comme nous l'avons discuté au chapitre I, une paroi de domaines magnétiques est source de diffusions avec renversement de spin. Par conséquent, dans un matériau amorphe, on pourrait s'attendre à ce qu'une paroi de domaine diminue la possibilité d'interférences constructives entre les ondes électroniques de conduction, donc à ce qu'elle génère une diminution de la résistance au courant. De même, plus la température diminue, moins il existe de diffusions parasites (dues à des fluctuations d'aimantations, à des magnons activés thermiquement) et donc plus l'influence de la paroi magnétique est grande ; par conséquent, l'amplitude de cette magnétorésistance négative devrait augmenter lorsque la température diminue. La faible amplitude de l'effet que nous observons pourrait finalement s'expliquer, comme pour la faible valeur de MRG (cf. partie IV de ce chapitre), par la faible longueur de cohérence de spin des matériaux amorphes mais également par le fait que le courant est appliqué dans le plan des couches (géométrie CIP).

Il est certain que cette dernière explication reste hypothétique dans l'état actuel de nos résultats. Même si un accord qualitatif peut être envisagé avec les résultats présentés figures IV. 13 et IV.16, deux principaux problèmes persistent. Le premier d'entre eux provient de la différence de résistance entre les échantillons comparés, d'un ordre de grandeur au moins supérieure aux variations résiduelles finales. Le manque d'informations sur les interfaces GdFe/Si est en ce sens un réel défaut dans nos procédures. Le second est l'absence de saturation à fort champ de la contribution résistive résiduelle (Figure IV.16). En effet, d'après nos simulations micromagnétiques, la paroi d'interface disparaît (i.e. que l'état dans lequel les sous-réseaux de fer des deux couches est anti-parallèle est atteint) avant 7 T ; or, même pour ce champ, la conductivité résiduelle semble continuer à augmenter. Des études sont en cours afin de s'affranchir ou de résoudre ces différents problèmes (mesures CPP, nouvelles procédures de dépôt afin d'éviter l'utilisation de la couche découplante de silicium).

## **IV) Etude d'une spin-valve Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub>/Cu/Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>**

Dans la continuité de nos travaux sur la magnétorésistance de paroi dans les bicouches ferrimagnétique-ferrimagnétique, nous nous sommes intéressés à l'influence d'une telle paroi sur l'effet de magnétorésistance géante dans une spin-valve Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/Gd<sub>10</sub>Fe<sub>90</sub>/Cu/Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>.

### **IV.1) Introduction**

La variation de MRG est définie comme la différence normalisée entre la résistance de la configuration parallèle et antiparallèle des aimantations des deux couches magnétiques (FM) d'une tricouche FM1/Métal non magnétique/FM2 (cf. chapitre I). Sans rentrer dans le détail, il faut bien noter que, concernant les propriétés résistives des couches ferromagnétiques, le paramètre déterminant n'est pas l'aimantation des couches mais l'asymétrie en spin des couches menant à des facteurs de diffusion d'interface et de volume dépendant du spin (cf. chapitre I). Si, en général, la direction de spin du canal de conduction majoritaire (celle qui possède la plus forte densité d'état au niveau de Fermi) est la bande de spin parallèle à l'aimantation, ce n'est pas toujours le cas ; on parle alors de MRG inverse [Vou98][Geo94].

Le système le plus couramment utilisé, dans le cadre de l'étude ou des applications de la MRG en CIP, contient une couche métallique non magnétique suffisamment épaisse pour découpler les deux couches ferromagnétiques qu'elle sépare et deux matériaux ferromagnétiques possédant des champs coercitifs différents [Die94], e.g. NiFe/Cu/Co [Sat93]. Lorsque l'intensité du champ magnétique varie, il est possible de passer d'une configuration d'aimantations parallèles à une configuration antiparallèle pour un champ compris entre les deux champs coercitifs  $H_{C1}$  et  $H_{C2}$  des deux couches magnétiques. L'évolution magnétorésistive correspondante est représentée figure IV.20a. L'un des moyens pour obtenir des champs de renversement différents pour les deux couches ferromagnétiques est d'en coupler une avec un matériau magnétiquement dur. Cette méthode donne naissance à la structure dite « spin-valve » généralement constituée d'une couche ferromagnétique douce séparée par une couche métallique non magnétique d'une seconde couche ferromagnétique qui est, elle, bloquée par champ d'échange avec une couche antiferromagnétique (Figure IV.20b). C'est le cas de la structure NiFe/Cu/NiFe/FeMn dans laquelle la couche de FeMn modifie le



champ de renversement de l'aimantation de la couche adjacente de NiFe (ce décalage d'échange a été introduit au premier chapitre puis largement étudié au chapitre III).

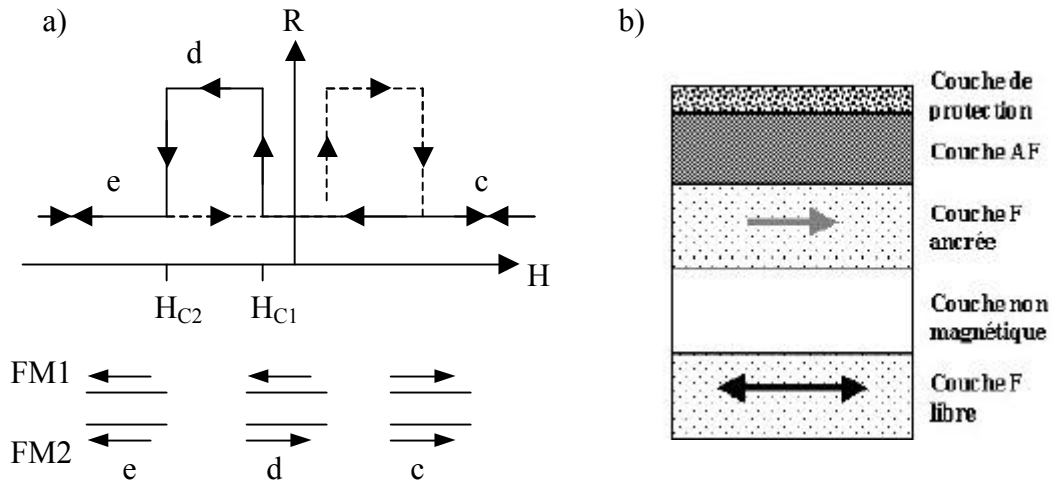


Figure IV.20. a) Variation de résistance en fonction du champ magnétique typique d'une structure tricouche FM1/NM/FM2 dont les couches magnétiques ont des champs coercitifs  $H_{C1}$  et  $H_{C2}$ . b) Schéma de l'empilement d'un système multicouche « spin-valve ».

Nous connaissons parfaitement les comportements magnétiques des couches simples de  $Gd_{40}Fe_{60}$ , de  $Gd_{10}Fe_{90}$  ainsi que ceux de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}$ . Les champs de renversement des couches simples sont différents de ceux des mêmes couches incluses dans la bicouche du fait du couplage d'échange à l'interface. Par conséquent, nous allons pouvoir étudier les effets de diffusion dépendant du spin des alliages  $Gd_{40}Fe_{60}$  et  $Gd_{10}Fe_{90}$  en réalisant une multicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Cu/Gd_{10}Fe_{90}/Gd_{40}Fe_{60}$  dans laquelle la couche de cuivre est suffisante pour découpler magnétiquement les couches de GdFe l'entourant.

## IV.2) Résultats expérimentaux

### IV.2.a] Mesures de magnétorésistance à température ambiante

Une multicouche verre/ $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/Cu (6 nm)/  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/Cu (5 nm) a été élaborée puis lithographiée selon les mêmes motifs que ceux précédemment utilisés dans la procédure II. Nous avons représenté sur la figure IV.21a la courbe d'aimantation en fonction du champ à température ambiante de cette multicouche. A fort champ, les aimantations des trois couches tendent à s'aligner parallèlement au champ magnétique et une paroi magnétique se forme à l'interface entre la couche  $Gd_{40}Fe_{60}$  et la couche de  $Gd_{10}Fe_{90}$ . A 120 Oe, l'aimantation de la couche de  $Gd_{10}Fe_{90}$  se retourne. Lorsque le champ magnétique est renversé dans la direction des champs négatifs, l'aimantation de la couche supérieure découplée de  $Gd_{40}Fe_{60}$  se retourne dans la direction des champs négatifs. A -90 Oe,

l'aimantation de  $Gd_{40}Fe_{60}$  tend à suivre le champ ce qui entraîne le renversement les aimantations de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}$ . Enfin, pour un champ légèrement plus intense, l'aimantation de  $Gd_{10}Fe_{90}$  tend à se renverser à son tour créant une paroi de domaine à l'interface de la bicouche  $GdFe/GdFe$ . Lorsque l'intensité du champ augmente, une augmentation progressive de la valeur absolue de l'aimantation correspond à la compression de cette paroi.

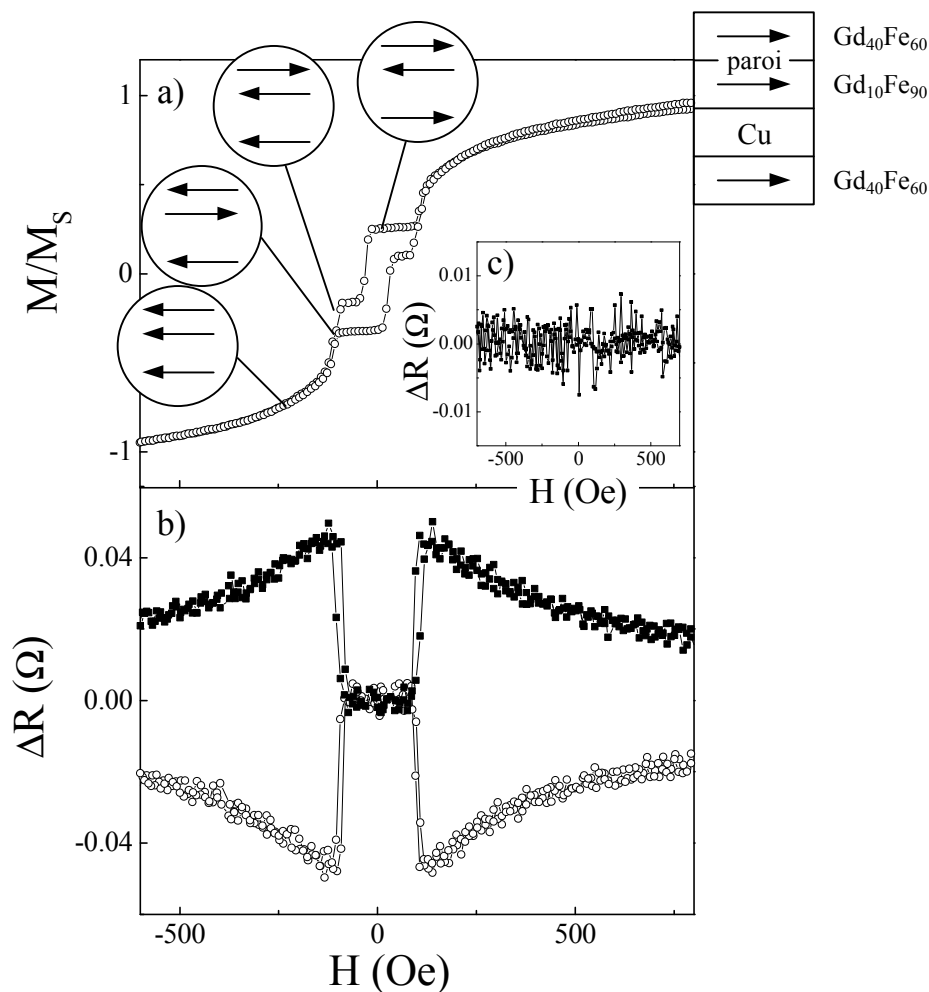


Figure IV.21. a) Courbe d'aimantation en fonction du champ d'une multicouche spin-valve  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/Cu (6 nm)/  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ Cu (5 nm) obtenue à 300 K pour un champ appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie des couches de  $Gd_{40}Fe_{60}$ . b) Variations de résistance mesurées sur deux barreaux lithographiés de la même spin-valve à 300 K. Les symboles ronds vides, resp. carrés pleins, correspondent au cas d'un courant circulant parallèlement, perpendiculairement, à l'axe du champ (maintenu parallèle à l'axe d'anisotropie des couches de  $Gd_{40}Fe_{60}$ ). c) Somme des variations de résistances mesurées sur les deux barreaux lithographiés en fonction du champ.

La figure IV.21b représente les courbes de résistance en fonction du champ mesurées sur cette spin-valve dans le cas où le champ est conservé parallèle à l'axe d'anisotropie des couches de  $Gd_{40}Fe_{60}$  et pour deux barreaux magnétiques dans lesquels le courant est respectivement parallèle et perpendiculaire au champ. La résistance de chaque barreau est de l'ordre de 43  $\Omega$ . Les comportements magnétorésistifs observés peuvent être parfaitement expliqués en terme

d'anisotropie de magnétorésistance. En effet, lorsqu'on fait la somme des résistances des deux barreaux magnétiques orientés perpendiculairement l'un par rapport à l'autre, il n'apparaît plus de variation magnétorésistive, tout du moins dans la gamme de champs observée ici (Figure IV.21c). Les propriétés magnétiques de la multicouche  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (30 nm)/ $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  (30 nm)/Cu (6 nm)/  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (30 nm)/ Cu (5 nm) sont donc celles escomptées ; les mesures d'aimantation et d'AMR le prouvent. Toutefois, il semble que cette structure spin-valve ne permette pas l'apparition de MRG à 300 K.

Une étude bibliographique concernant l'utilisation des matériaux amorphes dans les structures spin-valves montre que cela n'est pas étonnant. En effet, jusqu'à présent, les matériaux amorphes sont peu utilisés dans des structures MRG. Ils possèdent pourtant quelques caractéristiques intéressantes comme la possibilité d'obtenir de très faibles champs coercitifs [Fen99], une très faible rugosité d'interface sans joints de grains [Bou97] [Jim97] ou encore l'avantage de fortes résistivités généralement supérieures à  $100 \text{ m}\Omega.\text{cm}$  permettant un effet de court-circuit plus important par la couche non magnétique en géométrie CIP et donc une augmentation de la MRG [Bou98]. Toutefois, les valeurs de MRG observées sont toujours faibles (inférieures à quelques % même à très basse température) par rapport aux valeurs obtenues sur des couches cristallines ou polycristallines. Ceci est majoritairement dû à la faible valeur du libre parcours moyen des matériaux amorphes. De plus, à température ambiante, le nombre des diffuseurs inélastiques (magnons) augmente fortement par rapport aux plus basses températures. Ces diffusions inélastiques menant au mixage des courants de spins, elles entraînent une forte diminution de la MRG [Cam93]. Nous avons donc réalisé les mêmes mesures de résistances sur la multicouche  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (30 nm)/ $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  (30 nm)/Cu (6 nm)/  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (30 nm) à basse température (5K) afin de s'affranchir des effets de température.

#### IV.2.a] Mesures de magnétorésistance à 5 K

La figure IV.22a représente la courbe d'aimantation en fonction du champ mesurée à 5 K. Un comportement similaire à celui de la spin-valve à 300 K est observé. Partant de la configuration à saturation, dans laquelle les aimantations des trois couches magnétiques tendent à être parallèles au champ, lorsque le champ diminue, un premier saut en champ positif correspond au renversement de la couche de  $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  après décompression de la paroi.

En champ négatif, l'aimantation de la couche de  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  inférieure puis les aimantations de la bicouche se retournent successivement. La figure IV.22b représente les mesures de résistance réalisées à 5 K sur deux barreaux  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (30 nm)/ $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  (30 nm)/Cu (6 nm)/  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  (30 nm)/ Cu (5 nm) orientés à  $90^\circ$  l'un de l'autre. Si, pour des champs supérieurs à 250 Oe, on retrouve bien le comportement symétrique dû à la compression de la paroi magnétique de la bicouche  $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  / $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$ , à bas champ, la forme des courbes est sensiblement différents des résultats que nous avons déjà obtenus. Il semble qu'en plus de la composante AMR (Figure IV.22a), il faille tenir compte d'une seconde contribution dont l'évolution est identique dans les deux barreaux. Ainsi, lorsqu'on s'affranchit de l'anisotropie de magnétorésistance en sommant la résistance des deux barreaux, il reste une variation magnétorésistive caractérisée par un palier de résistance faible pour  $|H| < 90$  Oe et deux paliers de résistance supérieure pour  $|H| > 90$  Oe (Figure IV.22c). La valeur de MRG est environ de 0.1%.

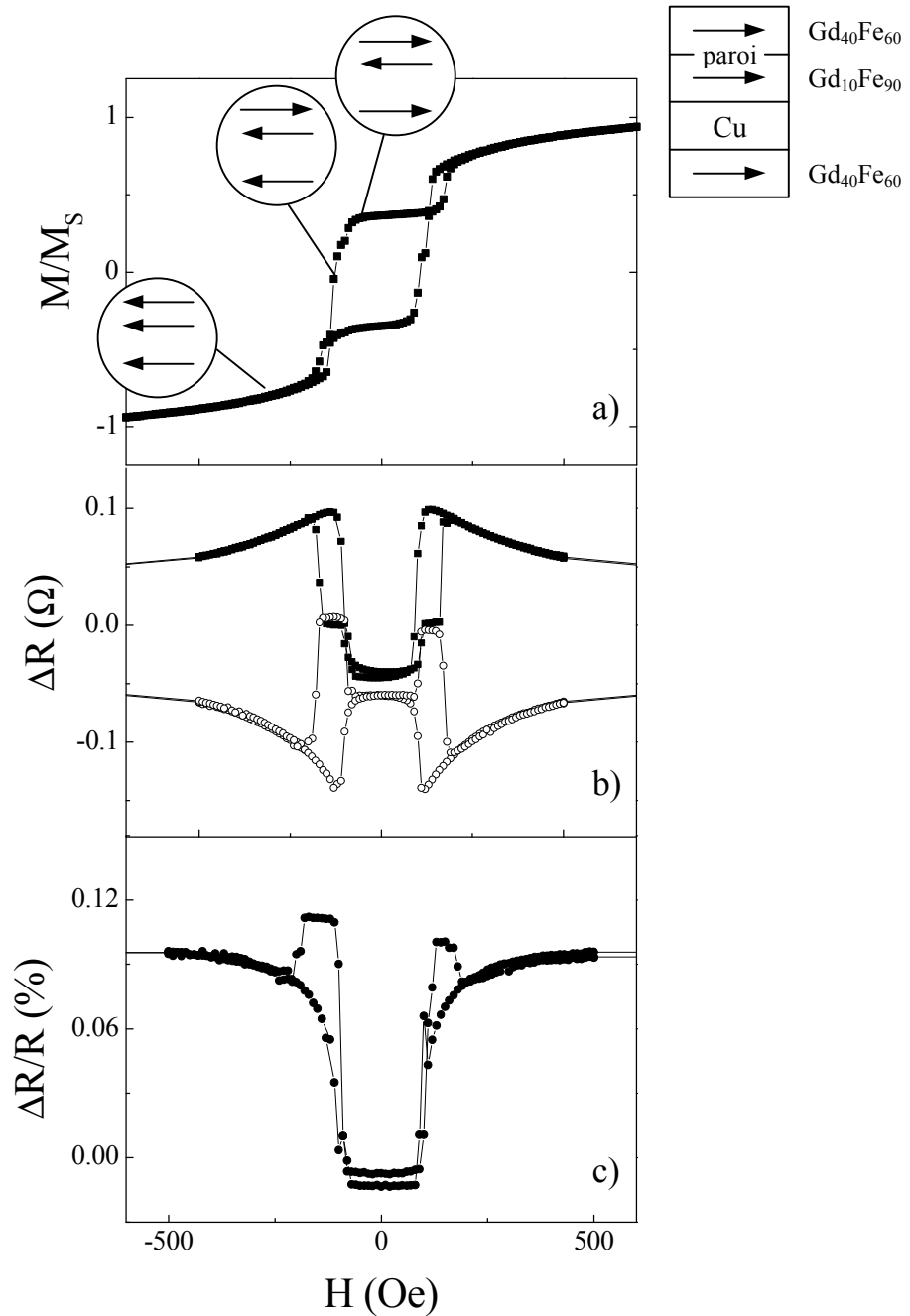


Figure IV.22. a) Courbe d'aimantation en fonction du champ d'une multicouche spin-valve  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/Cu (6 nm)/  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ Cu (5 nm) obtenue à 5 K pour un champ appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie des couches de  $Gd_{40}Fe_{60}$ . b) Variations de résistance mesurées sur deux barreaux lithographiés de la même spin-valve à 5 K. Les symboles ronds vides, resp. carrés pleins, correspondent au cas d'un courant circulant parallèlement, perpendiculairement, à l'axe du champ (maintenu parallèle à l'axe d'anisotropie des couches de  $Gd_{40}Fe_{60}$ ). c) Somme des variations de résistance mesurées sur les deux barreaux lithographiés en fonction du champ.

### IV.3) Interprétation des résultats et discussion sur l'influence de la paroi

Les résultats expérimentaux que nous avons obtenus sont très similaires à ceux observés sur une tricouche  $\text{Co}_{35}\text{Fe}_{65}/\text{Ag}/\text{Gd}_{50}(\text{Co}_{35}\text{Fe}_{65})_{50}$  dans laquelle une MRG négative est observée [Bel96]. L'aimantation de Gd est dominante dans l'alliage  $\text{Gd}_{50}(\text{Co}_{35}\text{Fe}_{65})_{50}$ . A haut champ, les aimantations de GdFeCo et de FeCo sont parallèles ; pourtant la résistance est maximale (Figure IV.23). Lorsque la couche de GdCoFe se renverse (avant le renversement de la couche de CoFe), une diminution de résistance est mesurée alors que les aimantations de CoFe et GdFeCo sont antiparallèles (Figure IV.23). Ces résultats s'expliquent en considérant que les diffusions majoritaires dépendantes du spin dans la couche de GdCoFe (en volume ou à l'interface) sont des diffusions de type s-d impliquant uniquement les orbitales électroniques du sous-réseau de fer. En effet, aucun effet de diffusion dépendant du spin n'est prévu pour des matériaux de Terres-Rares pour lesquels la polarisation des orbitales 4f et 5d au niveau de Fermi est négligeable [Die94][Bel96]. Ainsi, de manière simpliste, tout se passe comme si les électrons n'étaient influencés que par le sous-réseau des moments de cobalt-fer. Des mesures plus complètes réalisées sur des spins-valves  $\text{NiO}/\text{Fe}/\text{Cu}/\text{Gd}_x\text{Co}_{1-x}$  ont récemment précisé ces résultats [Yan06].

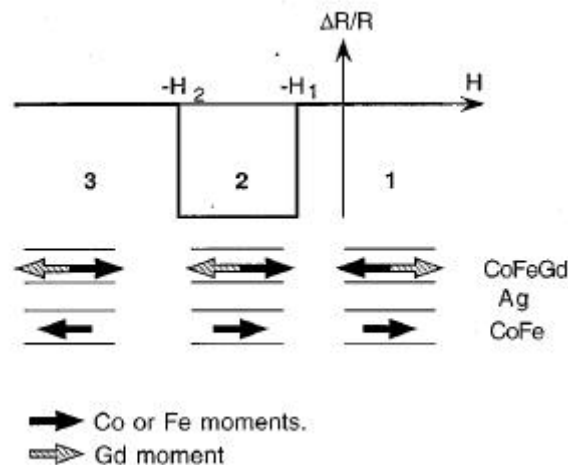


Figure IV.23. Illustration de l'effet de MRG négative dans la tricouche  $\text{Co}_{35}\text{Fe}_{65}/\text{Ag}/\text{Gd}_{50}(\text{Co}_{35}\text{Fe}_{65})_{50}$  [Bel96].

Il est possible de comprendre également l'absence de saut brutal lorsque, venant de l'état saturé à haut champ, la résistance de la spin-valve passe de l'état de haute résistance (lorsque les directions des moments des sous-réseaux de fer des deux couches sont antiparallèles) à l'état de basse résistance (lorsque les moments des sous-réseaux de fer des deux couches sont parallèles) en observant l'évolution des configurations magnétiques adoptées par la bicouche  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  en fonction de l'intensité du champ.

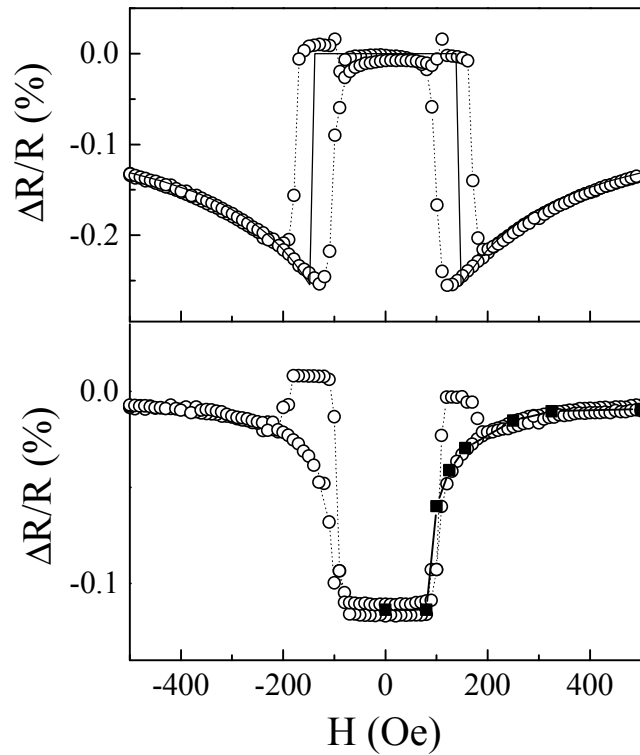


Figure IV.24. a) Variations d'anisotropie de magnétorésistance mesurées sur une multicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/Cu (6 nm)/  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ Cu (5 nm) en fonction de l'intensité d'un champ magnétique appliqué parallèlement à l'axe d'anisotropie de la couche  $Gd_{40}Fe_{60}$ . Les points expérimentaux (ronds vides) sont comparés aux variations d'AMR simulée (ligne continue). b) Somme des variations de résistances mesurées sur les deux barreaux lithographiés comparée à la valeur calculée  $R_{MRG}$  en fonction du champ.

La figure IV.24a représente la variation de magnétorésistance expérimentale présentée sur la figure IV.22b à laquelle on a soustrait la contribution de MRG. La simulation AMR présentée sur la figure IV.24a a été obtenue avec les mêmes paramètres magnétiques que ceux utilisés dans le cas de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}$  à 5 K (Tableau IV.1) sauf pour l'anisotropie de la couche de  $Gd_{10}Fe_{90}$  que nous avons dû largement réduire ( $K= 5 \cdot 10^3 \text{ erg} \cdot \text{cm}^{-3}$ ). De plus, nous avons considéré que la couche de  $Gd_{40}Fe_{60}$  seule ne produit pas de variation de résistance (cf. Chapitre II). Les configurations magnétiques des moments des sous-réseaux de fer de la bicouche  $GdFe/GdFe$ , correspondant à cette variation d'AMR, sont représentées figure IV.25 pour différents champs. Il apparaît que, pour les faibles champs, les moments du plan de la couche de  $Gd_{10}Fe_{90}$  le plus éloigné de l'interface  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}$ , i.e. dans la spin-valve les moments en contact avec la couche de Cu, ne sont pas alignés avec le champ magnétique. Plus le champ diminue, plus l'angle entre ces moments et la direction du champ augmente. Or, dans le même temps, l'aimantation de la couche seule de  $Gd_{40}Fe_{60}$  reste fixe dans la direction du champ. Par conséquent, lors de la diminution du champ, l'angle entre les moments de part et d'autre de la couche de cuivre augmentent.

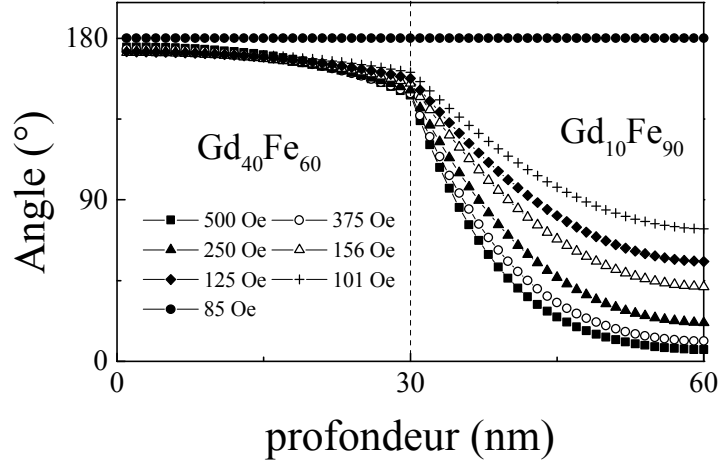


Figure IV.25. Evolution des configurations magnétiques des moments des sous-réseaux de fer de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/  $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm) calculées par la simulation micromagnétique en fonction du champ magnétique à 5 K : 500 Oe (carrés pleins), 375 Oe (ronds vides), 250 Oe (triangles pleins), 156 Oe (triangles vides), 125 Oe (losanges pleins), 101 Oe (croix) et 85 Oe (ronds pleins) . a) Orientation des moments magnétiques résultants de GdFe en fonction de la profondeur dans la bicouche. La valeur  $0^\circ$  correspond à la direction des champs positifs.

La dépendance de la MRG vis-à-vis de l'angle  $\mathbf{q}$  entre les directions des moments des sous-réseaux de fer s'exprime par [Die91]:

$$R_{MRG}(\mathbf{q}) = R_P + (R_{AP} - R_P) \frac{1 - \cos(\mathbf{q})}{2}$$

où  $R_P$ , resp.  $R_{AP}$ , est l'état de basse résistance, resp. haute résistance, et  $\mathbf{q}$  est l'angle entre les directions des moments des sous-réseaux de fer de chaque couche. En ne considérant l'orientation que des moments de fer du dernier plan de la couche de  $Gd_{10}Fe_{90}$  de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}$  à l'interface avec le Cu fournie par la simulation micromagnétique par rapport à la direction fixe de l'aimantation de la couche seule de  $Gd_{40}Fe_{60}$ , nous avons calculé  $R_{MRG}$  en fonction du champ. La valeur  $(R_{MRG} - R_{AP})/R_{AP}$  est superposé à l'évolution de la courbe de magnétorésistance géante expérimentale sur la figure IV.24b. Un bon accord est obtenu, signifiant que les variations de MRG mesurées peuvent être expliquées uniquement à l'aide des premiers plans d'aimantation de part et d'autre de la couche de Cu. Cette dépendance de la magnétorésistance géante uniquement vis-à-vis des configurations magnétiques aux interfaces GdFe/Cu, dans la configuration CIP, s'explique certainement par le faible libre parcours moyen dans les matériaux amorphes magnétiques (de l'ordre de quelques Angströms) [Vou98][Aus83].

*Deux effets distincts sont donc à l'origine des effets de magnétorésistance mesurés dans une spin-valve  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm)/ $Gd_{10}Fe_{90}$  (30 nm)/Cu (6 nm)/  $Gd_{40}Fe_{60}$  (30 nm) à 5 K. On observe, d'une part, une variation d'anisotropie de magnétorésistance dépendant de l'intégralité du volume des couches magnétiques et, d'autre part, une variation de*

*magnétorésistance géante négative sensible uniquement à l'orientation des moments magnétiques de fer à l'interface  $Gd_{10}Fe_{90}/Cu$  par rapport à ceux de l'interface  $Gd_{40}Fe_{60}/Cu$ .*

## **IV / Conclusion du chapitre**

Ayant caractérisé les effets de magnétorésistances propres aux couches simples au chapitre II, nous avons réalisé des mesures de magnétorésistance sur le système bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$ , dont nous avons étudié en détail les configurations magnétiques au chapitre III. Toutefois, outre les problèmes de reproductibilité et de contributions parasites à la résistance observés, différents problèmes majeurs, intrinsèques à cette bicouche particulière, ont été relevés lors de cette étude. D'une part, la forte composante magnétorésistive de la couche TbFe, certainement due aux propriétés d'anisotropie aléatoire ne permet pas une étude claire des variations de résistance liées à la compression de la paroi magnétique à fort champ (même en terme d'AMR). D'autre part, le fort champ coercitif du TbFe à basse température complique également cette étude. Pour pouvoir s'affranchir des problèmes liés aux propriétés de l'alliage  $Tb_{12}Fe_{88}$ , des bicouches type  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_xFe_{1-x}$  ont été étudiées à l'aide de mesures d'aimantation et de résistance. Les caractéristiques magnétiques et résistives obtenues dans le cas de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}$  répondent aux critères nécessaires à notre étude des magnétorésistances de paroi (amorphicité, propriétés magnétiques très bien simulées par notre simulation micromagnétique sur la gamme de  $\pm 70$  kOe et pour des températures de 300 K à 5 K). A bas champ, les variations de résistance sur ce système s'interprètent parfaitement en terme d'anisotropie de magnétorésistance (AMR). En revanche, pour des champs supérieurs à 500 Oe, les variations de résistance ne peuvent plus s'expliquer en terme d'AMR uniquement. Les phénomènes de magnétorésistance intrinsèques aux matériaux amorphes doivent être pris en compte pour expliquer nos observations.

Différentes procédures sont testées afin d'éliminer l'AMR et les effets de volume propres à la nature amorphe des matériaux. Nous étant affranchis de ces deux contributions parasites, un effet magnétorésistif résiduel persiste. Bien que son amplitude soit d'un ordre de grandeur inférieure aux variations d'AMR, celui-ci apparaît de manière identique quelque soit les méthodes expérimentales ou calculatoires utilisées. Cette contribution magnétorésistive persistante est caractérisée par une diminution de la résistivité (ou une augmentation de la conductance) lorsque le champ magnétique augmente, i.e. lorsque l'épaisseur de la paroi magnétique diminue. Quasi nulle à 300 K, l'amplitude de cet effet augmente lorsque la température diminue de 300 à 50 K. Après avoir rappelé que, dans les alliages  $Gd_xFe_{1-x}$ , le canal de spin majoritaire est toujours le canal de spin parallèle à l'aimantation du sous-réseau de fer (quelle que soit  $x < 0.8$ ) [Kai05][Kai06], la diminution de résistance (ou l'augmentation de conductance) due à la présence de la paroi d'interface est discutée, en utilisant le modèle théorique de Asomoza et al. [Aso77][Aso79][Fer79], en fonction de la taille de la paroi et de l'angle entre les derniers spins de fer à l'interface de la bicouche. Le manque de connaissances théoriques concernant les effets de résistance ou de magnétorésistance dans les matériaux amorphes magnétiques, ainsi que certaines questions toujours en suspens, ne nous permettent pas de conclure avec certitude sur les origines de l'effet supplémentaire observé.



Enfin, nous avons voulu étudier l'influence de la présence d'une paroi de domaine identique à celle observée dans  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}$  sur l'effet de magnétorésistance géante. Pour cela, la magnétorésistance d'une multicouche spin-valve  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}/\text{Cu}/\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  a été testée. Une magnétorésistance géante négative d'amplitude 0.1 % est mesurée à basse température (ce qui est assez faible, typiquement de l'ordre des variations d'AMR observées sur ce même système). L'apparition de cette magnétorésistance géante négative s'explique en considérant que les diffusions majoritaires dépendantes du spin dans la couche de  $\text{Gd}_x\text{Fe}_{1-x}$  (en volume ou à l'interface) sont des diffusions de type s-d impliquant uniquement les orbitales électroniques du sous-réseau de fer [Die94][Bel96]. Nos expériences sur la multicouche amorphe  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}/\text{Cu}/\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$  prouvent que, dans une telle structure, les variations de magnétorésistance géante ne dépendent que des diffusions aux interfaces  $\text{GdFe}/\text{Cu}$  tandis que les variations d'AMR dépendent du volume de l'ensemble des couches magnétiques. Ceci est certainement dû au faible libre parcours moyen des couches magnétiques amorphes (de l'ordre de quelques Angströms).

# Conclusion générale

Notre travail de thèse a été dédié à l'étude des configurations magnétiques de systèmes bicouches ferrimagnétique/ferrimagnétique amorphes ( GdFe/TbFe et GdFe/GdFe). Ce travail a deux objectifs distincts : premièrement, permettre la compréhension des phénomènes de décalage d'échange observés dans ces systèmes et, deuxièmement, étudier l'influence d'une paroi de domaines magnétiques sur les propriétés de transport électronique particulières des matériaux amorphes.

## **Etude des phénomènes de couplage d'échange d'une bicouche Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>.**

Cette première partie traite de l'effet de décalage d'échange ou « Exchange-bias », originellement caractérisé par le décalage en champ du cycle d'hystérésis d'une couche ferromagnétique (FM) couplée à une couche antiferromagnétique (AF) [Mei56]. Cet effet est ainsi généralement observé après refroidissement de la bicouche FM/AF d'une température  $T > T_B$  à une température  $T < T_B$  (où  $T_B$  correspond à une température dite de blocage) sous un champ magnétique de refroidissement  $H_{cf}$ . Pour la majorité des systèmes FM/AF, l'amplitude du champ d'échange,  $H_E$ , dépend peu ou pas de l'intensité de  $H_{cf}$  et son signe est systématiquement opposé au champ de refroidissement  $H_{cf}$  [Nog99][Sta00].

Un petit nombre de systèmes FM/AF, tels que Fe/FeF<sub>2</sub> et Fe/MnF<sub>2</sub>, se distinguent. Pour ces bicouches, en effet, le champ d'échange varie avec  $H_{cf}$  et peut passer d'une valeur négative pour de faibles valeurs de  $H_{cf}$  à positive à fort  $H_{cf}$  [Nog96]. Un décalage des cycles en aimantation  $M_{shift}$  (dépendant de  $H_{cf}$ ) est également observé. Ces effets sont accompagnés d'une évolution non monotone du champ coercitif avec  $H_{cf}$  [Lei02], ainsi qu'un décalage du cycle selon l'axe des aimantations [Nog00]. Ces phénomènes ont clairement été associés à l'existence d'un couplage interfacial antiferromagnétique entre l'aimantation de la couche FM (très sensible à l'application du champ magnétique  $H$ ) et la couche AF (pas ou peu sensible à  $H$ ). En revanche, de nombreux phénomènes liés aux effets de décalage d'échange restent encore à comprendre dans ces systèmes et seule la détermination des configurations magnétiques et leurs évolutions peuvent permettre une meilleure compréhension. Dans les systèmes FM/AF, il est difficile d'obtenir une telle information en raison de l'aimantation nulle (ou très faible) de l'AF.

En 2003, juste avant le début de cette thèse, des phénomènes de décalage d'échange très similaires à ceux obtenus dans les structures FM/AF type Fe/FeF<sub>2</sub> (cf. ci-avant) ont été observés dans des bicouches Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub> possédant un couplage interfacial antiferromagnétique [Man03]. Dans ce cas, on observe un décalage du cycle d'hystérésis de la couche de GdFe après refroidissement de la bicouche sous champ, la couche de TbFe jouant le rôle de couche bloquante. Les évolutions de  $H_E$  et  $M_{shift}$  ont pu être expliquées en utilisant un modèle micromagnétique basé sur deux hypothèses : a) l'aimantation de la bicouche est

considérée comme une chaîne de spins unidimensionnelle dont l'axe est perpendiculaire au plan du film, b) après du refroidissement sous un champ  $H_{cf}$ , la configuration magnétique adoptée par le TbFe se trouve gelée dans la configuration qui était la sienne sous  $H = H_{cf}$  à 300 K.

Au cours de cette thèse, nous nous sommes attachés à caractériser les configurations magnétiques adoptées par la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  et leurs évolutions en fonction du champ et de la température. Dans un premier temps, nos mesures ont permis de montrer que le modèle défini dans [Man03] est vérifié uniquement pour des températures faibles, typiquement inférieures à 10K. Les phénomènes de décalage d'échange observés peuvent alors s'expliquer de la manière suivante. A 300 K, lorsque le champ magnétique augmente entre 0 Oe et 70 kOe, une paroi magnétique est créée à l'interface de la bicouche à cause de la compétition entre l'énergie de couplage d'échange antiferromagnétique d'interface et l'énergie Zeeman; cette paroi est en réalité majoritairement localisée dans la couche de TbFe. Il apparaît que, lorsque l'intensité du champ augmente, celle-ci se comprime vers l'interface entraînant la diminution de son épaisseur et la rotation continue de l'angle des moments du dernier plan de TbFe à l'interface entre  $180^\circ$  (à bas champ) à  $0^\circ$  (à 70 kOe) par rapport à la direction des champs positifs. Ce comportement a été vérifié à l'aide de mesures macroscopiques (d'aimantation, de susceptibilité et de transport électronique) ainsi que grâce à des mesures de dichroïsme magnétique (XRMS) et de réflectométrie de neutrons polarisés. Ces configurations sont également en parfait accord avec une simulation micromagnétique unidimensionnelle. Lorsque cette bicouche est refroidie en dessous de 10 K, sous un champ magnétique  $H_{cf}$ , la paroi magnétique, présente au sein du TbFe à 300 K sous un champ  $H = H_{cf}$ , est bloquée dans ce matériau. On dit que la configuration magnétique est alors gelée [Hau06]. Ce phénomène est lié aux propriétés d'anisotropie aléatoire propres à certains alliages amorphes à base de Terres-Rares. A partir de cette constatation, nous avons pu montrer que le champ de décalage d'échange  $H_E$  dépend uniquement de l'orientation de l'aimantation du TbFe à l'interface GdFe/TbFe [Hen06] tandis que la valeur de  $M_{shift}$  est fonction de la configuration magnétique dans l'intégralité du volume de la couche de TbFe. La dépendance de la configuration magnétique gelée au sein du TbFe vis-à-vis de  $H_{cf}$  (cf. paragraphe précédent) explique la dépendance de  $H_E$  et de  $M_{shift}$  vis-à-vis de ce paramètre. Il est à noter que  $H_E$ , généralement défini dans la littérature comme la moyenne des champs de renversements, correspond également dans le cas de la bicouche GdFe/TbFe au champ pour lequel les énergies du système avant et après renversement de l'aimantation de la couche douce s'égalisent.

Au dessus de 10 K, de nouveaux effets sont observés qui ne peuvent être expliqués à l'aide du modèle originel. Tout d'abord des phénomènes de traînage magnétique, caractérisés par l'évolution des valeurs de  $H_E$ ,  $H_C$  et  $M_{shift}$  lors de cycles de champ successifs, sont mis en évidence. L'amplitude de ces variations augmente lorsque les valeurs de température ou de  $H_{cf}$  augmentent. L'évolution des configurations magnétiques gelées dans le TbFe au cours des renversements successifs de l'aimantation de la couche de GdFe permet d'expliquer les phénomènes de traînage magnétique [Hau06]. Nous avons clairement montré que ces réorganisations ont pour origine l'instabilité de la configuration magnétique gelée dans le TbFe qui, dans un état métastable, tend à se relaxer vers des configurations magnétiques de plus faible énergie. La dépendance de cet effet vis-à-vis de la température permet d'observer une nouvelle variation du champ d'échange d'une valeur négative à une valeur positive non seulement en fonction du champ de refroidissement (pour une même température) mais également en fonction de la température (pour un même  $H_{cf}$ ). Ainsi, nous avons montré qu'il est alors facile de sélectionner une valeur de  $H_E$  donnée en choisissant les paramètres de température et de  $H_{cf}$  adaptés.

Nous avons ensuite utilisé ces nouvelles connaissances afin de comprendre les phénomènes de coercitivité dans la bicouche GdFe/TbFe. Durant nos expériences, il a été observé que la valeur du champ coercitif du cycle d'une couche de GdFe couplée à une couche de TbFe dépend de l'angle des moments de TbFe à l'interface, de la configuration magnétique dans le volume de la couche de TbFe [Hen06] et également de la température. Nous avons montré que la première dépendance est certainement due uniquement à l'énergie de nucléation nécessaire au renversement de l'aimantation de la couche de GdFe, qui dépend de la direction de blocage des moments de TbFe à l'interface tandis que les deux dernières proviennent de mouvements irréversibles (différents de ceux observés durant le traînage magnétique) au sein de la couche de TbFe.

Nous avons également étudié les écarts possibles au modèle de chaîne de spins unidimensionnelle en créant artificiellement des domaines latéraux dans la bicouche [Man06]. Cette étude nous a permis de mettre en évidence la formation de cycles d'hystérésis atypiques. Suivant le type de domaines créés dans le système, il est possible d'obtenir des cycles d'hystérésis doubles ou des cycles simples. Ces résultats ne peuvent être expliqués qu'en tenant compte à la fois de domaines latéraux et de parois de domaines d'interface. Cette étude nous a permis de mettre en avant l'importance des tailles relatives des domaines dans la couche bloquée et dans la couche bloquante sur les phénomènes de décalage d'échange dans le cas de structures bicouches couplées par échange possédant des domaines latéraux en volume.

Finalement, nous espérons que les études que nous avons menées sur la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  permettent d'apporter un éclairage nouveau concernant les phénomènes de décalage d'échange observés dans les systèmes type Fe/FeF<sub>2</sub> et plus généralement dans les systèmes multicouches à couplage d'échange. Une extension de ce travail à des systèmes similaires mais dans le cas où les aimantations sont perpendiculaires au plan des films ainsi qu'une étude de l'influence des tailles latérales de la bicouche sur les propriétés de décalage d'échange sont en cours.

### **Effets de magnétorésistance liés à l'existence d'une paroi magnétique dans une structure bicouche ferrimagnétique/ferrimagnétique amorphe.**

La seconde partie de notre thèse a été dédiée à l'étude des propriétés de transport électronique dans les matériaux ferrimagnétiques amorphes à travers les effets de magnétorésistances créés par une paroi de domaines magnétiques. Les propriétés de résistance électrique des métaux amorphes sont très différentes de celles des métaux cristallins ou polycristallins communément étudiés. La principale différence provient de la valeur du libre parcours moyen des électrons, très faible (de l'ordre de la dizaine d'Angströms) dans le cas de matériaux très désordonnés comme les amorphes. Dans le cas de métaux amorphes non magnétiques, la valeur de la résistance et sa dépendance vis-à-vis de la température semble provenir majoritairement du facteur de structure définissant l'ordre structural local [Aus83][Zim61]. Dans le cas de métaux amorphes magnétiques, les contributions magnétiques et non magnétiques à la résistance sont difficilement dissociables ou quantifiables [Ket89]. L'unique modèle théorique décrivant les propriétés de transport électronique dans les matériaux amorphes magnétiques [Aso77][Aso79][Fer79] est basé sur la notion de diffusions cohérentes des ondes électroniques entre atomes magnétiques voisins.

Une étude bibliographique rapide concernant les études des effets de magnétorésistance de paroi dans les matériaux cristallins ou polycristallins permet de montrer qu'une bicouche à couplage d'échange antiferromagnétique est un système idéal pour cette étude puisque celui-ci permet d'étudier une paroi unique dont l'épaisseur peut être contrôlée « simplement » à l'aide d'un champ magnétique externe. A partir des connaissances acquises lors de la première partie de cette thèse, nous avons tout d'abord tenté d'étudier la magnétorésistance propre à l'existence d'une paroi magnétique d'interface dans la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Tb_{12}Fe_{88}$  dans une configuration CIP (le courant passant dans le plan des couches) et dans une gamme de températures de 5 K à 300 K et dans une gamme de champs de  $\pm 70$  kOe. A bas champ, les variations de résistance observées sur ces films s'interprètent parfaitement en terme d'anisotropie de magnétorésistance (AMR). En revanche, pour des champs supérieurs à 500 Oe, les variations de résistance ne peuvent plus s'expliquer en terme d'AMR uniquement. Les phénomènes de magnétorésistance intrinsèques aux matériaux amorphes doivent être pris en compte pour expliquer nos observations (cf. chapitre II). Des problèmes intrinsèques à la bicouche  $GdFe/TbFe$  ne nous ont pas permis de conclure quant à la présence d'une contribution magnétorésistive supplémentaire induite par la paroi magnétique.

Pour pouvoir s'affranchir des problèmes liés aux propriétés de l'alliage  $Tb_{12}Fe_{88}$ , diverses bicouches type  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_xFe_{1-x}$  ont été étudiées à l'aide de mesures d'aimantation et de résistance. Les caractéristiques magnétiques et résistives obtenues dans le cas de la bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}$  répondent aux critères nécessaires à notre étude des magnétorésistance de paroi (amorphicité, propriétés magnétiques très bien simulées par notre simulation micromagnétique sur la gamme de  $\pm 70$  kOe et pour des températures de 300 K à 5 K). Différentes procédures ont été testées afin d'éliminer l'AMR et les effets de volume propres à la nature amorphe des matériaux. Nous étant affranchis de ces deux contributions parasites, un effet magnétorésistif supplémentaire persiste. Bien que très faible (devant les variations d'AMR par exemple), nous l'avons mesuré suite aux deux procédures. Cette contribution magnétorésistive persistante est caractérisée par une diminution de la résistivité (ou une augmentation de la conductance) lorsque le champ magnétique augmente, i.e. lorsque l'épaisseur de la paroi magnétique diminue. Quasi nulle à 300 K, son amplitude augmente lorsque la température diminue de 300 à 50 K. Bien que nous ayons tenté de discuter de cette variation en utilisant le modèle théorique de Asomoza et al. [Aso77][Aso79][Fer79], le manque de connaissances théoriques concernant les effets de résistance ou de magnétorésistance dans les matériaux amorphes magnétiques ne nous permet pas de conclure avec certitude sur les origines de l'effet supplémentaire observé. Une étude de la même bicouche  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}$  en géométrie CPP (le courant circulant perpendiculairement au plan des couches) pourrait permettre de vérifier l'existence de ce phénomène et également apporter de nouvelles informations quant à ses origines.

Finalement, nous avons voulu étudier l'influence de la présence d'une paroi de domaine identique à celle observée dans  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}$  sur l'effet de magnétorésistance géante. Pour cela, la magnétorésistance d'une multicouche spin-valve  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}/Cu/Gd_{40}Fe_{60}$  a été testée. Une magnétorésistance géante négative d'amplitude 0.1 % est mesurée. Nos expériences sur la spin-valve amorphe  $Gd_{40}Fe_{60}/Gd_{10}Fe_{90}/Cu/Gd_{40}Fe_{60}$  prouvent que dans une telle structure les variations de magnétorésistance géante ne dépendent que de l'orientation des moments de fer aux deux interfaces  $GdFe/Cu$  tandis que les variations d'AMR dépendent des configurations de volume de l'ensemble des couches magnétiques.

# Annexes

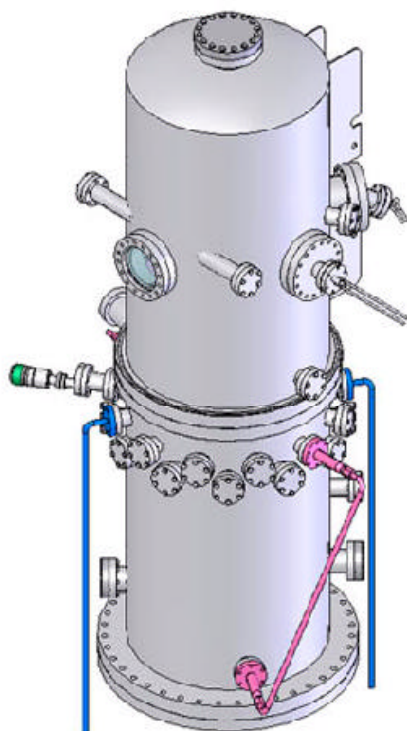
1. Evaporateur et méthodes de dépôts
2. Réflectométrie de neutrons polarisés
3. Calcul analytique : cas d'une paroi semi-infinie



## **Annexe 1 : Evaporateur et méthodes de dépôts**

---

Nous disposons d'une enceinte sous ultravide nous permettant de réaliser des multicouches d'alliage ou de matériaux purs en utilisant différents moyens d'évaporation simultanément (Figure AI.1). L'atmosphère, à l'intérieur de l'enceinte, est abaissée à une pression de l'ordre de  $10^{-8}$  Torr pour garantir la pureté des couches et le bon contrôle des évaporations.



*Figure AI.1. Dessin général de l'enceinte d'évaporation*

### **1) Moyens de pompage et ultra-vide**

Le groupe de pompage est constitué d'une pompe secondaire à diffusion d'huile refoulant dans une pompe primaire à palette. L'ensemble permet d'atteindre une pression d'environ  $1.10^{-7}$  Torr. Un panneau froid alimenté par une circulation d'azote liquide et un sublimateur de Titane sont associés au groupe de pompage et réduisent la pression à  $1.10^{-8}$  Torr durant dépôt.

### **2) Moyens de mesure du vide**

La mesure des pressions dans l'enceinte est assurée par une jauge primaire type Pirani dont la gamme de mesure s'étend de la pression atmosphérique à  $10^{-3}$  Torr. Elle est relayée par une



jauge à ionisation permettant des mesures de  $10^{-3}$  à  $10^{-12}$  Torr.

### **3) Moyens d'évaporation et de contrôle de l'évaporation**

Nous disposons de trois types de sources d'évaporations différentes (Figure AI.2):

- Deux canons à électrons avec lesquels nous évaporons des matériaux comme le Cuivre, l'Aluminium, le Silicium ou le Fer à des vitesses de dépôt entre 0,3 à 1,5Å/s.
- Deux creusets thermiques avec lesquels nous évaporons du Terbium et de Gadolinium avec des flux de 0,4 à 1Å/s.
- Une cellule d'effusion avec laquelle nous évaporons de l'Or, du Fer ou du Fer<sup>57</sup> à des vitesses de 0,05 à 0,1Å/s

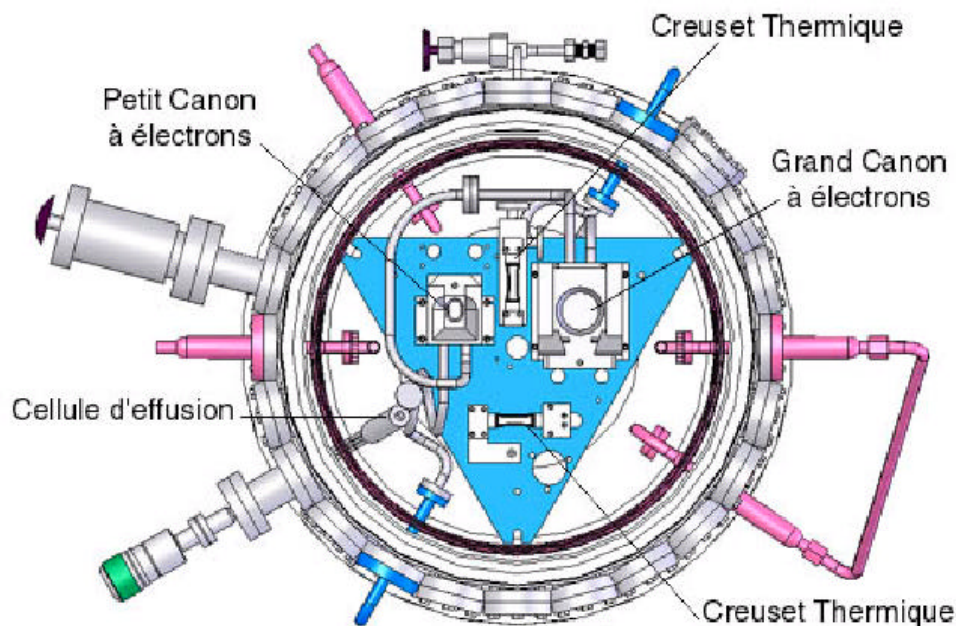


Figure AI.2. Schéma descriptif de la disposition des sources dans le bâti d'évaporation

### **4) Contrôle de l'évaporation durant dépôt**

Afin de pouvoir contrôler le déroulement d'une séquence d'évaporation, nous mesurons en temps réel l'épaisseur et la vitesse de croissance du dépôt grâce à une microbalance à quartz reliée à un logiciel d'interfaçage développé en interne. Le principe consiste à mesurer la dérive de la fréquence de résonance d'un cristal de quartz lorsque celui-ci est soumis à une surcharge de masse.

## **Annexe 2 : REFLECTOMETRIE DE NEUTRONS POLARISES**

---

### **1) Les neutrons : généralités**

Les neutrons sont des particules élémentaires découvertes en 1932 par J. Chadwick. Leurs caractéristiques principales sont résumées dans le tableau AII.1. Leur première utilisation pour des expériences de diffusions magnétiques est attribué à Shul et Smart en 1946.

masse	$m = 1,675.10^{-27}$ kg
charge	$q = 0$
spin	$s = 1/2$
moment magnétique	$\mu_N = 9,663.10^{-27}$ J.T <sup>-1</sup> = 1,913 $\mu_{BN}$

*Tableau AII.1. Principales caractéristiques d'un neutron.*

Le neutron possède une charge électrique nulle. De ce fait, il peut pénétrer la matière sans être arrêté par une barrière coulombienne. Contrairement aux rayons X qui ne voient, la plupart du temps, que la surface de la matière, les neutrons sondent le volume des matériaux. Les neutrons utilisés dans les expériences qui nous concernent ont une énergie de l'ordre du meV, ce qui correspond à une longueur d'onde comprise entre 1 et 5 Å, i.e. l'ordre de grandeur de la distance interatomique de la matière condensée. Lors du passage de neutrons au sein d'un matériau, deux types de phénomènes coexistent : la diffusion et l'absorption.

Le neutron porte un spin  $1/2$ . Sa fonction d'onde se décompose alors sur la base des états de spin  $\{|+\rangle, |-\rangle\}$  et s'écrit :

$$\mathbf{y}(\vec{r}, t) = \mathbf{y}^+(\vec{r}, t)|+\rangle + \mathbf{y}^-(\vec{r}, t)|-\rangle$$

Il est donc possible de polariser les faisceaux de neutrons et aussi d'analyser la polarisation des neutrons après qu'ils aient interagi avec l'échantillon.

Lorsqu'il existe un champ magnétique, on désignera par « + » ou « up » (respectivement « - » ou « down ») un neutron dans l'état propre  $|+\rangle$  (resp.  $|-\rangle$ ), c'est-à-dire un neutron dont le moment magnétique est aligné parallèlement (resp. antiparallèlement) au champ appliqué.

### **2) Interactions neutron – matière**

#### **2.a] Interaction nucléaire**

La diffusion d'un neutron sur un noyau a pour origine l'interaction forte entre les deux particules. Elle est de courte portée, typiquement  $10^{-15}$  m. Pour les neutrons utilisés en diffusion dont la longueur d'onde est de l'ordre de l'angström, on a coutume d'écrire le potentiel d'interaction sous la forme suivante dite pseudo-potentiel de Fermi :

$$V(\vec{r}) = \frac{2p\hbar^2}{m} b \mathbf{d}(\vec{r}) \quad \text{où } b \text{ est la longueur de diffusion}$$

et la fonction  $\mathbf{d}$  montre que l'interaction est locale

Si on étudie un milieu de densité atomique  $\mathbf{r}$  où la longueur de diffusion des neutrons est  $b$ , alors le potentiel moyen  $V_N$  d'interaction est obtenu par intégration du pseudo-potentiel de Fermi sur le volume  $V$  de l'échantillon :

$$V_N = \frac{1}{V} \int_V V(\vec{r}) d\vec{r} = \frac{2p\hbar^2}{m} \mathbf{r} b$$

**Remarque :** le noyau pouvant être porteur d'un spin, il existe également une interaction magnétique avec le moment magnétique du noyau mais elle est négligeable par rapport à l'interaction nucléaire ou à l'interaction magnétique avec les moments électroniques dont nous allons parler dans le prochain paragraphe.

### 2.b] Interaction entre le spin du neutron et un champ magnétique

Le neutron porte un moment magnétique :

$$\mathbf{m} = |\vec{m}| = g_N \mathbf{m}_{BN} \frac{|\vec{S}|}{\hbar} = \pm \frac{1}{2} g_N \mathbf{m}_{BN}$$

Le potentiel d'interaction d'un neutron avec un champ magnétique  $\vec{B}(\vec{r})$  s'écrit :

$$V(\vec{r}) = -\vec{m} \cdot \vec{B}(\vec{r}) = -g_N \mathbf{m}_{BN} \frac{\vec{S}}{\hbar} \cdot \vec{B}(\vec{r}) = \mp \frac{1}{2} g_N \mathbf{m}_{BN} B \quad \text{suivant la polarisation}$$

Le champ peut être dû à l'aimantation du matériau ou à un champ extérieur appliqué (ce dernier est uniforme et le plus souvent négligeable localement par rapport à celui de l'aimantation). Il est possible de considérer chaque couche séparément et de résoudre l'équation de Schrödinger dans chacune des régions.

### 2.c] Potentiel d'interaction total d'une couche mince magnétique

Dans un système de multicouches, le potentiel d'interaction d'une couche quelconque  $\mathbf{a}$  est donné par :

$$\hat{V}_a = \frac{2p\hbar^2}{m} \mathbf{r}_a b_a \pm \frac{1}{2} g_N \mathbf{m}_{BN} M_a$$

avec  $\mathbf{r}_a$  la densité de la couche  $\mathbf{a}$ ,  $b_a$  la longueur de diffusion nucléaire

$\vec{M}_a$  l'aimantation créée par les électrons non appariés de la couche  $\mathbf{a}$  ( $\vec{B} = \mathbf{m} \vec{M}$ )

On peut mettre ce potentiel sous la forme de termes nucléaire et magnétique :

$$\hat{V}_a = \frac{2p\hbar^2}{m} \mathbf{r}_a (b_a \pm p_a)$$

où l'on a introduit la longueur de diffusion magnétique soit :

$$p = \frac{m}{2p\hbar^2} \frac{g_N \mathbf{m}_{BN} \mathbf{m}_0 M \cos \mathbf{q}}{\mathbf{r}}$$

On peut alors généraliser au cas d'un système de multicouches sachant que le potentiel d'interaction sera différent pour chaque couche ( $b$  et  $p$  varient selon le matériau de la couche considérée).

### 2.d] Renversement de polarisation ou Spin Flip

Lorsque l'aimantation n'est pas colinéaire à l'axe de polarisation des neutrons, l'interaction magnétique rend possible le renversement du spin des neutrons incidents lors de leur diffusion. Ce processus est appelé spin flip. L'amplitude des neutrons diffusés avec un spin renversé est proportionnelle à la composante de l'aimantation perpendiculaire à l'axe de polarisation. La matrice représentant l'ensemble des potentiels d'interaction s'écrit donc :

$$\begin{pmatrix} V^{++} & V^{-+} \\ V^{+-} & V^{--} \end{pmatrix} \propto \begin{pmatrix} b + pM \cos \mathbf{q} & pM \sin \mathbf{q} \\ pM \sin \mathbf{q} & b - pM \cos \mathbf{q} \end{pmatrix}$$

où le signe + correspond à la polarisation parallèle à la direction champ positif et le signe – à la polarisation anti-parallèle à la direction du champ.

### 2.e] Absorption

L'absorption des neutrons par la matière est en général très faible. En revanche, pour les noyaux qui ont un pic de résonance dans la gamme des longueurs d'onde utilisées, il y a, au voisinage de la résonance, une contribution supplémentaire non négligeable à la longueur de diffusion. On peut tenir compte de cette absorption en introduisant une partie imaginaire dans  $b$  :

$$b = b\mathcal{C} - ib^2$$

$b\mathcal{C}$  est appelée longueur de diffusion cohérente,  $b^2$  la longueur de diffusion incohérente. On notera que le gadolinium et le samarium sont des éléments très absorbants. Lors de nos expériences (cf. chapitre III), il nous a donc été difficile d'avoir une information sur les configurations magnétiques en profondeur dans l'alliage  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}$ .

## 3) Diffusion aux petits angles

La diffusion aura effectivement lieu aux petits angles puisqu'on étudie un cristal d'une épaisseur de l'ordre de  $10^3$  angströms. Les oscillations seront maximum pour tous les angles  $\mathbf{q}_n$  tels que :

$$\sin \mathbf{q}_n = \frac{n\mathbf{l}}{2d} \quad (\text{loi de Bragg})$$

où  $d$  représente l'épaisseur de l'échantillon ; dans le cadre de nos expériences au NIST,  $\mathbf{l} = 4,75$  angströms et les angles de diffusion sont donc de l'ordre du degré.

### 3.a] Indice de réfraction des neutrons

On se propose de faire le lien entre l'indice de réfraction des neutrons et l'équation de Schrödinger décrite ci-dessus. On suppose que le potentiel d'interaction dans le milieu est indépendant des coordonnées planaires  $x$  et  $z$  ; la longueur (selon  $x$ ) et la largeur (selon  $z$ ) de l'échantillon sont considérées comme infinies. Seule l'épaisseur des couches influence le potentiel.

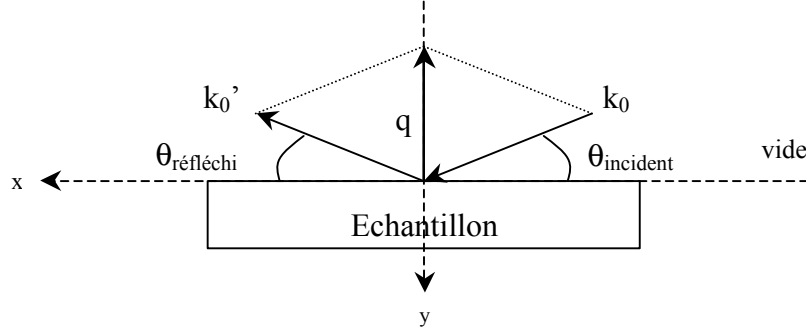


Figure AII.1. Diffraction d'un faisceau de neutrons de vecteur d'onde  $k$  sur un échantillon plan.

Soit une onde incidente de vecteur d'onde  $k_0$ , et l'onde réfléchi de vecteur d'onde  $k_0'$  (Figure AII.1). On définit le vecteur de diffusion par  $\vec{q} = \vec{k}_0' - \vec{k}_0$ , son module vaut :

$$q = 2k_0 \sin \mathbf{q}_{incident} = \frac{4p}{l} \sin \mathbf{q}_{incident}$$

L'équation de Schrödinger peut s'écrire sous la forme :

$$\frac{d^2 \mathbf{y}}{dr^2} + k^2 \mathbf{y} = 0 \quad \text{avec} \quad k^2 = \frac{2m}{\hbar^2} (E - V)$$

L'indice de réfraction  $n$  est proportionnel au vecteur d'onde  $k$ . On peut donc le définir comme suit :

$$n^2 = \frac{k^2}{k_0^2} \quad \text{avec} \quad n_{vide} = 1$$

Pour l'onde incidente, on a  $k_0^2 = \frac{2m}{\hbar^2} E$  puisqu'il n'y a pas d'interaction avec le potentiel. Par conséquent, on peut écrire :

$$n^2 = 1 - \frac{V}{E} = 1 - \frac{l^2}{p} \mathbf{r}(b \pm p)$$

L'indice de réfraction des neutrons est donc en général inférieur à 1 à l'exception des matériaux dont la longueur de diffusion est négative (ce qui n'est pas le cas pour les matériaux utilisés dans notre étude).

Par ailleurs, si on s'intéresse à l'ordre de grandeur de la quantité  $\frac{l^2}{p} \mathbf{r}(b \pm p)$ , on s'aperçoit qu'il est de  $10^{-5}$ . En effet,  $l$  est de l'ordre de l'angström,  $\mathbf{r}(b \pm p)$  de l'ordre de  $10^{-6}$  angström<sup>-2</sup>. On peut donc développer  $n$  au premier ordre et on obtient :

$$n = \left( 1 - \frac{I^2}{P} r(b \pm p) \right)^{1/2} \approx 1 - \frac{I^2}{2P} r(b \pm p)$$

**Remarque :**  $b$  peut être complexe, donc  $n$  également, et dans ce cas, témoigner de l'absorption. En effet, considérons une onde plane se propageant selon les  $x$  positifs du vide dans un milieu d'indice  $n$  de réfraction :

$$n = n' - in''$$

$$\text{d'où } e^{-i(kx - \omega t)} = e^{-i\omega \left( \frac{n}{c} x - t \right)} = e^{-i\omega \left( \frac{n' - in''}{c} x - t \right)} = e^{-i\omega \left( \frac{n'}{c} x - t \right)} e^{-\frac{\omega n''}{c} x}$$

Le dernier terme de l'égalité provient du fait que  $n$  est complexe. Sa décroissance exponentielle montre bien qu'il y a une perte de propagation donc absorption (Figure AII.2).

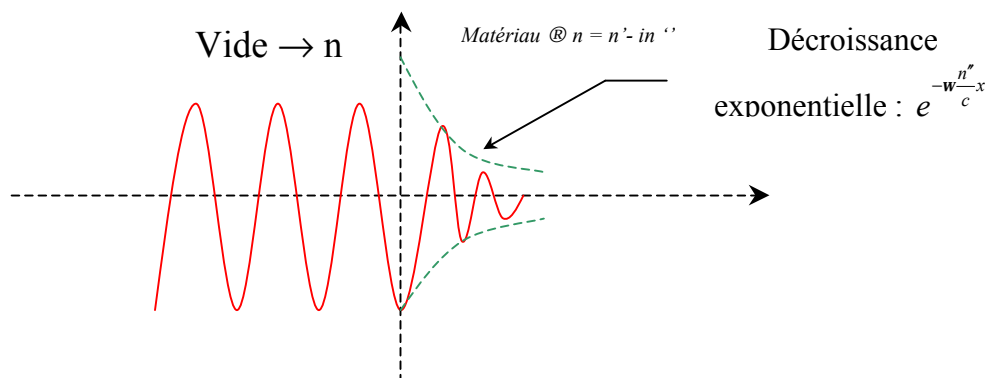


Figure AII.2. Schéma de l'absorption d'une onde plane dans un matériau d'indice de réfraction  $n$ .

### 3.b) Angles critiques et vecteurs de diffusion

L'angle critique  $\theta_c$  est l'angle en-dessous duquel il n'y a plus de partie transmise, la réflexion est totale. Il est important de noter que l'angle d'incidence sur la couche  $a$  est :

$\varphi_\alpha = \frac{\pi}{2} - \theta_{\text{incident}}$ . À l'interface entre deux milieux  $a$  et  $a+1$ , les lois de Descartes s'appliquent (Figure AII.3) :

$$\sin \varphi_\alpha = n \sin \varphi_{\alpha+1}$$

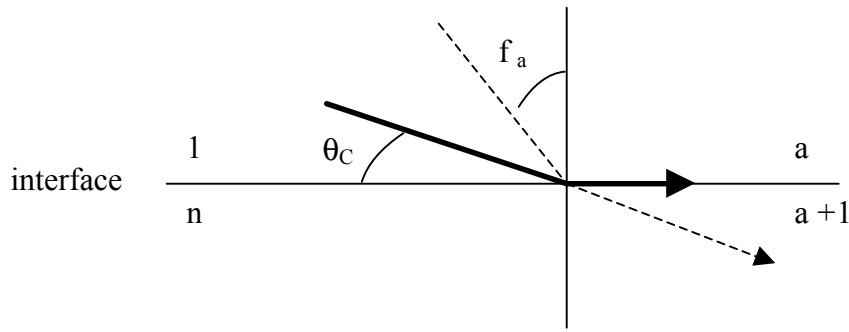


Figure AII.3. Schéma de diffusion d'une onde à l'interface entre le vide et un matériau d'indice de réfraction  $n$ .

L'angle critique est donné par la condition :

$$\sin\left(\frac{p}{2} - q_c\right) = \cos q_c = n \sin \frac{p}{2} = n$$

L'angle  $q_c$  étant très petit, on peut faire un développement limité de  $\cos q_c$  au premier ordre :

$$1 - \frac{q_c^2}{2} = n = 1 - \frac{I^2}{2p} r(b \pm p)$$

Et on obtient l'expression des angles critiques en dessous desquels la réflexion est totale:

$$q_c^\pm = \sqrt{\frac{I^2}{p} r(b \pm p)}$$

L'ordre de grandeur de l'angle critique est du demi degré. On peut déduire de l'expression des angles critiques celle des vecteurs d'onde critiques :

$$q_c^\pm = \frac{4p}{I} \sin q_c^\pm$$

On peut développer  $\sin q_c^\pm$  au premier ordre et on obtient :

$$q_c^\pm = \sqrt{16pr(b \pm p)}$$

#### **4) Description du dispositif expérimental**

##### 4.a] Production de neutrons

Pour produire des neutrons, on utilise la fission nucléaire. Après collision entre un neutron thermique et un noyau de  $^{235}\text{U}$ , on a émission d'un nombre variable de neutrons : en moyenne 2,5. Leur énergie moyenne est de 2 MeV. Nous avons vu que les expériences de diffusion neutroniques se font avec des neutrons d'énergie de l'ordre du meV. Il y a donc 9 ordres de grandeur à perdre pour pouvoir les utiliser. Cette perte s'effectue par collision avec les noyaux de ce que l'on appelle un modérateur (eau, eau lourde, graphite...).

#### 4.b] Dispositif expérimental

Un faisceau de neutrons s'obtient en ouvrant un canal dans la protection et dans le modérateur. Les neutrons sont alors dirigés vers l'échantillon. En outre, on cherche à obtenir un faisceau incident monochromatique. Ceci est réalisable par réflexion de Bragg sur un cristal de plans réflecteurs (hkl) monochromateur. Ce monochromateur sélectionne une longueur d'onde unique, 4,75 Å dans le cas de NG1. Le faisceau monochromatique ainsi obtenu est non polarisé. On le fait donc passer dans un polariseur (super-miroir Fe/Si) qui sélectionne les neutrons incidents « up » (ou « down »). Après réflexion sur l'échantillon, un second super-miroir permet à un détecteur de collecter les neutrons en fonction de leur polarisation (Figure AII.4).

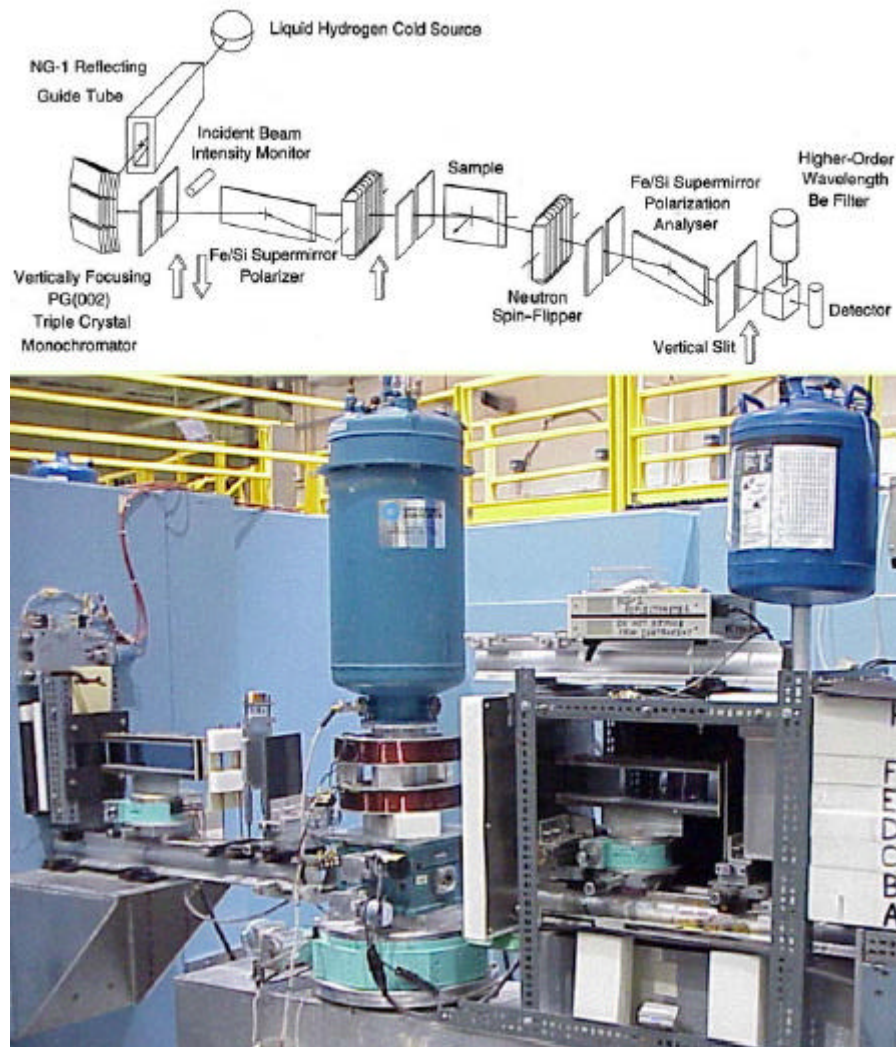


Figure AII.4. Description et photographie du dispositif expérimental de la ligne NG1 du NIST.



## 5) Fits des courbes expérimentales

### 5.a] Fit, paramètres et données générales sur l'échantillon Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub>/ Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub>

Le formalisme utilisé pour fitter les courbes expérimentales de réflectométrie est le même que celui utilisé pour résoudre l'équation de Schrödinger [Duf95][Nis06]. Le programme que nous allons utiliser, appelé REFLPOL, a été développé à NIST (National Institute of Standards and Technology). Il permet d'obtenir le spectre de réflectométrie à partir des données suivantes :  $rb$ ,  $rb_{im}$ ,  $rp$ , la rugosité et l'épaisseur des couches, l'angle entre les moments magnétiques et l'axe de polarisation des neutrons. REFLPOL calcule alors le profil du potentiel créé et en déduit l'intensité réfléchie.

Le système est défini par  $N$  couches. Chaque couche est définie par son épaisseur, sa rugosité, les amplitudes de diffusion nucléaire ( $rb$  et  $rb_{im}$ ) et magnétique ( $rp$ ) et par l'angle que font les moments magnétiques avec l'axe de polarisation des neutrons.

Notre système est constitué de 5 couches :

Al / Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Tb <sub>12</sub> Fe <sub>88</sub>
Gd <sub>40</sub> Fe <sub>60</sub>
Verre (Si)

Masses molaires :  $M_{Fe} = 55,85 \text{ g.mol}^{-1}$   
 $M_{Gd} = 157,25 \text{ g.mol}^{-1}$   
 $M_{Tb} = 158,93 \text{ g.mol}^{-1}$

Densités volumiques :  $d_{Gd} = 7,89 \text{ g.cm}^{-3}$   
 $d_{Tb} = 8,22 \text{ g.cm}^{-3}$   
 $d_{Fe} = 7,85 \text{ g.cm}^{-3}$   
 $d_{Gd40Fe60} = 7,08 \text{ g.cm}^{-3}$   
 $d_{Tb15Fe85} = 7,11 \text{ g.cm}^{-3}$

Longueurs de diffusion :  $b = b_c + i b_{im}$  *données par les tables*

$b_c$  : longueur de diffusion cohérente

$b_{im}$  : partie imaginaire de la longueur de diffusion (quantifie l'absorption)

$$b_{Fe} = 9,45 + 7,12 \cdot 10^{-4}i \text{ fm}$$

$$b_{Gd} = 6,5 - 13,82i \text{ fm}$$

$$b_{Tb} = 7,38 - 0,17i \text{ fm}$$

Aimantations :  $\mu_{Fe} = 2,2 \mu_B$  / atome

$$\mu_{Gd40Fe60} = 1,22\mu_B \text{ / "atome" (300K)}$$

$$\mu_{Tb15Fe85} = 0,40\mu_B \text{ / "atome" (300K)}$$

Longueur d'onde des neutrons :  $\lambda = 4,75 \text{ \AA}$

### 5.b] Calcul théorique des paramètres utiles au fit

Amplitude de diffusion nucléaire d'un alliage  $A_xB_y$  :

$$(rb)_{AxBy} = \frac{xd_A b_A + yd_B b_B}{xM_A + yM_B} N \quad \text{où } N \text{ est la constante d'Avogadro}$$

Partie imaginaire de l'amplitude de diffusion nucléaire d'un alliage  $A_xB_y$  :  $\text{Å}$

$$(rb_{im})_{AxBy} = \frac{xd_A b_{imA} + yd_B b_{imB}}{xM_A + yM_B} N$$

Amplitude de diffusion magnétique d'un alliage  $A_xB_y$  suivant la température  $T$  :

$$(rp)_{AxBy} = \frac{d_{AxBy} p_{AxBy}^{(T)}}{xM_A + yM_B} N \quad \text{où } p_{AxBy}^{(T)} = m_{AxBy} \cdot 2,695 \cdot 10^{-5}$$

Angles et vecteurs critiques de diffusion pour un alliage  $A_xB_y$  suivant la température  $T$  :

$$q_c^{\pm(T)} = \sqrt{\frac{I^2}{p} r_{AxBy} (b_{AxBy} \pm p_{AxBy}^{(T)})} \quad \text{et} \quad q_c^{\pm(T)} = \sqrt{16pr_{AxBy} (b_{AxBy} \pm p_{AxBy}^{(T)})}$$

### Résultats théoriques

	$rb \text{ (Å}^{-2}\text{)}$	$rb_{im} \text{ (Å}^{-2}\text{)}$	$rp \text{ (Å}^{-2}\text{)}$	
			<b>300K</b>	<b>15K</b>
<b>Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub></b>	$4 \cdot 10^{-6}$	$2,72 \cdot 10^{-5}$	$1,44 \cdot 10^{-6}$	
<b>Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub></b>	$6,09 \cdot 10^{-6}$	$1.81 \cdot 10^{-8}$	$6,47 \cdot 10^{-7}$	
<b>Tableau des paramètres nucléaires et magnétiques</b>				

### Valeurs utilisées au chapitre III pour les fits de nos expériences

	$rb \text{ (Å}^{-2}\text{)}$	$rb_{im} \text{ (Å}^{-2}\text{)}$	$rp \text{ (Å}^{-2}\text{)}$	
			<b>300K</b>	<b>15K</b>
<b>Gd<sub>40</sub>Fe<sub>60</sub></b>	$3.7 \cdot 10^{-6}$	$2,6 \cdot 10^{-6}$	$1,3 \cdot 10^{-6}$	$2.15 \cdot 10^{-6}$
<b>Tb<sub>12</sub>Fe<sub>88</sub></b>	$6,5 \cdot 10^{-6}$	$9,36 \cdot 10^{-9}$	$6 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-6}$
<b>Tableau des paramètres nucléaires et magnétiques</b>				

## 6) Influence des paramètres

Pour comprendre le rôle de chaque paramètre sur le spectre de réflectivité de neutron, nous avons testé le programme sur des cas simples. Nous pouvons jouer sur les six paramètres suivants :

- $rb$  ( $\text{\AA}^{-2}$ ) : amplitude de diffusion nucléaire cohérente,
- $rb_{im}$  ( $\text{\AA}^{-2}$ ) : partie imaginaire de l'amplitude de diffusion nucléaire,
- épaisseur de la couche ( $\text{\AA}$ ),
- $rp$  ( $\text{\AA}^{-2}$ ) : amplitude de diffusion magnétique,
- angle : entre les moments magnétiques du matériau et l'axe de polarisation du neutron.
- rugosité ( $\text{\AA}$ ).

### 6.a) Influence de la partie réelle de diffusion de l'amplitude nucléaire $rb$ sur un système simple d'une couche homogène

Nous avons choisi de faire deux simulations sur une couche de fer non magnétique en faisant varier  $rb$ .

		$rb$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rb_{im}$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rp$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	Rugosité ( $\text{\AA}$ )	Epaisseur ( $\text{\AA}$ )	Angle
<b>C1</b>	<b>Fer non magnétique</b>	$8.10^{-6}$	$6,02.10^{-10}$	0	1	400	0
<b>C2</b>	<b>Fer non magnétique</b>	$32.10^{-6}$	$6,02.10^{-10}$	0	1	400	0

Sur la figure AII.5, nous avons deux choses à noter :

- pour  $q_0 < q_c$  on a un plateau de réflexion totale.
- pour  $q_0 > q_c$  on a une décroissance rapide avec apparition de pics de Bragg.

L'influence du paramètre  $rb$  est essentiellement de faire changer l'angle critique  $q_c=f(rb)$ .

En effet, le vecteur de diffusion critique, ainsi que l'angle critique sont liés au paramètre  $rb$

$$\text{par : } q_c \approx \sqrt{16prb} \text{ et } q_c = \sqrt{\frac{2I^2}{2p}} rb .$$

Sur la figure A.II.5, on peut remarquer que si  $b$  est multiplié par 4 alors  $q_c$  est multiplié par 2 :

		$rb$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$q_c$ ( $\text{\AA}$ )
<b>C1</b>	<b>Fer non magnétique</b>	$8.10^{-6}$	$2.10^{-2}$
<b>C2</b>	<b>Fer non magnétique</b>	$32.10^{-6}$	$4.10^{-2}$

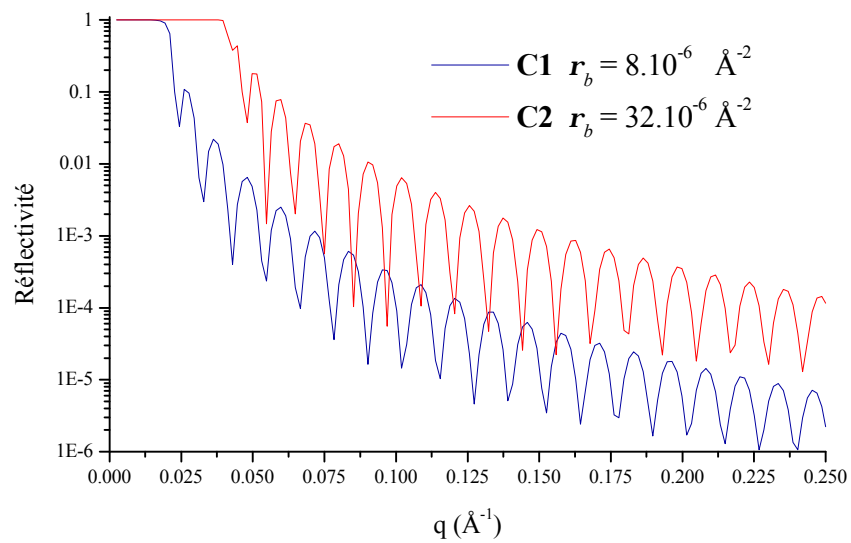


Figure AII.5. Comparaison entre les courbes de réflectivité attendues pour deux couches de fer non magnétiques de  $rb$  différents.

6.b] Influence de la partie imaginaire de l'amplitude de diffusion nucléaire  $rb_{im}$  sur un système simple d'une couche homogène

		$rb$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rb_{im}$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rp$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	Rugosité ( $\text{\AA}$ )	Epaisseur ( $\text{\AA}$ )	Angle
<b>C1</b>	<b>Fer non magnétique</b>	$8.10^{-6}$	$6,02.10^{-10}$	0	1	400	0
<b>C2</b>	<b>Fer non magnétique</b>	$8.10^{-6}$	$2.10^{-5}$	0	1	400	0

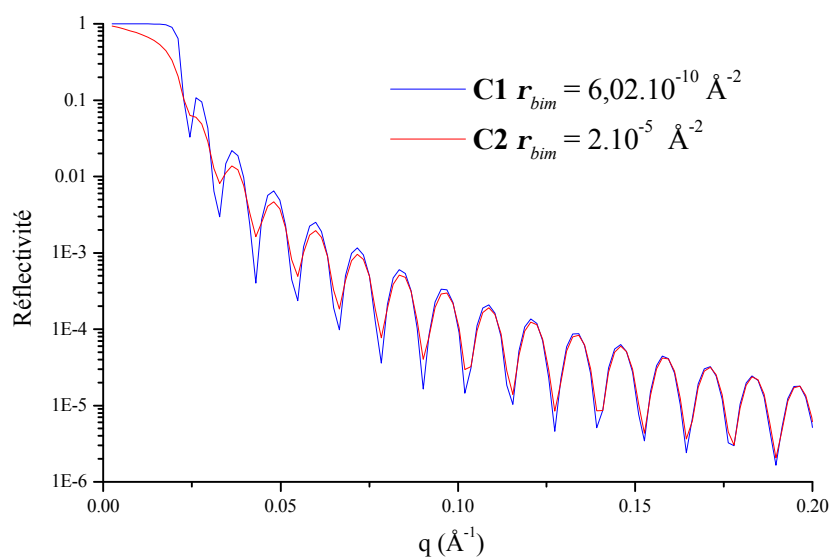


Figure AII.6. Comparaison entre les courbes de réflectivité attendues pour deux couches de fer non magnétique de  $rb$  imaginaire différents.

Pour observer une variation de l'intensité de la réflexion il faut que  $b_{im}$  soit de l'ordre de  $b$ . On remarque que si  $b_{im}$  augmente, l'absorption augmente, d'où une diminution de la réflectivité.

### 6.c] Variation de l'épaisseur

		$rb$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rb_{im}$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rp$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	Rugosité ( $\text{\AA}$ )	Epaisseur ( $\text{\AA}$ )	Angles
<b>C1</b>	<b>Fer non magnétique</b>	$8.10^{-6}$	$6,02.10^{-10}$	0	1	400	0
<b>C2</b>	<b>Fer non magnétique</b>	$8.10^{-6}$	$6,02.10^{-10}$	0	1	100	0

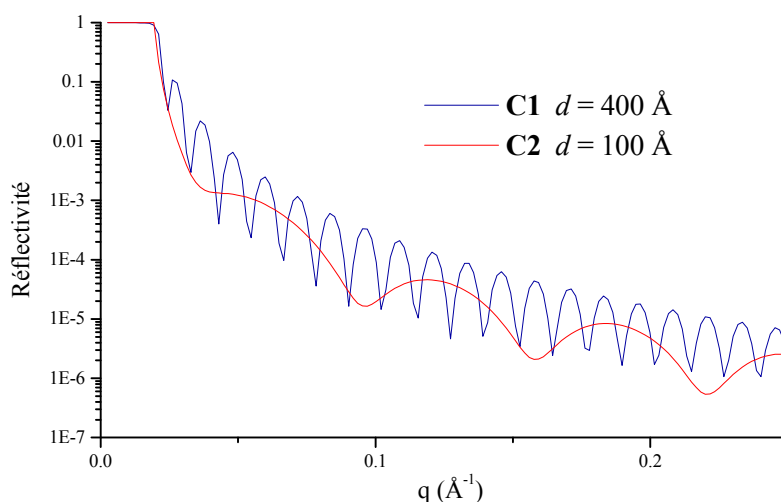


Figure AII.7. Comparaison entre les courbes de réflectivité attendues pour deux couches de fer non magnétique d'épaisseurs différentes.

Il est visible que la période des oscillations augmente lorsque l'épaisseur diminue, ce qui est dû aux interférences constructives (on peut faire l'analogie avec une lame à faces parallèles).

Nous attendons des pics tous les  $q_n = n \frac{2p}{d}$  où  $d$  est l'épaisseur du système.

### 6.d] Influence du paramètre magnétique $rp$ sur un système simple d'une couche homogène

Pour cela nous faisons deux simulations sur une couche de fer magnétique dont :

- l'aimantation est parallèle à l'axe de polarisation des neutrons
- une autre où l'angle est de  $90^\circ$

#### Cas où l'axe de polarisation et la direction de l'aimantation sont alignés parallèlement

		$rb$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rb_{im}$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rp$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	Rugosité ( $\text{\AA}$ )	Epaisseur ( $\text{\AA}$ )	Angle
<b>C1</b>	<b>Fer magnétique</b>	$8.10^{-6}$	$6,02.10^{-10}$	$5.10^{-6}$	1	400	0

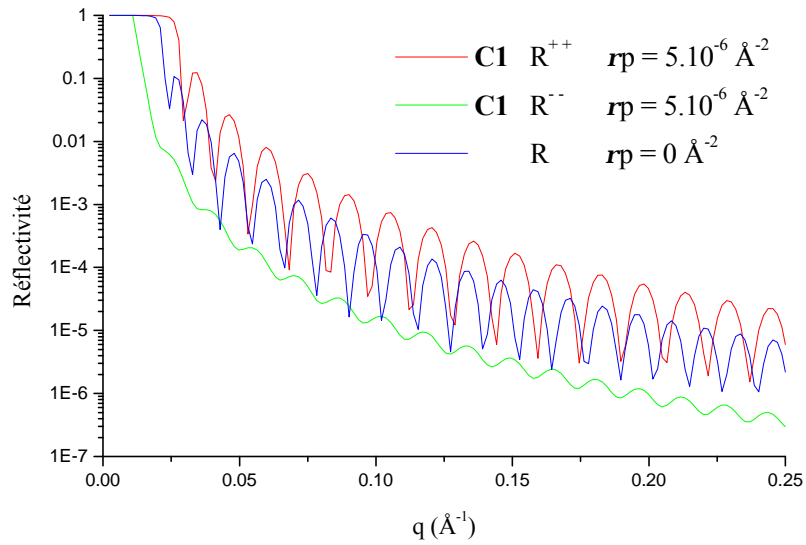


Figure AII.8. Comparaison entre les courbes de réflectivité  $R$  attendues pour une couche de fer magnétique possédant une aimantation parallèle à l'axe de polarisation des neutrons et la même couche non magnétique.

Suivant la polarisation du neutron, le potentiel d'interaction total ne sera pas le même, comme nous l'indique la théorie. Les vecteurs de diffusion critiques  $q_c^+$  (pour les neutrons polarisés +) et  $q_c^-$  (pour les neutrons polarisés -) sont reliés à  $b$  et  $p$  par :

$$q_c^\pm \approx \sqrt{16pr(b \pm p)}$$

Après calcul, on trouve :  $q_c^+ = 2,55 \cdot 10^{-2} \text{ \AA}^{-1}$   
 $q_c^- = 1,22 \cdot 10^{-2} \text{ \AA}^{-1}$   
 et pour  $p = 0$ ,  $q_c = 2 \cdot 10^{-2} \text{ \AA}^{-1}$

Et on a bien :  $q_c^- < q_c < q_c^+$

Comme  $q_c^\pm = f(b, p)$ , les angles critiques vont dépendre de l'aimantation du matériau.

$R^{++}$  (respectivement  $R^{--}$ ) est le coefficient de réflexion pour un neutron arrivant polarisé + (resp. -) et réfléchi + (resp. -).  $R^{++}$  et  $R^{--}$  dépendent de la projection des moments magnétiques suivant l'axe de polarisation soit de  $M \cos \mathbf{q}$ , où  $\mathbf{q}$  est l'angle entre l'axe de polarisation et l'aimantation. Pour les neutrons polarisés +, quand  $p$  augmente, la valeur de  $q_c$  augmente donc l'intensité de réflexion des oscillations aussi. Pour les neutrons polarisés -, quand  $p$  augmente, le vecteur de diffusion critique et l'intensité de réflexion des pics diminuent.

Au delà de  $q_c$ , on a une décroissance rapide de la réflectivité, comme dans le cas non magnétique, avec l'apparition d'oscillations dues à l'épaisseur de notre couche et à la polarisation du neutron.

Remarque : les coefficients  $R^{++}$  et  $R^{--}$  peuvent se déduire l'un de l'autre par une rotation de  $180^\circ$

## Cas où l'aimantation n'est pas dans la direction de la polarisation des neutrons

		$rb$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rb_{im}$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rp$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	Rugosité ( $\text{\AA}$ )	Epaisseur ( $\text{\AA}$ )	Angle
<b>C1</b>	<b>Fer magnétique</b>	$8.10^{-6}$	$6,02.10^{-10}$	$5.10^{-6}$	1	400	90

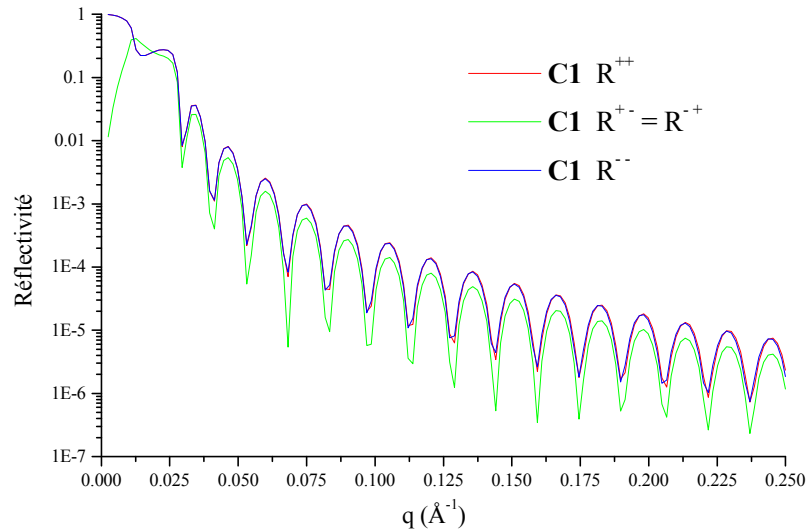


Figure AII.9. Comparaison entre les courbes de réflectivité  $R^{++}$ ,  $R^-$  et  $R^{+-}$  attendues pour une couche de fer magnétique possédant une aimantation perpendiculaire à l'axe de polarisation des neutrons.

Le cas étudié est bien particulier. En effet, l'angle étant de  $90^\circ$ , la projection des moments magnétiques sur l'axe de polarisation est nulle ( $M\cos \mathbf{q} = 0$ ) ; les courbes de réflectivité représentant les  $R^{++}$  et  $R^-$  sont confondues puisque  $rp$  est nul. Les angles critiques sont donc égaux. Par ailleurs, nous observons une réflectivité notée  $R^{+-}$  (resp.  $R^{-+}$ ) provenant de neutrons dont la polarisation est + (resp. -) et réfléchi - (resp. +). Cette réflexion est observée uniquement s'il existe une composante de l'aimantation perpendiculaire à l'axe de polarisation. En effet, le potentiel ressenti par le neutron + (resp. -), réfléchi - (resp. +), est proportionnel à  $M\sin \mathbf{q}$ .  $R^{+-}$  et  $R^{-+}$ , seront maximales pour un angle de  $90^\circ$  et minimales pour  $0^\circ$ . Ces réflectivités sont appelées réflectivités avec spin flip. Les neutrons incidents + ou - sont perturbés de la même manière et  $R^{+-} = R^{-+}$  ; leur courbe de réflectivité est confondue.

### 6.e] Diffusion sur un système de multicouches non magnétiques

Nous devons tenir compte des multiples réflexions de chaque couche (ce qui est pris en compte par le programme de simulation). Pour l'illustrer nous avons fait une simulation dans le cas de systèmes alternant couches de fer non magnétiques et couches de silicium. La simulation a été faite sur un système de 10 bicouches.

		$rb$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rb_{im}$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rp$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	Rugosité ( $\text{\AA}$ )	Épaisseur ( $\text{\AA}$ )	Angle
C1	Fer non magnétique	$8 \cdot 10^{-6}$	$6,02 \cdot 10^{-10}$	0	1	50	0
C2	Silicium	$2,6 \cdot 10^{-6}$	0	0	1	60	0

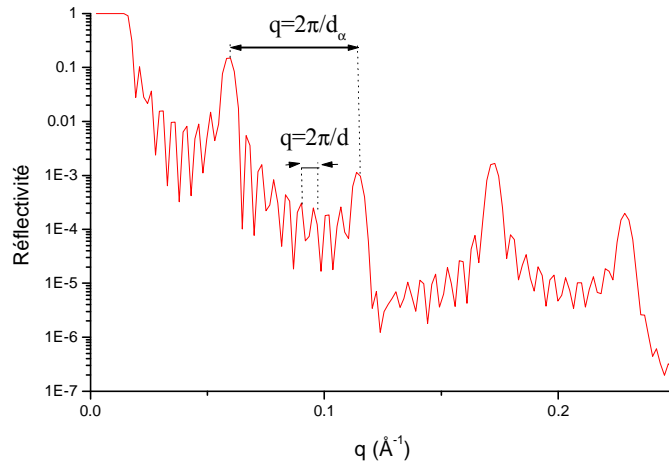


Figure AII.10. Courbe de réflectivité  $R^{++}$  attendue pour un système de 20 bicouches d'alliage de fer non magnétique / silicium.

Après calcul, on trouve :  $q_c = 2,31 \cdot 10^{-2} \text{\AA}^{-1}$

Il faut noter que certaines oscillations d'interférence sont dues à l'épaisseur totale du système, en effet on a  $q = \frac{2p}{d}$  avec  $d$  l'épaisseur du système. D'autres sont dues aux interférences des ondes réfléchies à chaque interface. Elles peuvent être constructives ou destructives suivant l'angle d'incidence, la théorie donne  $2d_a \sin \mathbf{q} = n\mathbf{l}$  avec  $n$  un nombre entier, et  $d_a$  l'épaisseur de la bicouche Fe/Si.

#### 6.f] Influence du paramètre de rugosité

Le paramètre de rugosité se décompose en deux parties :

- la rugosité nucléaire qui se traduit par le fait qu'à l'interface les plans ne sont pas parfaitement lisses ; les couches s'entremêlent.
- la rugosité magnétique : globalement les moments magnétiques sont dans la même direction, mais individuellement ils ne sont pas parfaitement alignés dans une même direction.



		$rb$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rb_{im}$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	$rp$ ( $\text{\AA}^{-2}$ )	Rugosité ( $\text{\AA}$ )	Epaisseur ( $\text{\AA}$ )	Angle
<b>C1</b>	<b>Fer magnétique</b>	$8.10^{-6}$	$6,02.10^{-10}$	$5.10^{-6}$	1	100	$180^\circ$
	<b>Fer magnétique</b>					100	$0^\circ$
<b>C2</b>	<b>Fer magnétique</b>	$8.10^{-6}$	$6,02.10^{-10}$	$5.10^{-6}$	15	100	$180^\circ$
	<b>Fer magnétique</b>				100	100	$0^\circ$

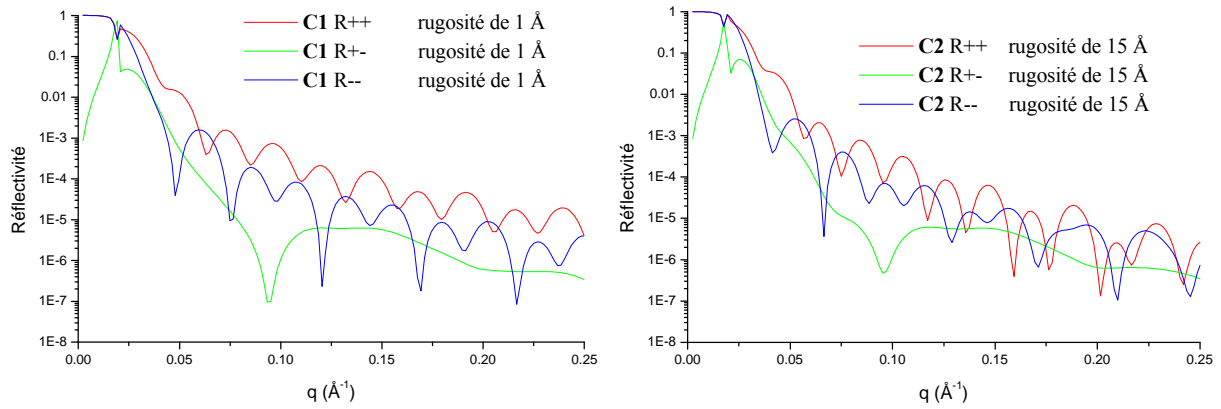
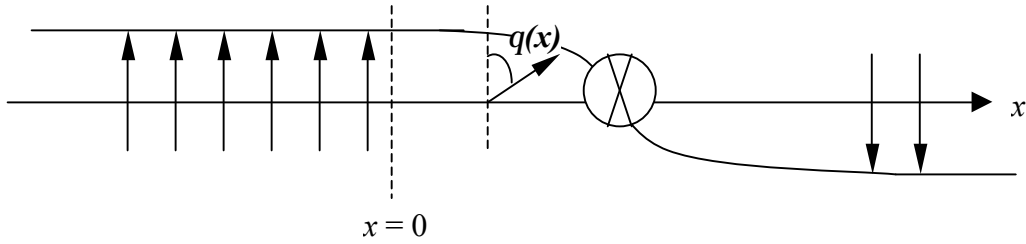


Figure AII.11. Courbes de réflectivité attendues dans le cas de deux couches de fer magnétique de rugosités différentes.

Quand la rugosité augmente nous avons une décroissance plus rapide de la réflectivité.

### Annexe 3 : Calcul analytique : cas d'une paroi semi-infinie

Dans ce modèle, nous considérons une chaîne semi-infinie de plans uniformément aimantés. Soit  $q(x)$  l'angle entre l'aimantation du plan situé en  $x$  et le champ magnétique appliqué suivant l'axe de facile aimantation.



Dans ce cas particulier, l'excès d'énergie surfacique dû à la présence de la paroi à  $180^\circ$  est donnée par :

$$E(H) = \int_{-\infty}^0 \left[ A \left( \frac{\partial q}{\partial x} \right)^2 + M_s \cdot H (1 - \cos q) + K \sin^2 q \right] dx \quad (1)$$

où  $q(x)$  est la fonction qui minimise  $E(H)$  avec les conditions aux limites  $q(-\infty) = 0$  et  $q(x=0) = p$ .

On peut montrer que  $q(x)$  doit alors vérifier l'équation [Her68]:

$$A \left( \frac{\partial q}{\partial x} \right)^2 = M_s \cdot H (1 - \cos q) + K \sin^2 q \quad (2)$$

Avec le changement de variable  $t = \tan\left(\frac{q}{2}\right)$ , l'équation (2) devient :

$$\sqrt{\frac{M_s H}{2A}} dx = \frac{dt}{t \sqrt{t^2 + C^2}} \quad (3) \quad \text{avec} \quad C^2 = 1 + \frac{2K}{M_s H}$$

En posant  $X = \sqrt{t^2 + C^2}$ , on obtient :

$$\frac{dx}{x} = \frac{dX}{2} \left( \frac{1}{X-C} - \frac{1}{X+C} \right) \quad (4)$$

$$\text{où } \mathbf{x} = \mathbf{x}(h) = \sqrt{\frac{2A}{M_s H + 2K}} = \sqrt{\frac{A}{K(1+h)}} \quad \text{avec } h = \frac{H}{\left(\frac{2K}{M_s}\right)}$$

Après intégration de l'équation (4), on obtient :

$$X = C \cdot \text{coth}\left(\frac{-x}{\mathbf{x}}\right) \quad (5)$$

dont on déduit directement :

$$\mathbf{q}(x) = 2 \arctan \left[ \sqrt{\frac{h+1}{h}} \frac{l}{\text{sh}\left(\frac{x}{\mathbf{x}(h)}\right)} \right] \quad (6)$$

Nous avons comparé les solutions de  $\mathbf{q}(x)$  dans le cas d'un matériau possédant les propriétés magnétiques suivantes :  $A = 1.10^{-7} \text{ erg.cm}^{-1}$ ,  $K = 5.10^4 \text{ erg.cm}^{-3}$ ,  $M_s = 1000 \text{ emu.cm}^{-3}$  et une épaisseur de 100 nm. La figure AIII.1 présente une comparaison entre les résultats de notre simulation numérique et les résultats du calcul précédent pour diverses intensités de champs magnétiques. Les solutions des deux méthodes sont en parfait accord.

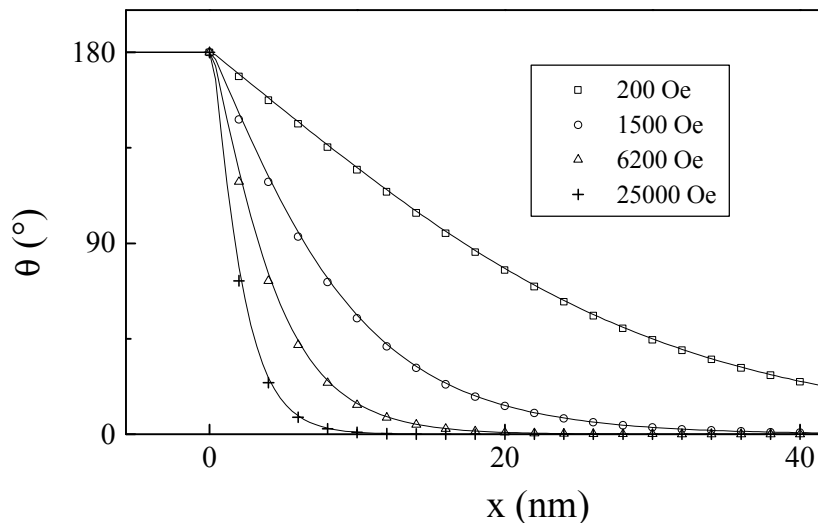


Figure AIII.1. Comparaison entre les configurations magnétiques d'une paroi semi-infinie, en fonction du champ (200 Oe, 1500 Oe, 6200 Oe et 25 kOe), fournies par la simulation micromagnétique définie au chapitre I (ligne continue) et par le calcul analytique développé dans cette annexe (symboles).

# Bibliographie

- [Abr79] E. Abrahams, P. W. Anderson, D.C. Licciardello and T.V. Ramakrishnan, Phys. Rev. Lett. **42**, 673 (1979)
- [Alb02] F. J. Albert, N. C. Emley, E. B. Myers, D. C. Ralph, and R. A. Buhrman, Phys. Rev. Lett. **89**, 226802 (2002)
- [Ali03] M. Ali, C.H. Marrows and B.J. Hickey, Phys. Rev. B **67**, 172405 (2003)
- [And79] P.W. Anderson, E. Abrahams and T.V. Ramakrishnan, Phys. Rev. Lett. **43**, 718 (1979)
- [Ash02] N.W. Ashcroft et N.D. Mermin, « Physique du solide », EDP Science (2002)
- [Aso77] R. Asomoza, A. Fert, I.A. Campbell and R. Meyer, J. Phys. F. (Metal Phys.) **7**, 327 (1977)
- [Aso79] R. Asomoza, I.A. Campbell, A. Fert, A. Lienard et J.P. Rebouillat, J. Phys. F. (Metal Phys.) **9**, 349 (1979)
- [Aus83] A. Chamberod et al. “Les amorphes métalliques“ (Ecole d’hiver Aussois), Les Editions de Physique, 1983
- [Bab97] P.D. Babu et S.N. Kaul, J. Non-crystal. Solids **220**, 147 (1997)
- [Bai88] M.N. Baibich, J.M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Eitenne, G. Creuzet, A. Friederich et J. Chazelas, Phys. Rev. Lett. **61**, 2472 (1988)
- [Bai04] H.Y. Bai, C.Z. Tong et P. Zheng, J. Appl. Phys. **95**, 1269 (2004)
- [Bal05] V. Baltz, J. Sort, S. Landis, B. Rodmacq et B. Dieny, Phys. Rev. Lett. **94**, 117201 (2005)
- [Bar02] A.Barthélémy, A. Fert, J-P. Contour, M. Bowen, V. Cros, J. M. De Teresa, A. Hamzic, J. C. Faini, J. M. George, J. Grollier et al. J. Magn. Magn. Mater. **242**, 68 (2002)
- [Bel96] C. Bellouard, H.D. Rapp, B. George, S. Mangin, G. Marchal et J.C. Ousset, Phys. Rev. B **53**, 5082 (1996)
- [Ben03] M.J. Bentall, R.C.C. Ward, E.J. Grier et M.R. Wells, J. Phys.: Cond. Mat. **15**, 6493 (2003)
- [Ber78] L.Berger J. Appl. Phys. **49**, 2156 (1978)
- [Ber83] G. Bergmann, Phys. Rev. B **28**, 2914 (1983)
- [Ber99] A.E. Berkowitz et K. Takano, J. Magn. Magn. Mater. **192**, 203 (1999)
- [Bha78] A.K. Bhattacharjee et B. Coqblin J. Phys. F (Metal. Phys.) **8**, L221 (1978)
- [Bil04] A. Bill et H.B. Braun, J. Magn. Magn. Mater. **272**, 1266 (2004)

- [Bin06] C.H. Binck, S. Polisetty, Xi He et A. Berger, Phys. Rev. Lett. **96**, 67201 (2006)
- [Bor98] J.A. Borchers, Y. Ijiri, S. H. Lee et C.F. Majkrak, J. Appl. Phys. **83**, 7219 (1998)
- [Bor99] J.A. Borchers J. A. Borchers, J. A. Dura, J. Unguris, D. Tulchinsky, M. H. Kelley, C. F. Majkrzak, S. Y. Hsu, R. Loloee, W. P. Pratt, Jr. et J. Bass, Phys. Rev. Lett. **82**, 2796–2799 (1999)
- [Bou97] K. Bouziane, J. Ben Youssef, M. El Harfaoui, O. Koshkina, H. Le Gall, J. M. Desvignes, M. El Yamani et A. Fert, J. Magn. Mater. **165**, 284, 1997
- [Bou98] K. Bouziane, M. Mamor et M. Maaza , Solid State Comm. **17**, 107 (1998)
- [Bro63] J. F. Brown Jr. , Micromagnetics, Interscience Publishers, J. Wiley et Sons, New York (1963)
- [Bru99] P. Bruno, Phys. Rev. Lett. **83**, 2425 (1999)
- [Bru05] S. Bruck, J. Sort, V. Baltz, S. Surinach, J.S. Munoz, B.Dieny, M.D. Baro et J. Noguès, Adv. Mater. **17**, 29281 (2005).
- [Cab74] G.G. Cabrera et L.M. Falicov, Phys. Status Solidi **61**, 539 (1974)
- [Cal77] E.R. Callen, Y.J. Liu et R.J Cullen, Phys. Rev. B **16**, 263 (1977)
- [Cam70] I.A. Campbell et al. J. Phys. C **3**, **95** (1970)
- [Cam72] I.A. Campbell et al. J. Phys. F (Met. Phys.) **2**, L47 (1972)
- [Cam93] R.E. Camley et R.L. Stamps, J. Phys. Cond. Mat. **5**, 3727 (1993)
- [Car74] G.S. Cargill, AIP Conf. Proc. **18**, 631 (1974)
- [Car75] G.S. Cargill, Solid State Phys. **30**, 227, Academic press, New York (1975)
- [Chi03] C.L. Chien, V.S. Gorkov, V.I. Nikitenko, A.J. Shapiro et R. D. Shull, Phys. Rev. B **68**, 014418 (2003)
- [Che02] K. Chesnel, Thèse de doctorat : « diffusion magnétique résonante des rayons X appliquée à l'étude de nanostructures magnétiques », Université de Grenoble (2002)
- [Cho00] H. D. Chopra, D.X. Yang et P. Wilson, J. Appl. Phys. **87**, 5780 (2000)
- [Coe78] J. M. D. Coey, J. Appl. Phys. **49**, 1646 (1978)
- [Coe81] J.M.D. Coey, T.R. McGuire et B. Tissier, Phys. Rev. B **24**, 1261 (1981)
- [Coe90] J.M.D. Coey, P.P. Freitas et T.S. Plaskett, Phys. Rev. B **41**, R9585 (1990)
- [Coq77] B. Coqblin, “Electronic structure of rare-earth elements and alloys : the magnetic heavy rare earth”, Academic Press, London (1977)
- [Cor82] S.G. Cornelison et D.J. Sellmyer, J. Appl. Phys. **53**, 8237 (1982)
- [Cor04] J. McCord, R. Mattheis, D. Elefant, Phys. Rev. B **70**, 94420 (2004)
- [Cot77] P.J. Cote et L.V. Meisel, Phys. Rev. Lett. **39**, 102 (1977)

- [Cot81] P.J. Cote et P.J. Meisel, in *Glassy Metals I*, Topics in Applied Physics 46, eds H.J. Guntherodt and H. Beck (Springer Verlag, Berlin) 1981, p141
- [Cra95] « Magnetism principles and applications », p 184, Derek Craik, Ed. Wiley (1995)
- [Dan02] R. Danneau, P. Warin, J. P. Attané, I. Petej, C. Beigné, C. Fermon, O. Klein, A. Marty, F. Ott, Y. Samson et M. Viret, *Phys. Rev. Lett.* **88**, 157201 (2002)
- [Dat90] S. Datta et B. Das, *Appl. Phys. Lett.* **56**, 665 (1990)
- [Die91] B. Dieny, V. S. Speriosu, S. S. P. Parkin, B. A. Gurney, D. R. Wilhoit et D. Mauri, *Phys. Rev. B* **43**, 1297 (1991)
- [Die94] B. Dieny, *J. Magn. Magn. Mater.* **136**, 335 (1994)
- [Dir77] A. Dirks et G. Leamy, *Thin Solid Films* **47**, 503 (1977)
- [Don02] K.V.O'Donovan, J. A. Borchers, C. F. Majkrzak, O. Hellwig et E.E. Fullerton, *Phys. Rev. Lett.* **88**, 67201 (2002)
- [Dor76] J.F.W. Dorleijn, *Philips Research Reports* **31**, 287 (1976)
- [Dov87] R.B. van Dover et S. Menghisteab, *Physica* **145B**, 148 (1987)
- [Duf95] C. Dufour, K. Dumesnil, Ph. Mangin et G. Marchal, “Neutron scattering from magnetic superlattices and multilayers” Université H. Poincaré Nancy (1995)
- [Dug01] V.K. Dugaev, P. Bruno et J. Barnas, *Phys. Rev. B* **64**, 144423 (2001)
- [Dug03] V.K. Dugaev, J. Berakdar et J. Barnas, *Phys. Rev. B* **68**, 104434 (2003)
- [Dug05] V.K. Dugaev, J. Barnas, J. Berakdar, V. I. Ivanov, W. Dobrowolski et V.F. Mitin, *Phys. Rev. B* **71**, 024430 (2005)
- [Dum02] K. Dumesnil, C. Dufour, Ph. Mangin, A. Rogalev, *Phys. Rev. B* **65**, 094401 (2002)
- [Ebe00] U. Ebels, A. Radulescu, Y. Henry, L. Piraux et K. Ounadjela, *Phys. Rev. Lett.* **84**, 983 (2000)
- [Ega87] T. Egami et al. *IEEE Trans. Magn. MAG.* **23**, 2269 (1987)
- [Ehr01] H. Ehrenreich et F. Spaepen, *Solid State Physics* **56**, 113 (2001)
- [Eim04] T. Eimüller, T. Kato, T. Mizuno, S. Tsunashima, C. Quitmann, T. Ramsvik, S. Iwata et G. Schutz, *Appl. Phys. Lett.* **85**, 2310 (2004)
- [Eis05] J. Eisenmenger, Z-P. Li, W.A.A. Macedo et I.K. Schuller, *Phys. Rev. Lett.* **94**, 57203 (2005)
- [Eva71] R. Evans, D.A. Greenwood et P. Lloyd, *Phys. Lett. A* **35**, 57 (1971)
- [Fab65] T.E. Faber et J.M. Ziman, *Philos. Mag.* **11**, 153 (1965)
- [Fen99] T. Feng et J.R. Childress *J. Appl. Phys.* **85**, 4937 (1999)
- [Fer68] A. Fert et I.A. Campbell, *Phys. Rev. Lett.* **21**, 1190 (1968)
- [Fer69] A. Fert, *J. Phys. C* **2**, 1784 (1969)

- [Fer70] A. Fert, I.A. Campbell et M. Ribaud, J. Appl. Phys. **41**, 1428 (1970)
- [Fer71] A. Fert et I.A. Campbell, J. Phys. Coll. **32**, 1 (1971)
- [Fer79] A. Fert et R. Asomoza, J. Appl. Phys. **50**, 1886 (1979)
- [Fer95] A. Fert et J.L. Duvail, Phys. Rev. B **52**, 6513 (1995)
- [Fis99] P. Fischer, T. Eimuller, G. Scutz, G. Schmahl, P. Guttman et G. Bayreuth, J. Magn. Magn. Mater. **198**, 624 (1999)
- [Fit00] M.R. Fitzsimmons, P. Yashar, C. Leighton, I.K. Schuller, J. Nogués, C. F. Majkrzak et J. A. Dura, Phys. Rev. Lett. **84**, 3986 (2000)
- [Fit02] M. R. Fitzsimmons, C. Leighton, J. Nogués, A. Hoffmann, Kai Liu, C. F. Majkrzak, J. A. Dura, J. R. Groves, R. W. Springer, P. N. Arendt, V. Leiner, H. Lauter, et I.K. Schuller et al. Phys. Rev. B **65**, 134436 (2002)
- [Fre88] P.P. Freitas, T. S. Plaskett, J.M. Moreira et V.S. Amaral, J. Appl. Phys. **64**, 5453 (1988)
- [Fue01] C. de la Fuente, J. I. Arnaudas, M. Ciria, A. del Moral, C. Dufour, A. Mougin, et K. Dumesnil, Phys. Rev. B **63**, 054417 (2001)
- [Ful92] E.E. Fullerton, I.K. Schuller, H. Vanderstroeten et Y. Bruynseraede, Phys. Rev. B **45**, 9292 (1992)
- [Ful93] E.E. Fullerton, J. Pearson, C.H. Sowers, S.D. Bader, X.Z. Wu et S.K. Sinha, Phys. Rev. B **48**, 17432 (1993)
- [Ful98] E.E. Fullerton, J.S. Jiang, M. Grimsditch, C.H. Sowers, et S.D. Bader, Phys. Rev. B **58**, 12193 (1998)
- [Ful99] E.E. Fullerton, J.S. Jiang et S.D. Bader, J. Magn. Magn. Mater. **200**, 392 (1999)
- [Gar99] N. Garcia, M. Munoz et Y.W. Zhao, Phys. Rev. Lett. **82**, 2923 (1999)
- [Gen58] P.G. De Gennes et J. Friedel, J. Phys. Chem. Solids **4**, 71 (1958)
- [Gen81] S. De Gennerao et E. Borchi J. Phys. F :Metal. Phys. **11**, L113 (1981)
- [Gen86] J-F. Geny, Thèse de doctorat « Etude de quelques propriétés d'alliages amorphes  $MT_x-Sn_{1-x}$  », Université Nancy I (1986)
- [Ger97] M. Gerl et J-P. Issi, Traité de physique des matériaux « 8. Physique des matériaux » Presses polytechniques et universitaires romandes (1997)
- [Geo94] J.M. George J. M. George, L. G. Pereira, A. Barthélémy, F. Petroff, L. Steren, J. L. Duvail, A. Fert, R. Loloee, P. Holody et P. A. Schroeder, Phys. Rev. Lett. **72**, 408 (1994)
- [Goe88] J.B. Goedkoop, B.T. Thole, G. van der Laan, G.A. Sawatzky, F.M.F. de Groot et J.C. Fuggle, Phys. Rev. B **37**, 2086 (1988)
- [Gok99] N.J. Gokemeijer, J.W. Cai et L. Chien, Phys. Rev. B **60**, 3033 (1999)
- [Goo63] D.A. Goodings, Phys. Rev. **132**, 542 (1963)

- [Gor99] S. N. Gordeev, J.-M. L. Beaujour, G. J. Bowden, B. D. Rainford, P. A. J. de Groot, R. C. C. Ward, M. R. Wells, et A. G. M. Jansen, Phys. Rev. Lett. **87**, 186808 (2001)
- [Got65] E. Goto, N. Hayashi et K. Nakagawa, J. Appl. Phys. **36**, 2951 (1965)
- [Gra10] <http://library.lanl.gov/numerical/bookcpdf.html> (Conjugate Gradient Methods in Multidimensions)
- [Gre96] J. F. Gregg, W. Allen, K. Ounadjela, M. Viret, M. Hehn, S. M. Thompson, et J. M. D. Coey, Phys. Rev. Lett. **77**, 1580 (1996)
- [Gro03] J. Grollier, thèse de doctorat : « Renversement d'aimantation par injection d'un courant polarisé en spin », Université Paris VI (2003)
- [Gru86] P. Grünberg, R. Schreiber, Y. Pang, M. B. Brodsky et H. Sowers, Phys. Rev. Lett. **57**, 2442 (1986)
- [Gui75] T.R. McGuire et R.I. Potter, IEEE Trans. Mag. **11**, 1018 (1975)
- [Gui77] T.R. McGuire, R.J. Gambino et R.C. Taylor, IEEE Trans. Mag. **13**, 1598 (1977)
- [Gui80] T.R. McGuire, R.J. Gambino, et R.C. O'Handley, in "The Hall Effect and its Applications", edited by C.L. Chien et C.R. Westgate (Plenum, New York, 1980)
- [Had80] G. Hadjipanayis, S.C. Cornelison, J.A. Gerber et D.J. Sellmyer, J. Magn. Magn. Mater. **21**, 101 (1980)
- [Had81] G. Hadjipanayis, D.J. Sellmyer et B. Brandt, Phys. Rev. B **23**, 3349 (1981)
- [Han89] P. Hansen, C. Clausen, G. Much, M. Rosenkranz et K. Witter, J. Appl. Phys. **66**, 756 (1989)
- [Han91] P. Hansen, S. Klahn, C. Clausen, G. Much, et K. Witter, J. Appl. Phys. **69**, 3194 (1991)
- [Har73] R. Harris, M. Plischke et M.J. Zuckermann, Phys. Rev. Lett. **31**, 160 (1973)
- [Har83] M. Hartmann et T. R. McGuire, Phys. Rev. Lett. **51**, 1194 (1983)
- [Har89] W.A. Harrison, "Electronic Structure and the Properties of solids" (New-York: Dover) (1989)
- [Has74] R. Hasegawa, J. Appl. Phys. **45**, 3109 (1974)
- [Hau06] T. Hauet, J.A. Borchers, P. Mangin, Y. Henry et S. Mangin, Phys. Rev. Lett. **96**, 67207 (2006)
- [Hei98] P.A.A. van der Heijden, T.F.M.M. Maas, W.J.M. de Jonge, J.C.S. Kools, F. Roozeboom et P.J. van de Zaag, Appl. Phys. Lett. **72**, 492 (1998)
- [Hen04] Y. Henry, S. Mangin, et F. Montaigne, Phys. Rev. B **69**, 140401(R) (2004)
- [Hen06] Y. Henry, S. Mangin, T. Hauet et F. Montaigne, Phys. Rev. B **73**, 14420 (2006)
- [Her68] A. Herpin, "Théorie du magnétisme", Bibliothèque des sciences et techniques Nucléaires (1968)



- [Hic86] B.J. Hickey, D. Greig et M.A. Howson, *J. Phys. F* **16**, L13 (1986)
- [Hoc02] A. Hochstrat, C. Bineck et W. Kleemann, *Phys. Rev. B* **66**, 92409 (2002)
- [Hof03] A. Hoffmann, M. Grimsditch, J.E. Pearson, J. Noguès, W.A.A. Macedo et I.K. Schuller, *Phys. Rev. B* **67**, 220406 (2003)
- [Hof04] A. Hoffmann, *Phys. Rev. Lett.* **93**, 97203 (2004) et *Phys. Rev. Lett.* **95**, 159901(E) (2005)
- [Hon06] J. Hong, T. Leo, D.J. Smith et A.E. Berkowitz, *Phys. Rev. Lett.* **96**, 117204 (2006)
- [Hoo99] J.B.A. N. van Hoof, K.M. Schep, A. Brataas, G.E.W. Bauer et P.J. Kelly, *Phys. Rev. B* **59**, 138 (1999)
- [Hub00] A. Hubert et R. Schafer, “Magnetic Domains. The analysis of micromagnetic microstructure”, Springer (2000)
- [Hun00] C.Y. Hung, M. Mao, S. Funada, T. Schneider, L. Miloslavsky, M. Miller, C. Qian et K.C. Tong, *J. Appl. Phys.* **87**, 4915 (2000)
- [Jao01] N. Jaouen, Thèse de doctorat «Etude des nanostructures magnétiques par réflectivité magnétique résonante des rayons X», Grenoble (2001)
- [Jia02] J.S. Jiang et al. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **35**, 2339 (2002)
- [Jim97] M. Jimbo, T. Kariya, R. Imada, Y. Fujiwara et S. Tsunashima, *J. Magn. Magn. Mater.* **165**, 111, 1997
- [Jol03] L. Joly, Rapport de diplôme d'études approfondies, Université Henri Poincaré Nancy I (2003)
- [Jon99] P.A.E. Jonkers, S. J. Pickering, H. De Raedt et G. Tatara, *Phys. Rev. B* **60**, 15970 (1999)
- [Jos62] B.D. Josephson, *Phys. Lett.* **1**, 251 (1962)
- [Jul75] M. Jullière, *Phys. Lett.* **54A**, 225 (1975)
- [Jur99] J. Juraszek, A. Fnidiki, J. Teillet, F. Richomme, N.H. Duc, M. Toulemonde et W. Keune, *Appl. Phys. Lett.* **74**, 2378 (1999)
- [Kai05] C. Kaiser, A.F. Panchula et S. P. Parkin, *Phys. Rev. Lett.* **95**, 47202 (2005)
- [Kai06] C. Kaiser et S.P. Parkin, *Appl. Phys. Lett.* **88**, 112511 (2006)
- [Kas59] T. Kasuya, *Prog. Theo. Phys.* **16**, 58 (1956)
- [Kas80] J. Kästner, H.-J. Shink et E.F. Wassermann, *Solid State Comm.* **33**, 527 (1980)
- [Kau86] S.N. Kaul, W. Kettler, et M. Rosenberg, *Phys. Rev. B* **33**, 4987 (1986)
- [Kel02] J. Keller, P. Miltenyi, B. Beschoten, G. Guntherodt, U. Nowak et K.D. Usadel, *Phys. Rev. B* **66**, 14431 (2002)
- [Ket89] W.H. Kettler, M. Rossa et M. Rosenberg, *J. Phys : cond. Mat.* **1**, 6269 (1989)
- [Kim05] J-V. Kim et R.L. Stamps, *Phys. Rev. B* **71**, 94405 (2005)

- [Kir02] T.L. Kirk, O. Hellwig et E. E. Fullerton, Phys. Rev. B **65**, 224426 (2002)
- [Kit83] C. Kittel, “Physique du solide” Dunod université (1983)
- [Kiw01] M. Kiwi, J. Magn. Magn. Mater. **234**, 584 (2001)
- [Kiw04] M. Kiwi, J. Mejia-Lopez, R.D. Portugal et R. Ramirez, Solid State Comm. **116**, 315 (2000)
- [Kle00] L. Klein, Y. Kats, A. F. Marshall, J. W. Reiner, T. H. Geballe, M. R. Beasley, et A. Kapitulnik, Phys. Rev. Lett. **84**, 6090 (2000)
- [Kle01] L. Klein, Y. Kats, A. F. Marshall, J. W. Reiner, T. H. Geballe, M. R. Beasley et A. Kapitulnik, J. Magn. Magn. Mater. **226**, 780 (2001)
- [Kle03] M. Feigenson, L. Klein, J.W. Reiner et M.R. Beasley, Phys. Rev. B **67**, 134436 (2003)
- [Kne91] E.F. Kneller, R. Hawig, IEEE Trans. Magn. **27**, 3588 (1991)
- [Koh38] M. Kohler, Ann. Physik **32**, 211 (1938)
- [Koo97] N.C. Koon, Phys. Rev. Lett. **78**, 4865 (1997)
- [Kri02] I.N. Krivorotov, T. Gredig, K.R. Nikolaev, A.M. Goldman et E.D. Dahlberg, Phys. Rev. B **65**, 180406 (2002)
- [Kuc06] W. Kuch, L.I. Chelaru, F. Offi, J. Wang, M. Kotsugi et J. Kirschner, Nature Mater. **5**, 128 (2006)
- [Kud01] J. Kudrnovsky, V. Drchal, I. Turek, P. Streda et P. Bruno, Surface Science **482**, 1107 (2001)
- [Lac04] D. Lacour, J.A. Katine, L. Folks, T. Block, J.R. Childress, M.J. Carey et B.A. Gurney, Appl. Phys. Lett. **84**, 1910 (2004)
- [Lai96] C.H. Lai, H. Matsuyama, R.L. White, T.C. Anthony et G.G. Bush, J. Appl. Phys. **79**, 6389 (1996)
- [Lai01] Chih-Huang Lai et al. J. Appl. Phys. Lett. **89**, 7124 (2001)
- [Lea79] H.J. Leamy et A.G. Dirks, J. Appl. Phys. **50**, 2871 (1979)
- [Led04] D. Lederman, R. Ramirez et M. Kiwi, Phys. Rev. B **70**, 184422 (2004)
- [Lee75] K. Lee et N. Heinman, AIP Conf. Proc. **24**, 108 (1975)
- [Lei99] C. Leighton, J. Nogués, H. Suhl, et I. K. Schuller, Phys. Rev. B **60**, 12837 (1999)
- [Lei00] C. Leighton, J. Nogués, B. J. Jönsson-Akerman, et I.K. Schuller, Phys. Rev. Lett. **84**, 3466 (2000)
- [Lei02] C. Leighton, M. R. Fitzsimmons, A. Hoffmann, J. Dura, C. F. Majkrzak, M. S. Lund, et I.K. Schuller, Phys. Rev. B **65**, 64403 (2002)
- [Lep04] S. Lepadatu et Y.B. Xu, Phys. Rev. Lett. **92**, 127201 (2004)

- [Lev97] P.M. Levy et S. Zhang, Phys Rev. Lett. **79**, 5110 (1997)
- [Lie97] T. Lieneweber et H. Kronmuller, J. Magn. Magn. Mater. **176**, 145 (1997)
- [Li00] Z. Li et S. Zhang, Phys. Rev. B **61**, R14897 (2000)
- [Lin04] C-C. lin, C-H. Lai, D.H. Wie, Y.J. Hsu et H-P.D. Shieh, J. Appl. Phys. **95**, 6846 (2004)
- [Liu98a] J.P. Liu, Y. Liu et D.J. Sellmyer, J. Appl. Phys. **83**, 6608 (1998)
- [Liu98b] J.P. Liu, C.P. Luo, Y. Liu et D.J. Sellmyer, Appl. Phys. Lett. **72**, 483 (1998)
- [Liu03] Z.Y. Liu and S. Adenwalla, Phys. Rev. B **67**, 184423 (2003)
- [Lun02] M. S. Lund, W. A. A. Macedo, Kai Liu, J. Nogués, I.K. Schuller et C. Leighton, Phys. Rev. B **66**, 054422 (2002)
- [Lya98] Y. Lyanda-Geller, I.L. Aleiner et P.M. Goldbart, Phys. Rev. Lett. **81**, 3215 (1998)
- [Mac04] W.A.A.Macedo, B. Sahoo, V. Kuncser, J. Eisenmenger, I. Felner, J. Noguès, Kai Liu, W. Keune et Ivan. K. Schuller, Phys. Rev. B **70**, 224414 (2004)
- [Mal87] A.P. Malozemoff, Phys. Rev. B **35**, 3679 (1987)
- [Mal88] A.P. Malozemoff, Phys. Rev. B **37**, 7673 (1988)
- [Man59] I. Mannari, Prog. Theo. Phys. **22**, 325 (1959)
- [Man97] S. Mangin, G. Marchal, W. Wernsdorfer, A. Sulpice, D. Mailly et B. Barbara, J. Magn. Mater. **165**, 13 (1997)
- [Man98] S. Mangin, G. Marchal, C. Bellouard, W. Wernsdorfer et B. Barbara, Phys. Rev. B **58**, 2748 (1998)
- [Man99a] S. Mangin, G. Marchal, B. Barbara, Phys. Rev. Lett. **82**, 4336 (1999)
- [Man99b] S. Mangin, A. Sulpice, G. Marchal, C. Bellouard, W. Wernsdorfer, B. Barbara, Phys. Rev. B **60**, 1204-1211 (1999)
- [Man00] N. Manyala, Y. Sidis, J. F. DiTusa, G. Aeppli, D.P. Young et Z. Fisk, Nature **404**, 581 (2000)
- [Man03] S. Mangin, F. Montaigne, A. Schuhl, Phys. Rev. B **68**, 140404(R) (2003)
- [Man06] S. Mangin, T. Hauet, Y. Henry, F. Montaigne et E.E. Fullerton, Phys. Rev. B **74**, 024414 (2006)
- [Mar04] C.H. Marrows et B.C. Dalton, Phys. Rev. Lett. **92**, 97206 (2004)
- [Mau87] D. Mauri, H.C Siegmann, P.S. Bagus et E. Kay, J. Appl. Phys. **62**, 3047 (1987)
- [Mei56] W.H. Meiklejohn et C.P. Bean, Phys. Rev. **102**, 1413 (1956)
- [Mei62] W.H. Meiklejohn, J. Appl. Phys. **33**, 1328 (1962)
- [Mei77] L.V. Meisel et P.J. Cote, Phys. Rev. B **15**, 2970 (1977)

- [Mei87] W.H. Meiklejohn, F.E. Luborsky et P.G. Frischmann, IEEE Trans Magn. MAG. **23**, 2272 (1987)
- [Mer93] D. Mergel, H. Heitmann et P. Hansen, Phys. Rev. B **47**, 882 (1993)
- [Mib96] K. Mibu, T. Nagahama, et T. Shinjo, J. Magn. Magn. Mater. **163**, 75 (1996)
- [Mib98] K. Mibu, T. Nagaham, T. Shinjo et T. Ono, Phys. Rev. B **58**, 6442 (1998)
- [Mil96] B. H. Miller et E. Dan Dalhey, Appl. Phys. Lett. **69**, 3932 (1996)
- [Mil00] P. Milteny et al. Phys. Rev. Lett. **84**, 4224 (2000)
- [Mim78] Y. Mimura, N. Imamura, T. Kobayashi, A. Okada et Y. Kushiro, J. Appl. Phys. **49**, 1208 (1978)
- [Mit83] U. Mizutani, Progress in Material Science **28**, 97 (1983) et références
- [Miz79] T. Mizoguchi et G.S. Cargill, J. Appl. Phys. **50**, 3570 (1979)
- [Mon03] F. Montaigne, S. Mangin et Y. Henry, Phys. Rev. B **67** 144412 (2003)
- [Moo73] J.H. Mooij, Phys. Status Solidi A **17**, 521 (1973)
- [Moo84] K. Moorjani et J. M. D. Coey, Magnetic Glasses, Elsevier, Amsterdam (1984)
- [Moo95] J. S. Moodera, Lisa R. Kinder, Terrilyn M. Wong, et R. Meservey, Phys. Rev. Lett. **74**, 3273 (1995)
- [Mor98] T.J. Moran, J. Noguès, D. Lederman et I.K. Schuller, Appl. Phys. Lett. **72**, 617 (1998)
- [Mot36] N.F. Mott et H. Jones, "Metals and alloys" (Oxford University Press) (1936)
- [Mot64] N.F. Mott, Adv. Phys. **13**, 325 (1964)
- [Mot79] N.F.Mott et E.A. Davis, "Electronic process in noncrystalline materials" (Oxford Clarendon Press) 1979
- [Moy06] S. Moyerman, J.C. Eckert, J.A. Borchers, K.L. Perdue, M. Doucet, P.D. Sparks et M.J. Carey, J. Appl. Phys. **99**, 08R505 (2006)
- [Nag77] S.R. Nagel, Phys. Rev. B **16**, 1694 (1977)
- [Nag98] T. Nagahama, K. Mibu et T. Shinjo, J. Phys. D: Appl. Phys. **31**, 43 (1998)
- [Nee67] L. Néel, Ann. Phys. (Paris) **2**, 61 (1967)
- [Nee78] L. Néel, Œuvres scientifiques, Editions du C.N.R.S (1978)
- [Nik00] V. I. Nikitenko, V. S. Gornakov, A. J. Shapiro, R. D. Shull, Kai Liu, S. M. Zhou, et C. L. Chien, Phys. Rev. Lett. **84**, 765 (2000)
- [Nis06] <http://www.ncnr.nist.gov/programs/reflect/>
- [Nog96a] J. Noguès, D. Lederman, T.J. Moran, et I.K. Schuller, Phys. Rev. Lett. **76**, 4624 (1996)

- [Nog96b] J. Noguès, D. Lederman, T.J. Moran, I.K. Schuller et K.V. Rao, *Appl. Phys. Lett.* **68**, 3186 (1996)
- [Nog99] J. Noguès et I.K. Schuller, *J. Magn. Magn. Mater.* **192**, 203 (1999)
- [Nog00] J. Noguès, C. Leighton et I.K. Schuller, *Phys. Rev. B* **61**, 1315 (2000)
- [Now02] U. Nowak, K.D. Usadel, J. Keller, P. Miltenyi, B. Beschoten et G. Guntherodt, *Phys. Rev. B* **66**, 14430 (2002)
- [NumC] Numerical Recipes in C : The art of scientific computing (p 420-425)
- [Ohl01a] H. Ohldag, A. Scholl, F. Nolting, S. Anders, F.U. Hillebrecht et J. Stöhr, *Phys. Rev. Lett.* **86**, 2878 (2001)
- [Ohl01b] H. Ohldag, T.J. Regan, J. Stöhr, A. scholl, F. Nolting, J. Lüning, S. Anders et R.L. White, *Phys. Rev. Lett.* **87**, 247201 (2001)
- [Ohl03] H. Ohldag, A. Scholl, F. Nolting, E. Arenholz, S. Maat, A.T. Young, M. Carey et J. Stöhr, *Phys. Rev. Lett.* **91**, 17203 (2003)
- [Ohl06] H. Ohldag, H. Shi, E. Arenholz, J. Stohr et D. Lederman, *Phys. Rev. Lett.* **96**, 27203 (2006)
- [Oku82] H. Okuno et Y. Sakurai, *J. Appl. Phys.* **53**, 8245 (1982)
- [Ola05] J. Olamit, E. Arenholtz, Z-P. Li, O. Petravic, I.V. Roshchin, R. Morales, X. Battle, I.K. Schuller et Kai Liu, *Phys. Rev. B* **72**, 12408 (2005)
- [Oma95] I.A. Al-Omari et D.J. Sellmyer, *Phys. Rev. B* **52**, 3441 (1995)
- [Par96] C. M. Park, K.I. Min et K.H. Shin, *J. Appl. Phys.* **79**, 6228 (1996)
- [Par 99] S.S.P. Parkin, et al. *J. Appl. Phys.* **85**, 5828 (1999)
- [Pet03] J.F. Peters, Thèse «Resonant soft-Xray scattering studies on nanostructure of stripe domains», Université d'Amsterdam (2003)
- [Pet05] O. Petravic, Z-P Li, I.V. Roshchin, M. Viret, R. Morales, X. Battle et I.K. Schuller, *Appl. Phys. Lett.* **87**, 222509 (2005)
- [Pin04] E. Pina, C. Prados, A. Hernando, *Phys. Rev. B* **69**, 52402 (2004)
- [Pic74] S.J. Pickart, J.J. Rhyne et H.A. Alperin, *Phys. Rev. Lett.* **33**, 424 (1974)
- [Pir94] L. Piraux, J.M. George, J.F. Despres, C. Leroy, E. Ferain, R. Legras, K. Ounadjela et A. Fert, *Appl. Phys. Lett.* **65**, 2484 (1994)
- [Pra91] W.P. Pratt, S.F. Lee, J.M. Slaughter, R. Loloee, P.A. Schroeder et J. Bass, *Phys. Rev. Lett.* **66**, 3060 (1991)
- [Pri03] J.L. Prieto, M.G. Blamire et J.E. Evetts, *Phys. Rev. Lett.* **90**, 27201 (2003)
- [Pri05] J.L. Prieto, B.B. van Aken, J.I. Martin, A. Perez-Junquera, G. Burnell, N.D. Mathur et M.G. Blamire, *Phys. Rev. B* **71**, 214428 (2005)

- [Rav99] D. Ravelosona, A. Cebollada, et F. Briones, C. Diaz-Paniagua, M. A. Hidalgo et F. Batallan, *Phys. Rev. B* **59**, 4322 (1999)
- [Rhy74] J.J. Rhyne, J.H. Schelleng et K.C. Koon, *Phys. Rev. B* **10**, 4672 (1974)
- [Ros05] I. V. Roshchin, O. Petravic, R. Morales, Z.-P. Li, X. Battle et I. K. Schuller, *Europhys. Lett.* **71**, 297 (2005)
- [Roy05] S. Roy et al. *Phys. Rev. Lett.* **95**, 047201 (2005)
- [Rud99] U. Rüdiger, J. Yu, L. Thomas et S. S. P. Parkin, *Phys. Rev. B* **59**, 11914 (1999)
- [Rus03] C. Rüster et al. *Phys. Rev. Lett.* **91**, 216602 (2003)
- [Sab98] R.F. Sabiryanov et S.S. Jaswal, *Phys. Rev. B* **58**, 12071 (1998)
- [Sac98] M. Sacchi, C.F. Hague, L. Pasquali, A. Mirone, J-M Mariot, P. Isberg, E.M. Gullikson, et J.H. Underwood, *Phys. Rev. Lett.* **81**, 1521 (1998)
- [Sac99] M. Sacchi et al. *Phys. Rev. B* **60**, 12569 (1999)
- [Sai03] E. Saitoh, T. Nakamura, H. Matsumoto et H. Miyajima, *Phys. Rev. B* **68**, 12409 (2003)
- [Sat93] M. Satomi et H. Sakakima, *J. Magn. Magn. Mater.* **126**, 504 (1993)
- [Sch70] F.C. Schwerer et J. Silcox, *Phys. Rev. B* **1**, 2391 (1970)
- [Sch94] J.P. Schillé, Thèse « Dichroïsme magnétique dans le domaine des rayons X : application à l'étude du magnétisme de composés de Terres-Rares. » Université Louis Pasteur de Srasbourg (1994)
- [Sch00] A. Scholl et al. *Science* **287**, 1014 (2000)
- [Sch04] A. Scholl, M. Liberati, E. Arenholz, H. Ohldag, et J. Stöhr, *Phys. Rev. Lett.* **92**, 247201 (2004)
- [Sch05] A. Schuhl et D. Lacour, *C. R. Physique* **6**, 944 (2005)
- [Sev95] L. Sève, J. M. Tonnerre, D. Raoux, J. F. Bobo, M. Picuch, M. De Santis, P. Troussel, J. M. Brot, V. Chakarian, C. C. Kao et C. T. Chen, *J. Magn. Magn. Mater.* **148**, 68 (1995)
- [Shi77] M. Shimoji, "Liquid metals", Academic Press 1977
- [Shi02] H. Shi et D. Lederman, *Phys. Rev. B* **66**, 94426 (2002)
- [Sko93] R. Skomski, J.M.D. Coey, *Phys. Rev. B* **48**, 15812 (1993)
- [Sls06] <http://sls.web.psi.ch/view.php/about/index.html>
- [Sin70] A.K. Sinha, *Phys. Rev. B* **1**, 4541 (1970)
- [Smi51] J. Smit, *Physica* **16**, 612 (1951)
- [Soe96] S. Soeya, T. Imagawa, K. Mitsuoka et S. Narishige, *J. Appl. Phys.* **79**, 1604 (1996)
- [Spa85] M.L. Spano et J.J. Rhyne *J. Appl. Phys.* **57**, 3303 (1985)

- [Sri94] V. Srinivas, A.K. Nigam, G. Chandra, D.W. Lawther, M. Yewondwossen et R.A. Dunlap, *J. Appl. Phys.* **76**, 6501 (1994)
- [Sri03] V. Srinivas, A. Perumal, A.K. Nigam, G. Chandra, A.E. George et R.A. Dunlap *Phys. Rev. B* **68**, 104425 (2003)
- [Sta00] R.L. Stamps, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **33**, 247 (2000)
- [Ste02] P. Steadman, M. Ali, A. T. Hindmarch, C. H. Marrows, B. J. Hickey, Sean Langridge, R. M. Dalgliesh, et S. Foster, *Phys. Rev. Lett.* **89**, 77201 (2002)
- [Sti99a] M.D. Stiles et R.D. McMichael, *Phys. Rev. B* **60**, 12950 (1999)
- [Sti99b] M.D. Stiles et R.D. McMichael, *Phys. Rev. B* **59**, 3722 (1999)
- [Sti02a] M.D. Stiles et A. Zangwill *J. Appl. Phys.* **91**, 6812 (2002)
- [Sti02b] M.D. Stiles et A. Zangwill *Phys. Rev. B* **66**, 14407 (2002)
- [Sto93] R. Skomski et J.M.D Coey, *Phys. Rev. B* **48**, 15182 (1993)
- [Tag01] L.R. Tagirov, B.P. Vodopyanov, et K.B. Efetov, *Phys. Rev. B* **63**, 104428 (2001)
- [Tag02] L.R. Tagirov, B.P. Vodopyanov, et K.B. Efetov, *Phys. Rev. B* **65**, 214419 (2002)
- [Tak79] H. Takagi, S. Tsunashima, S. Uchiyama et T. Fujii, *J. Appl. Phys.* **50**, 1642 (1979)
- [Tan99a] T. Taniyama, I. Nakatani, T. Namikawa et Y. Yamazaki, *Phys. Rev. Lett.* **82**, 2780 (1999)
- [Tan99b] Y.J. Tang, B. Roos, T. Mewew, S.O. Demokritov, B. Hillebrands et Y.J. Wang, *Appl. Phys. Lett.* **75**, 707 (1999)
- [Tat97] G. Tatara et H. Fukuyama, *Phys. Rev. Lett.* **78**, 3773 (1997)
- [Tat99] G. Tatara, Y.W. Zhao, M. Munoz et N. Garcia, *Phys. Rev. Lett.* **83**, 2030 (1999)
- [Tay76] R.C. Taylor et A. Gangulee, *J. Appl. Phys.* **47**, 4666 (1979)
- [The01] S.J.C.H. Theeuwens et al. *J. Appl. Phys.* **89**, 4442 (2001)
- [Tho85] B.T. Thole, G. van der Laan, J.C. Fuggle, G.A. Sawatzky, R.C. Karnatak et J-M Esteva, *Phys. Rev. B* **32**, 5107 (1985)
- [Ton95] J.M. Tonnerre, L. Sève, D. Raoux, G. Soulli, B. Rodmacq et P. Wolfers, *Phys. Rev. Lett.* **75**, 740 (1995)
- [Ton98] J.M. Tonnerre, L. Sève, A. Barbara Déchelette, F. Bartolomé, D. Raoux, V. Chakarian, C.C. Kao, H. Fisher, S. Andrieu, O. Fruchart, *J. Appl. Phys.* **83**, 6293 (1998)
- [Tre00] E. du Trémolet et al. « Magnétisme » Tomes 1 et 2, EDP Sciences (2000)
- [Tsu78] S. Tsunashima, K. Kamegaki, T. Fujii et S. Uchiyama *IEEE Trans. Magn. MAG.* **14**, 844 (1978)
- [Uwa02] H. Uwazumi, T. Shimatsu, Y. Sakai, K. Enotomo, S. Takenoiri, S. Watanabe, H. Muraoka et Y. Nakamura, *J. Appl. Phys.* **91**, 8058 (2002)

- [Val93] T. Valet et A. Fert, Phys. Rev. B **48**, 7099 (1993)
- [Vav03] M.G. Vavilov et L.I. Glazman, Phys. Rev. B **67**, 115310 (2003)
- [Vel00] S.G.E. te Velthuis, A. Berger, G.P. Felcher, B.K. Hill et E.D. Dahlberg, J. Appl. Phys. **87**, 5046 (2000)
- [Vel02] S.G.E. te Velthuis, J.S. Jiang, S.D. Bader et G.P. Felcher, Phys. Rev. Lett. **89**, 127203 (2002)
- [Vev04] Vevel et Butler, Phys. Rev. B **69**, 94425 (2004)
- [Vir96] M. Viret, D. Vignoles, D. Cole, J.M.D. Coey, W. Allen, D.S. Daniel et J.F. Gregg, Phys. Rev. B **53**, 8464 (1996). M. Viret, Y. Samson, P. Warin, A. Marty, F. Ott, E. Søndergård, O. Klein, et C. Fermon, Phys. Rev. Lett. **86**, 3962 (2000)
- [Vou98] C. Vouille, thèse de doctorat: « Etude des origines microscopiques de la magnétorésistance géante dans les multicouches magnétiques », Université Paris VI (1998)
- [Wag68] H. Wagenblast et S. Arajs, J. Appl. Phys. **39**, 5885 (1968)
- [Wai03] X. Waintal et T. Viret, arXiv :cond-mat/0301293 (2003)
- [War99] Warin, thèse de doctorat : « Magnétorésistance et configuration de domaines », Université Paris VI (1999)
- [Web01] W. Weber, S. Riesen et H.C. Siegmann, Science **291**, 1015 (2001)
- [Web02] W. Weber, S. Riesen, C.H. Back, A. Shorikov, V. Anisimov et H.C. Siegmann, Phys. Rev. B **66** 100405 (2002)
- [Wee04a] L. Wee, R.L. Stamps, L. Malkinski, Z. Celinski et D. Skrzypek, Phys. Rev. B **69**, 134425 (2004)
- [Wee04b] L. Wee, R.L. Stamps, L. Malkinski et Z. Celinski, Phys. Rev. B **69**, 134426 (2004)
- [Weg00] E. Wegrowe, A. Comment, Y. Jaccard, J. Ph. Ansermet, N.M. Dempsey et J-P Nozières, Phys. Rev. B **61**, 12216 (2000)
- [Wuc97] S. Wuchner, J.C. Toussaint, et J. Voiron, Phys. Rev. B **55**, 11576 (1997)
- [Xu00] Y. B. Xu, C. A. F. Vaz, A. Hirohata, H. T. Leung, C. C. Yao, J. A. C. Bland, E. Cambril, F. Rousseaux, et H. Launois Phys. Rev. B **61**, 14901 (2000)
- [Yan06] D.Z. Yang, B. You, X.X. Zhang, T.R. Gao, S.M. Zhou, J. Du, Phys. Rev. B **74**, 24411 (2006)
- [Zha03] Z. Zhang et S. Xiong, Phys. Rev. B **67**, 94412 (2003)
- [Zim60] J.M. Ziman, « Electrons et phonons » Oxford University Press (1960)
- [Zim61] J.M. Ziman, Philos. Mag. **6**, 1013 (1961)
- [Zou03] Z.Q. Zou, H. Wang et C. Yu, J. Appl. Phys. **93**, 5268 (2003)





Monsieur **HAUET Thomas**

**DOCTORAT DE L'UNIVERSITE HENRI POINCARÉ, NANCY 1**  
en **PHYSIQUE & CHIMIE DE LA MATIERE & DES MATERIAUX**

VU, APPROUVÉ ET PERMIS D'IMPRIMER *N°1265*

Nancy, le *9 octobre 2006*

Le Président de l'Université





## Résumé

Une étude des effets de couplage d'échange et de magnétorésistance dans des systèmes bicouches ferrimagnétique/ ferrimagnétique amorphes a été réalisée grâce aux résultats obtenus à l'aide de diverses techniques complémentaires : mesures d'aimantation, de susceptibilité, de magnétorésistance, réflectométrie de neutrons polarisés et dichroïsme magnétique des rayons X. Tout comme dans le système  $\text{FeF}_2/\text{Fe}$ , des propriétés de décalage d'échange inhabituelles ont été observées dans les bicouches  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$ . Elles ont pu être expliquées, à basse température et des faibles champs de refroidissement, à l'aide d'un modèle de chaîne de spins 1D considérant le gel de la configuration magnétique dans la couche de TbFe lors du refroidissement sous champ. Dans ce cadre nous avons pu expliquer les évolutions du champ d'échange et du décalage en aimantation en fonction de la valeur du champ de refroidissement. En revanche, afin d'expliquer les évolutions de la coercitivité et les effets de traînage magnétique, il nous a fallu tenir compte de l'influence de la température et du renversement du GdFe sur l'évolution des configurations magnétiques au sein du TbFe. Le rôle de domaines latéraux a également été étudié. La présence d'une paroi d'interface bien contrôlée dans les systèmes GdFe/TbFe ou GdFe/GdFe a, de plus, permis d'étudier les effets de magnétorésistance induits par une paroi magnétique d'interface. Si les variations de résistance observées à bas champ s'interprètent en terme d'anisotropie de magnétorésistance, les phénomènes de magnétorésistance intrinsèques aux matériaux amorphes doivent être pris en compte pour expliquer nos observations pour des forts champs magnétiques. Ces résultats ont été finalement utilisés pour comprendre les mesures de magnétorésistance obtenues sur des vannes de spins GdFe/GdFe/Cu/GdFe.

**Mots clés :** décalage d'échange, alliages ferrimagnétiques, amorphes, traînage magnétique, paroi de domaines magnétiques d'interface, coercitivité, domaines latéraux, activation thermique, magnétorésistance de paroi, transport dépendant du spin.

---

## Abstract

The study of exchange coupled amorphous ferrimagnetic/ferrimagnetic bilayers was made possible thanks to the use of complementary technics (magnetization, susceptibility, magnetoresitivity measurements, polarized neutrons reflectometry, X-Ray magnetic dichroism). As in the  $\text{FeF}_2/\text{Fe}$  system, unusual exchange-bias properties have been observed in  $\text{Gd}_{40}\text{Fe}_{60}/\text{Tb}_{12}\text{Fe}_{88}$  bilayer. Those properties could be explained, for low temperatures and low cooling fields, using a 1D spins chain model and considering that the TbFe magnetic configurations freeze as the sample is cooled down under a field. Variations of the exchange-bias and the magnetization shifts in function of the cooling field value could then be explained. However the role of the thermal activation and of GdFe magnetization reversals on the changes of the magnetic configuration inside the TbFe had to be taken in count in order to understand the evolutions of the coercivity and the training effects. The influence of lateral domains has also been studied. The presence of well-defined interface domain wall in the GdFe/TbFe or GdFe/GdFe systems allowed us to study domain wall magnetoresistance. For low field, the resistance variations can be fully understood in term of anisotropic magnetoresistance. However, for higher field, i.e. also for a thin domain wall, the amorphous materials intrinsic magnetoresistance must be used to explain our experimental results. Finally, we used these results to understand the magnetoresistance effects obtained in GdFe/GdFe/Cu/GdFe spin-valves.

**Keywords :** Exchange-bias, ferrimagnetic alloys, amorphous materials, training effect, interfacial domain wall, coercivity, lateral domains, thermal activation, domain wall magnetoresistance, spin dependant transport.

