

Titre: Magnétomètre exploitant la résonance paramagnétique électronique (RPE) dans une cavité résonante en réflexion dans les hyperfréquences
Title:

Auteur: Angélique Brouillette
Author:

Date: 2025

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Brouillette, A. (2025). Magnétomètre exploitant la résonance paramagnétique électronique (RPE) dans une cavité résonante en réflexion dans les hyperfréquences [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal]. PolyPublie.
Citation: <https://publications.polymtl.ca/68176/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/68176/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche: David Ménard
Advisors:

Programme: Génie physique
Program:

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

**Magnétomètre exploitant la Résonance Paramagnétique Électronique (RPE)
dans une cavité résonante en réflexion dans les hyperfréquences**

ANGÉLIQUE BROUILLETTE

Département de génie physique

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*
Génie physique

Août 2025

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

Ce mémoire intitulé :

**Magnétomètre exploitant la Résonance Paramagnétique Électronique (RPE)
dans une cavité résonante en réflexion dans les hyperfréquences**

présenté par **Angélique BROUILLETTE**

en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

Oussama MOUTANABBIR, président

David MÉNARD, membre et directeur de recherche

Frédéric SIROIS, membre

REMERCIEMENTS

L'écriture de ce mémoire n'aurait pas été possible sans l'appui de nombreux professeurs, collègues, proches et amis, qui ont été d'un grand support tout au long de ma maîtrise.

Je tiens tout d'abord à remercier Pr. David Ménard, mon directeur de recherche, pour toute l'aide apportée. Son expertise et sa patience sans limites ont grandement contribué à la progression de ce projet. Je suis très reconnaissante pour cette belle opportunité d'apprentissage et de développement académique.

Je tiens également à remercier M. Christian Lacroix, M. Djamel Seddaoui, Pr. Frédéric Sirois et M. Yanik Landry-Ducharme, qui ont pu offrir leur précieuse expertise à différents moments du projet. Je remercie également Pr. Richard Martel de m'avoir donné accès à son laboratoire. Merci à mes collègues des deux dernières années au laboratoire, Marianne, Henri et Gabriel, pour les discussions enrichissantes et les conseils partagés.

Merci également aux professeurs Frédéric Sirois et Oussama Moutanabbir d'avoir accepté de faire partie du jury et de prendre le temps de lire ce mémoire, malgré leur emploi du temps chargé.

Merci au Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada et au Fonds de Recherche du Québec pour le soutien financier accordé, ce qui m'a permis de me consacrer entièrement à ce projet de recherche durant les deux dernières années.

Sur une note plus personnelle, je tiens à remercier tout mon entourage pour leur précieux soutien durant ces deux dernières années. Merci à mes amis du baccalauréat, Béatrice, Sophie-Anne, Guillaume B., Alexandre et Guillaume N., pour tous les fous rires, votre écoute et vos encouragements.

Merci à toute ma famille, vous qui m'appuyez depuis toujours. Que ce soit avec vos petits mots d'encouragement ou vos petits plats congelés, votre soutien inconditionnel fait une énorme différence dans mon parcours. C'est grâce à votre support que je peux me dépasser, et je vous en serai toujours très reconnaissante. Je tiens à adresser un merci tout particulier à mes parents, Danièle et Gilles, ainsi qu'à mon frère Pierre-Yves, sur qui je peux toujours compter. Finalement, un énorme merci à mon conjoint, Caio ; sans ta bonne humeur contagieuse et tes cafés le matin, les journées auraient été bien plus longues.

RÉSUMÉ

Ce mémoire porte sur l'étude de la performance d'un magnétomètre qui exploite la résonance paramagnétique électronique (RPE).

Le fonctionnement du capteur magnétique est modélisé afin de trouver une expression analytique pour la sensibilité du capteur. Le montage utilise une cavité résonante en réflexion dans laquelle est inséré un échantillon de DPPH, un radical libre paramagnétique. Le montage utilise également une diode de détection et un Lock-In Amplifier (LIA), un appareil qui permet de linéariser la réponse de la diode en donnant un signal proportionnel à la dérivée du pic de résonance magnétique. Un champ magnétique oscillant à 50 Hz d'une amplitude d'environ 14 μT est utilisé pour évaluer la performance expérimentale du capteur. Une sensibilité de $(9.5 \pm 0.9) \text{ mV}/\mu\text{T}$ est observée. En considérant un niveau de bruit de l'ordre de $102 \text{ }\mu\text{V}/\text{Hz}^{1/2}$, le bruit magnétique équivalent est d'environ $(11 \pm 1) \text{ nT}/\text{Hz}^{1/2}$. Avec un signal dont la bande passante est de 1 Hz, il serait possible de mesurer un champ magnétique aussi petit que 11 nT dans les conditions expérimentales actuelles et non optimisées.

À partir de cette expression, il est possible d'estimer la sensibilité maximale théorique pouvant être atteinte par le capteur, dans des conditions idéales. Cette analyse porte sur le comportement intrinsèque du capteur, et néglige tous les gains pouvant être appliqués par les composantes de traitement du signal, notamment par le Lock-In Amplifier et la diode. En modélisant la résonance du YIG (grenat de fer et d'yttrium, un matériau ferrimagnétique), il est possible d'atteindre une sensibilité de $19 \text{ mV}/\mu\text{T}$. En considérant le bruit thermique du signal réfléchi par la cavité comme unique source de bruit, étant donné que le bruit des composantes de traitement du signal est mis de côté, on obtient un seuil de bruit entre 5 et $50 \text{ nV}/\text{Hz}^{1/2}$, selon la figure de bruit utilisée. Le bruit magnétique équivalent intrinsèque au capteur est alors de l'ordre de $24\text{-}240 \text{ fT}/\text{Hz}^{1/2}$. Cette performance est comparable à celle de technologies plus matures, comme les capteurs de type *fluxgate*, dont le bruit magnétique équivalent est de l'ordre de $7 \text{ pT}/\text{Hz}^{1/2}$. L'atteinte d'un bruit magnétique équivalent inférieur à $1 \text{ pT}/\text{Hz}^{1/2}$ est donc réaliste pour un magnétomètre RPE.

Outre l'étude de la performance du capteur magnétique, ce mémoire présente des pistes d'amélioration du montage afin de maximiser la sensibilité du capteur. Parmi ces suggestions, on retrouve l'ajout d'une boucle de rétroaction du champ magnétique. Ce système permettrait de maintenir l'échantillon magnétique en résonance. Pour ce faire, la tension de sortie du LIA, qui est proportionnelle au champ magnétique à mesurer, alimenterait des bobines qui génèrent un champ magnétique opposé au champ magnétique à mesurer. Ceci permettrait

d'augmenter la plage dynamique du capteur, qui est présentement limitée par l'étroite largeur de résonance du matériau magnétique utilisé.

ABSTRACT

This thesis focuses on the study of the performance of a magnetic sensor based on electron paramagnetic resonance.

The sensor's behaviour is modelled in order to derive an analytical solution for its sensitivity. The measurement setup comprises a reflection resonant cavity containing a DPPH sample, which is a paramagnetic free radical. The setup also includes a detection diode and a Lock-In Amplifier (LIA). This allows the diode's response to be linearized. The setup can measure an oscillating magnetic field with an amplitude of approximately 14 μT , and a frequency of 50 Hz. Quantitative analysis of this measurement makes it possible to study the sensor's performance, and a sensitivity of $(9.5 \pm 0.9) \text{ mV}/\mu\text{T}$ can be achieved. Considering a noise level of around $102 \text{ } \mu\text{V}/\text{Hz}^{1/2}$, the equivalent magnetic noise is approximately $(11 \pm 1) \text{ nT}/\text{Hz}^{1/2}$. Using a 1 Hz bandwidth, magnetic fields as small as 11 nT could be measured.

From the modelled sensitivity equation, a theoretical value of the maximum sensitivity can be calculated. This theoretical value should not be influenced by the amplification of the components involved in signal processing; it must be specific to the behaviour of the magnetic resonance. Using YIG's properties as a reference (Yttrium Iron Garnet, a ferrimagnet), a sensitivity of 19 $\text{mV}/\mu\text{T}$ can be achieved. Assuming the thermal noise of the reflected signal is the main source of noise, the noise density varies between 5 and 50 $\text{nV}/\text{Hz}^{1/2}$, depending on the noise figure considered. The overall equivalent magnetic noise would then be around 24-240 $\text{fT}/\text{Hz}^{1/2}$. This level of equivalent magnetic noise rivals that achieved by well-established sensors, such as fluxgate sensors, whose equivalent magnetic noise is around 7 $\text{pT}/\text{Hz}^{1/2}$.

To improve the magnetometer's sensitivity, improvements to the experimental setup are suggested, such as a feedback loop for the magnetic field. The LIA's output signal is proportional to the magnetic field to be measured; it is possible to use that signal to power coils. These coils would generate a magnetic field opposite to the field to be measured, keeping the magnetic sample in resonance. This increases the sensor's dynamic range; without this feedback loop, the dynamic range is limited to the EPR line width of the magnetic sample, which is typically less than a mT.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	iii
RÉSUMÉ	iv
ABSTRACT	vi
LISTE DES TABLEAUX	xi
LISTE DES FIGURES	xii
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	xv
LISTE DES ANNEXES	xvi
CHAPITRE 1 INTRODUCTION	1
1.1 Objectifs de recherche	3
1.2 Méthodologie	4
CHAPITRE 2 BASES DU FONCTIONNEMENT DU CAPTEUR	6
2.1 Rappels théoriques sur la résonance magnétique	6
2.1.1 Terminologie et unités	6
2.1.2 Catégories de matériaux magnétiques	6
2.1.3 Matériaux magnétiques soumis à un signal micro-onde	8
2.1.4 Équations de Landau-Lifshitz-Gilbert	10
2.1.5 Tenseur de susceptibilité magnétique	11
2.1.6 Résonance magnétique	12
2.2 Mesures de résonance magnétique	13
2.2.1 Survol de la technique	14
2.2.2 Coefficient de réflexion	16
2.2.3 Coefficient de couplage	18
2.2.4 Facteur de qualité de la cavité	18
2.2.5 Facteur de remplissage	19
2.2.6 Fréquences impliquées dans le coefficient de réflexion	21
2.2.7 Susceptibilité magnétique	22
2.3 Fonctionnement d'un capteur RPE	23
2.3.1 Fonctionnement général du capteur magnétique RPE	23
2.3.2 Montage de base	25

2.3.3	Modulation en fréquence	26
2.3.4	Modulation du champ magnétique	27
2.4	Figures de mérite d'un capteur magnétique	29
CHAPITRE 3 MODÉLISATION DE LA SENSIBILITÉ D'UN CAPTEUR MAGNÉTIQUE RPE		
		30
3.1	Modélisation du comportement intrinsèque du capteur	31
3.1.1	Susceptibilité magnétique	31
3.1.2	Facteur de remplissage	32
3.1.3	Facteur de qualité magnétique de l'échantillon	33
3.1.4	Facteur de qualité de la cavité chargée	33
3.1.5	Coefficient de couplage	33
3.1.6	Fréquence de résonance de la cavité	34
3.1.7	Fréquence incidente	34
3.1.8	Coefficient de réflexion	36
3.1.9	Expression de la puissance réfléchie par le résonateur	36
3.2	Modélisation des tensions mesurées	37
3.2.1	Expression de la tension de la diode	37
3.2.2	Expression de la tension du LIA	38
3.3	Modélisation de la sensibilité du magnétomètre	39
CHAPITRE 4 CARACTÉRISATION DU MONTAGE ET VALIDATION EXPÉRIMENTALE DU MODÈLE POUR UNE MESURE RPE EN BALAYAGE		
		42
4.1	Calibration des bobines	42
4.1.1	Méthode directe : courant et champ magnétique DC	42
4.1.2	Méthode du LIA : courant et champ alternatif (RMS)	44
4.1.3	Résultats de la calibration des bobines	45
4.2	Caractérisation de la réponse de la diode	47
4.3	Caractérisation des pertes de puissance	48
4.4	Calcul de l'aimantation du DPPH	50
4.5	Caractérisation de la cavité	51
4.6	Comparaison du modèle avec une mesure expérimentale	54
CHAPITRE 5 MISE EN ŒUVRE ET VALIDATION EXPÉRIMENTALE DU MODÈLE POUR UN CAPTEUR RPE		
		59
5.1	Mise en place des champs magnétiques adéquats	59
5.2	Exemple de calcul des figures de mérite	60

5.2.1	Mesure de la sensibilité	60
5.2.2	Mesure du niveau de bruit	62
5.2.3	Mesure du bruit magnétique équivalent	62
5.3	Validation expérimentale de l'impact des paramètres sur la performance du capteur	64
5.3.1	Impact de la puissance incidente	64
5.3.2	Impact de la constante de temps du LIA	66
5.3.3	Impact du gain du LIA	68
5.3.4	Impact de la masse de DPPH	70
5.3.5	Impact du coefficient de couplage à champ élevé	71
5.4	Performance du capteur optimisé	72
CHAPITRE 6 DISCUSSION SUR LA PERFORMANCE OPTIMALE THÉORIQUE DU CAPTEUR		75
6.1	Performance du capteur RPE idéal	75
6.1.1	Échantillon magnétique idéal	76
6.1.2	Paramètres idéaux pour les autres composantes du circuit	79
6.1.3	Bruit minimum avant la diode	81
6.1.4	Sensibilité fondamentale du capteur	82
6.1.5	Bruit magnétique équivalent minimal	82
6.2	Défis associés à la mesure RPE quantitative	84
6.2.1	Densité de spins	84
6.2.2	Impact du positionnement de l'échantillon	85
6.2.3	Rapidité du verrouillage de la fréquence insuffisante	85
6.3	Améliorations possibles au montage et au modèle	87
6.3.1	Boucle de rétroaction du champ magnétique	87
6.3.2	Utilisation d'aimants permanents	88
6.3.3	Optimisation de la sensibilité de la diode	89
6.3.4	Mauvais ajustement du champ appliqué	90
6.3.5	Effet de la constante de temps	90
CHAPITRE 7 CONCLUSION		92
7.1	Synthèse des travaux	92
7.2	Limites du projet et travaux futurs	93
7.2.1	Écarts entre le modèle et les mesures expérimentales	93
7.2.2	Amélioration de la mesure du courant des bobines	94
7.2.3	Analyse de l'effet de la constante de temps	94

7.2.4	Étude des limites du verrouillage en fréquence	95
7.2.5	Analyse de l'effet du champ de modulation	95
7.2.6	Analyse de l'origine du bruit	96
7.2.7	Polarisation de la diode	96
7.2.8	Échantillons ferrimagnétiques	96
7.2.9	Boucle de rétroaction du champ magnétique	97
RÉFÉRENCES		98
ANNEXES		101

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 3.1	Valeurs numériques utilisées pour modéliser une mesure RPE	30
Tableau 5.1	Paramètres utilisés pour calculer les figures de mérite du capteur . . .	60
Tableau 5.2	Paramètres utilisés pour optimiser la performance du capteur	72

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1	Comparaison du bruit magnétique équivalent de plusieurs types de magnétomètres	2
Figure 2.1	Aimantation en présence d'un champ magnétique DC	9
Figure 2.2	Susceptibilité d'un ferromagnétique en fonction du champ magnétique appliqué	13
Figure 2.3	Schéma d'un montage minimal de mesure RPE (ou RFM) en réflexion avec une cavité résonante.	15
Figure 2.4	Mesure RPE réalisée avec une cavité résonante en réflexion	16
Figure 2.5	Circuit RLC équivalent à un résonateur	17
Figure 2.6	Lignes de champ d'une cavité rectangulaire en mode TE_{102}	20
Figure 2.7	Fréquence de résonance de la cavité en fonction du champ magnétique.	22
Figure 2.8	Fonctionnement de base d'une mesure de résonance paramagnétique	24
Figure 2.9	Montage expérimental utilisé dans le cadre d'une mesure de capteur RPE simple	25
Figure 2.10	Effet du verrouillage en fréquence sur la tension aux bornes de la diode	27
Figure 2.11	Montage expérimental utilisé dans le cadre d'une mesure de capteur RPE modulé en amplitude	28
Figure 2.12	Représentation graphique de l'effet du LIA	28
Figure 3.1	Schéma des grandeurs physiques d'intérêt pour la modélisation du coefficient de réflexion lors d'une mesure RPE	30
Figure 3.2	Structure moléculaire du DPPH	31
Figure 3.3	Modélisation de la susceptibilité magnétique effective en fonction du champ magnétique appliqué	32
Figure 3.4	Modélisation du coefficient de couplage en fonction du champ magnétique appliqué	34
Figure 3.5	Modélisation de la fréquence incidente en fonction du champ magnétique appliqué	35
Figure 3.6	Modélisation du coefficient de réflexion en fonction du champ magnétique appliqué	36
Figure 3.7	Modélisation de la tension aux bornes de la diode en fonction du champ magnétique appliqué	38
Figure 3.8	Modélisation de la tension du LIA en fonction du champ magnétique appliqué	40

Figure 4.1	Montage utilisé pour la calibration des bobines de la cavité Bruker par champ direct	43
Figure 4.2	Calibration des bobines par la méthode du LIA	45
Figure 4.3	Points de calibration des deux paires de bobines pour les deux méthodes utilisées	46
Figure 4.4	Caractérisation de la réponse de la diode	47
Figure 4.5	Spectre de la densité de bruit de la diode Anritsu	48
Figure 4.6	Emplacements où les pertes ont été caractérisées dans le circuit	49
Figure 4.7	Pertes à différents points du montage	49
Figure 4.8	Schéma des branchements lors d'une mesure avec le PNA	51
Figure 4.9	Mesure du coefficient de réflexion de la cavité à champ élevé sur le PNA	52
Figure 4.10	Rotation des mesures du coefficient de réflexion pour le calcul du facteur de qualité de la cavité et du coefficient de couplage	53
Figure 4.11	Ajustement d'une courbe entre la phase et la fréquence de chaque point, après la rotation	54
Figure 4.12	Mesure de référence utilisée pour modéliser une mesure RPE.	55
Figure 4.13	Ajustement de la somme de deux fonctions lorentziennes sur la mesure de la tension du DPPH.	56
Figure 4.14	Comparaison entre le modèle et la mesure expérimentale de la tension de la diode durant une mesure RPE	57
Figure 4.15	Comparaison entre le modèle et la mesure expérimentale de la tension du LIA durant une mesure RPE	57
Figure 5.1	Fonction sinusoïdale ajustée sur la tension du LIA en fonction du temps, en présence d'un champ magnétique à mesurer	61
Figure 5.2	Densité spectrale du bruit magnétique équivalent	63
Figure 5.3	Impact de la puissance incidente sur la performance du capteur	65
Figure 5.4	Impact de la constante de temps du LIA sur la performance du capteur	67
Figure 5.5	Impact du gain du LIA sur la performance du capteur	69
Figure 5.6	Estimation de la sensibilité du capteur en fonction de la masse de DPPH	71
Figure 5.7	Estimation de la sensibilité du capteur en fonction du coefficient de couplage à champ élevé	72
Figure 6.1	Comparaison du bruit magnétique équivalent du magnétomètre RPE avec d'autres types de magnétomètres	83
Figure 6.2	Comparaison entre la fréquence incidente et la fréquence de résonance de la cavité	86
Figure 6.3	Schéma conceptuel de la boucle de rétroaction du champ magnétique	87

Figure 6.4	Schémas du bras de compensation permettant de polariser la diode .	89
Figure A.1	Photo d'un montage minimal de mesure RPE.	101
Figure D.1	Circuit permettant de contrôler le champ magnétique avec précision .	105

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

LIA	Lock-In Amplifier
PSG	Générateur de signal hyperfréquences (Performance Signal Generator)
RF	Fréquences micro-ondes (Radio Frequency)
RFM (FMR)	Résonance FerroMagnétique (FerroMagnetic Resonance)
RPE (EPR)	Résonance Paramagnétique Électronique (Electronic Paramagnetic Resonance)
SNR	Ratio de signal sur bruit (Signal to Noise Ratio)
YIG	Grenat de fer et d'yttrium

LISTE DES ANNEXES

Annexe A	Montage minimal de mesure RPE	101
Annexe B	Équation de la susceptibilité isotrope : partie réelle	102
Annexe C	Équation de la susceptibilité isotrope : partie imaginaire	104
Annexe D	Circuit pour le contrôle fin du champ magnétique	105

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Les débuts de l'étude des champs magnétiques remontent à plus de 2000 ans. Des aimants naturels, souvent des minerais riches en fer, attiraient déjà l'intérêt des peuples de la Grèce antique, de l'Égypte et de la Chine. Au premier siècle av. J.-C., des premiers prototypes de boussoles étaient déjà utilisés ; avec une pièce de minerai magnétique, posée sur un pivot et libre de tourner sur elle-même, il était possible d'identifier la direction du sud. Il a fallu attendre au XIIe siècle avant que la boussole ne voie le jour en Europe. Cette invention a facilité les nombreuses missions d'exploration maritime commandées par la noblesse européenne vers l'Amérique dès le XVe siècle [1].

Au-delà de la simple exploitation des phénomènes magnétiques afin de concevoir des systèmes d'orientation, Charles-Augustin Coulomb débute au XVIIIe siècle des recherches pour établir les lois fondamentales de l'électricité et du magnétisme. Il parvient même à concevoir une balance électrostatique afin d'étudier divers phénomènes électriques, puis un second modèle permettant d'étudier certains phénomènes magnétiques [2]. Cependant, les fondations plus officielles de la magnétométrie en Occident peuvent être attribuées à Karl Frederic Gauss. En 1832, il propose un premier montage afin de mesurer l'intensité de la force magnétique terrestre [3].

Depuis, la magnétométrie a grandement évolué. Afin de répondre aux besoins variés de différents milieux, comme l'archéologie, l'industrie automobile et même le milieu médical, plusieurs types de capteurs magnétiques sont développés [4]. La figure 1.1 présente plusieurs types de magnétomètres en fonction de leur dimension (axe x) et de leur bruit magnétique équivalent (axe y), une figure de mérite couramment utilisée pour quantifier la performance d'un dispositif. Un faible bruit magnétique équivalent indique un capteur très performant.

Les capteurs présents sur le marché peuvent être séparés en deux familles distinctes. D'une part, on retrouve des capteurs très performants et très dispendieux, comme les capteurs SQUID (Superconducting QUantum Interference Device). Ces capteurs ultrasensibles n'ont des performances optimales qu'à très basses températures, mais peuvent mesurer des champs magnétiques de l'ordre des fT [6]. Les capteurs exploitant la détection optique de la résonance paramagnétique électronique de vapeurs atomiques (les capteurs AVC et SERF sur la figure 1.1) ont des performance équivalentes aux capteurs SQUID [5].

D'autre part, on retrouve des capteurs plus abordables, mais dont la sensibilité et le niveau de bruit ne permettent que de mesurer des champs magnétiques de l'ordre des pT ; on y retrouve, entre autres, les capteurs *fluxgate*, qui peuvent notamment être utilisés à température

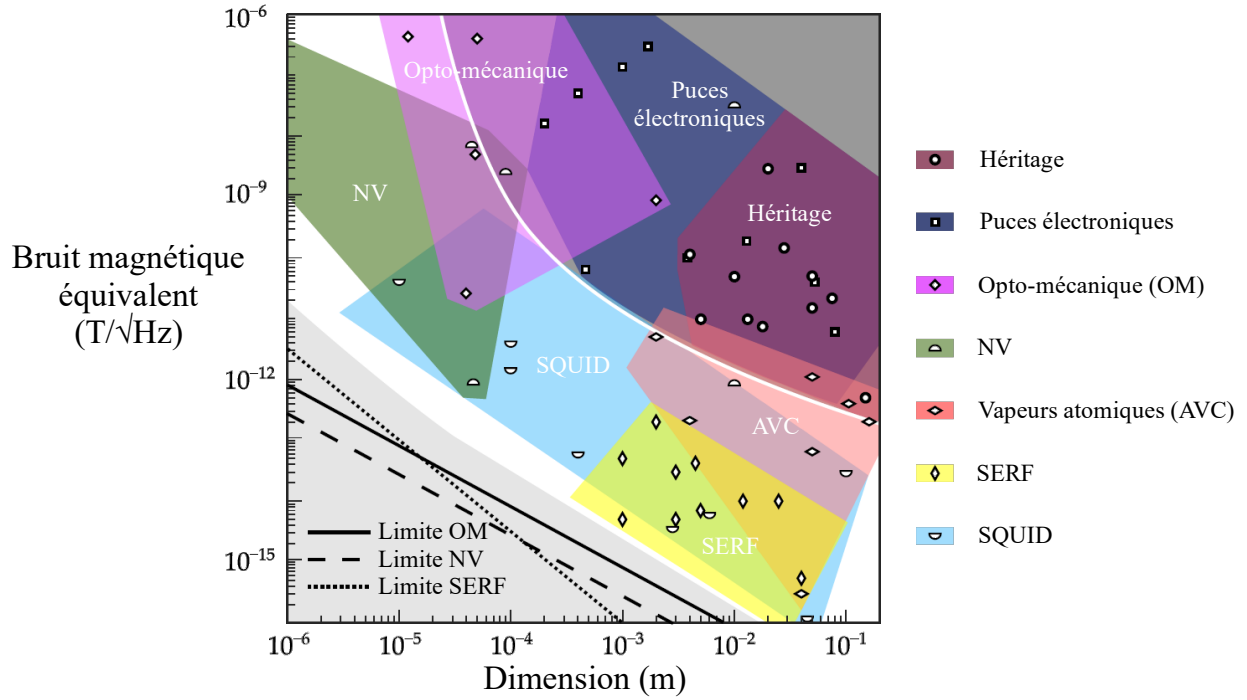


FIGURE 1.1 **Comparaison du bruit magnétique équivalent de plusieurs types de magnétomètres.** Les capteurs SQUID et AVC sont plus performants ($\text{fT}/\text{Hz}^{1/2}$) que les capteurs de type “Héritage” ($\text{pT}/\text{Hz}^{1/2}$). Figure originale tirée de la référence [5].

ambiante et qui sont souvent favorisés pour leur polyvalence [4]. Ces capteurs font partie de la catégorie “Héritage”, illustrée à la figure 1.1 [5].

Il existe d’autres technologies avec beaucoup de potentiel pour une application en magnéto-métrie. En effet, les phénomènes de résonance paramagnétique et ferromagnétique permet-taient, selon certains auteurs [7–9], de développer des capteurs avec une forte sensibilité aux champs magnétiques, qui rivaliserait celle des capteurs *fluxgate*. On peut citer notamment J. F. Barry et al., qui ont récemment suggéré un magnétomètre qui exploite la résonance fer-rimagnétique d’une sphère de YIG et dont le bruit magnétique équivalent est de l’ordre des $100 \text{ fT}/\text{Hz}^{1/2}$ [9]. Dans les pistes d’amélioration suggérées, l’utilisation d’une cavité résonante à haut facteur de qualité est suggérée afin de maximiser la sensibilité.

Les mesures de résonance paramagnétique électronique (RPE) quantitatives peuvent être utilisées à plusieurs fins, notamment pour la dosimétrie des radiations, la détection de sub-stances dans les fluides corporels et la détection de molybdène dans l’eau de mer [10]. Les mesures RPE permettent de détecter les densités d’électrons non-appariés de manière très sélective [11]. Une mesure de la résonance paramagnétique des électrons non-appariés d’un matériau peut être linéarisée en fonction du champ magnétique, et avec une bonne compré-

hension des mécanismes qui entrent en jeu dans une mesure RPE, il est possible d’exploiter cette linéarité pour concevoir un magnétomètre. Bien que la RPE ait déjà été exploitée en magnétométrie par la détection optique [12], elle demeure peu exploitée sous d’autres angles, notamment par la mesure RPE dans une cavité résonante. Un montage qui exploite la résonance magnétique sans détection optique permet éventuellement d’exploiter des matériaux avec des densités de spins plus élevées, comme les matériaux ferromagnétiques et ferrimagnétiques, qui sont très prometteurs afin de développer des magnétomètres sensibles.

Ce mémoire a comme sujet l’étude d’un magnétomètre exploitant la résonance paramagnétique électronique (RPE) dans une cavité en réflexion. Le fonctionnement d’un tel capteur sera tout d’abord modélisé, puis reproduit expérimentalement. La sensibilité de l’appareil aux champs magnétiques et le bruit magnétique équivalent seront aussi évalués en fonction du bruit de l’appareil. Il sera enfin possible de déterminer si un tel capteur est en mesure de compétitionner avec les technologies plus matures, comme le *fluxgate*, qui peut détecter des champs magnétiques de l’ordre des pT [4]. Il existe plusieurs façons de mesurer la RPE ; un montage qui fait appel à une cavité résonante en réflexion est la méthode qui sera explorée dans le présent mémoire.

Dans les prochaines pages, les principaux objectifs et sous-objectifs du projet seront clarifiés, et la méthodologie sera présentée. Par la suite, une revue des concepts de base du magnétisme sera présentée, en plus d’une explication plus précise du principe derrière le capteur RPE. Le fonctionnement du capteur RPE sera ensuite modélisé, de sorte à obtenir l’expression analytique de la sensibilité du magnétomètre. Ce modèle analytique sera validé par des mesures expérimentales, puis il sera possible de caractériser le capteur magnétique. À partir des mesures expérimentales et du modèle d’un capteur idéal, il sera possible de conclure quelles sont les performances d’un tel capteur, et quelles performances il pourrait atteindre avec les composantes idéales.

1.1 Objectifs de recherche

L’objectif principal de ce projet consiste à étudier le potentiel d’un magnétomètre basé sur la résonance paramagnétique électronique (RPE). Cet objectif principal peut être décomposé en quatre sous-objectifs, énumérés ci-dessous :

1. Modéliser le fonctionnement d’un capteur magnétique basé sur la résonance paramagnétique ;
2. Valider le modèle théorique en le confrontant aux mesures expérimentales ;
3. Mesurer un champ magnétique connu avec un montage expérimental afin de caracté-

riser la sensibilité, la densité de bruit et la densité de bruit magnétique équivalent du capteur ;

4. Quantifier la limite théorique de la performance d'un magnétomètre basé sur la résonance paramagnétique afin de la comparer avec les autres technologies recensées dans la littérature.

1.2 Méthodologie

Afin de modéliser le fonctionnement du magnétomètre, il faudra d'abord explorer et maîtriser la physique autour de la résonance paramagnétique et du montage expérimental. Pour ce faire, il faudra décortiquer chaque section du montage expérimental, et analyser les principales équations physiques expliquant les phénomènes en jeu. Ceci permettra de développer une expression analytique de la tension du capteur en fonction du champ magnétique. Cette équation analytique, qui devrait avoir un comportement linéaire, permettra de déterminer la sensibilité théorique du capteur, soit la réponse en tension due à une variation de champ magnétique.

Le second sous-objectif consiste à valider le modèle théorique proposé. Pour ce faire, un montage expérimental de mesure RPE sera mis en œuvre afin de confirmer que la relation entre le champ magnétique et le signal lu par le magnétomètre, trouvée par la modélisation, est raisonnablement conforme avec la réalité.

Pour atteindre le troisième sous-objectif, le montage sera adapté de sorte à faire une mesure de champ magnétique. Le champ à mesurer peut être un champ magnétique oscillant à une fréquence de 50 Hz, dont l'amplitude est connue. En analysant le signal du capteur lorsque ce dernier est soumis au champ à mesurer, il sera possible de calculer trois figures de mérite importantes d'un capteur, soit la sensibilité, le bruit et le bruit magnétique équivalent. De plus, à partir de l'expression analytique trouvée par la modélisation, on peut faire ressortir les paramètres qui ont un impact direct sur la sensibilité, effectuer plusieurs mesures en faisant varier ces paramètres et valider de nouveau s'ils ont l'effet attendu sur la sensibilité. Cet exercice permet également de trouver expérimentalement les valeurs des paramètres qui permettent d'atteindre une meilleure performance.

Finalement, pour atteindre le dernier sous-objectif, soit de quantifier la limite théorique de la performance du magnétomètre, il faudra procéder à une analyse plus approfondie de l'expression analytique de la sensibilité en trouvant les valeurs théoriques permettant d'atteindre un maximum de sensibilité. Un calcul simple du bruit minimal théorique permettrait ensuite d'établir le plus petit bruit magnétique équivalent qu'il est possible d'atteindre. Avec cette

valeur, qui est la figure de mérite la plus significative pour un magnétomètre, il serait ensuite possible de comparer le capteur RPE aux autres technologies existantes.

CHAPITRE 2 BASES DU FONCTIONNEMENT DU CAPTEUR

L'objectif principal de ce chapitre est d'établir les bases théoriques nécessaires à la compréhension du fonctionnement du magnétomètre. Les principes expérimentaux des mesures de résonance paramagnétique et ferromagnétique seront présentés, ainsi que le fonctionnement du capteur. Finalement, les principales figures de mérite utilisées pour évaluer quantitativement la performance d'un magnétomètre seront présentées.

2.1 Rappels théoriques sur la résonance magnétique

La résonance paramagnétique électronique (RPE) a été observée pour la première fois en 1944 par Zavoïski [13]. Deux ans plus tard, la résonance ferromagnétique (RFM) a pu être observée expérimentalement pour la première fois par Griffiths [14]. Depuis, le phénomène a été utilisé à plusieurs reprises afin de caractériser des échantillons magnétiques, par exemple afin de mesurer le paramètre α de Gilbert associé à l'amortissement de la précession pour un nanoaimant [15]. Avant de comprendre comment le phénomène peut être exploité pour un capteur magnétique, il faut revisiter les bases de la résonance magnétique.

2.1.1 Terminologie et unités

Dans l'ensemble de ce mémoire, nous ferons appel à diverses grandeurs magnétiques. Le système CGS est encore très couramment utilisé en magnétisme pour établir des ordres de grandeur, mais dans le présent mémoire, les unités utilisées seront celles du Système international d'unités (unités SI), sauf indication contraire.

Pour faciliter la comparaison des unités du champ magnétique, nous allons introduire le champ appliqué, noté B_0 . Il s'agit du champ magnétique DC appliqué par des aimants externes à un montage ou un échantillon, et ce champ est exprimé en tesla.

Finalement, M désigne l'aimantation (ou la magnétisation). Dans le système SI, les unités de M sont des ampères par mètre (A/m). L'aimantation peut aussi être exprimée en teslas (T) par la notation $J_M = \mu_0 M$, où μ_0 est la perméabilité du vide, avec des unités de H/m.

2.1.2 Catégories de matériaux magnétiques

Selon les conditions ambiantes, comme la pression et la température, un même matériau peut avoir différents comportements lorsqu'il est soumis à un champ magnétique. Les diffé-

rentes catégories de matériaux magnétiques peuvent alors être désignées comme des phases magnétiques. Les deux principales familles sont les matériaux sans ordre magnétique, et les matériaux ordonnés.

Matériaux sans ordre magnétique

Dans cette première catégorie, on retrouve les matériaux **diamagnétiques et paramagnétiques**. En l'absence de champ magnétique externe, l'aimantation du matériau est nulle ; en effet, si des dipôles magnétiques sont présents (dans le cas des paramagnétiques), leur orientation est aléatoire, et la somme des moments magnétiques est nulle.

Le diamagnétisme peut être observé dans tous les matériaux. En appliquant un champ magnétique, des dipôles sont induits dans le matériau. Ces dipôles ont cependant un moment magnétique dans le sens opposé, ce qui fait en sorte que l'aimantation globale est inverse au champ magnétique appliqué. Cette aimantation est très faible, et est souvent dominée par d'autres phénomènes magnétiques. Dans le cas où le diamagnétisme est le phénomène dominant, le matériau est considéré comme diamagnétique par simplification ; c'est le cas de l'argent et du cuivre. Ces matériaux ont typiquement des susceptibilités magnétiques de l'ordre de -10^{-5} , et la valeur est négative pour tenir compte de l'orientation inverse de la réponse magnétique [16].

En appliquant un champ magnétique externe sur un matériau paramagnétique, les dipôles déjà présents dans le matériau (par exemple, les électrons non appariés) vont s'orienter dans le même sens que le champ magnétique. À l'échelle du matériau, ceci va engendrer une aimantation parallèle au champ appliqué. L'aluminium et le manganèse sont des exemples courants de matériaux paramagnétiques, et ces matériaux ont une susceptibilité magnétique typiquement de l'ordre de 10^{-5} - 10^{-3} [16].

Matériaux avec ordre magnétique

Dans la seconde catégorie de matériaux, soit ceux qui ont un ordre magnétique, on retrouve les matériaux **ferromagnétiques et toutes leurs déclinaisons**. De manière générale, même en l'absence de champ magnétique externe, ces matériaux ont une aimantation spontanée ; les dipôles magnétiques d'une même région seront alignés dans une même direction. Cette région se nomme un domaine magnétique. En présence d'un champ magnétique externe, les dipôles magnétiques de tous les domaines magnétiques vont s'aligner dans le même axe que le champ magnétique. Leur susceptibilité magnétique est plus élevée, et est typiquement de l'ordre de 10^2 - 10^4 . Il est possible de diviser ces matériaux en plusieurs catégories en fonction

de l'orientation exacte que prennent leurs dipôles en présence d'un champ magnétique externe [16].

Dans l'éventualité où tous les dipôles magnétiques sont orientés non seulement dans le même axe, mais également dans la même direction, on parle de matériaux **ferromagnétiques**. Les dipôles sont alors tous parallèles et l'aimantation globale, qu'on appelle aimantation à saturation, est maximale. Cette aimantation est atteinte lorsque le champ magnétique est suffisamment fort pour que tous les domaines magnétiques soient orientés dans le même axe. La valeur du champ magnétique permettant d'atteindre ce point est le champ de saturation. Si le champ magnétique est supprimé, il peut y avoir une aimantation rémanente.

Il est possible que les dipôles magnétiques soient dans le même axe, mais qu'ils soient anti-parallèles. Si la densité de dipôles orientés dans le même sens que le champ magnétique est identique à la densité de dipôles orientés en sens inverse, on obtient une aimantation totale nulle. Les matériaux qui réagissent ainsi sont classés comme étant des matériaux **antiferromagnétiques**. Globalement, s'il y a plus de dipôles dans un sens, il y aura une aimantation globale non-nulle dans cette direction ; il s'agit de matériaux **ferrimagnétiques**. L'aimantation de ce matériau sera plus faible qu'un matériau purement ferromagnétique ; un exemple de matériau ferrimagnétique couramment utilisé est le grenat de fer et d'yttrium, communément appelé YIG (*Yttrium Iron Garnet*). D'autres types de matériaux magnétiques ordonnées de manières plus complexes existent, comme les matériaux héliomagnétiques, mais leurs propriétés ne seront pas exploitées dans le présent mémoire [16].

Dans le reste de ce mémoire, le terme "ferromagnétique" sera utilisé pour désigner autant les matériaux ferromagnétiques purs que les matériaux ferrimagnétiques. Comme le comportement des ferrimagnétiques est très semblable à celui des ferromagnétiques dans des applications liées à la magnétométrie et à la résonance ferromagnétique, cet abus de langage est justifié et permet d'alléger le texte. Les ferrimagnétiques, malgré leur aimantation plus faible que celle des ferromagnétiques, sont très intéressants pour diverses applications. En effet, les principaux matériaux ferromagnétiques sont le cobalt, le nickel et le fer, et ce sont des métaux conducteurs. La nature conductrice de ces matériaux peut entraîner l'induction de courants de Foucault indésirables dans certains contextes, contrairement aux ferrimagnétiques, qui sont en général des céramiques très peu conductrices.

2.1.3 Matériaux magnétiques soumis à un signal micro-onde

Les dipôles d'un matériau paramagnétique ou ferromagnétique s'orientent dans la même direction que le champ $\mathbf{B}_0$, ce qui entraîne une aimantation dans cette direction. Avec un champ magnétique alternatif à haute fréquence dans le plan perpendiculaire à $\mathbf{B}_0$, noté $\mathbf{b}_{0,\sim}$,

l'aimantation précesse autour de cet axe, tel que montré à la figure 2.1.

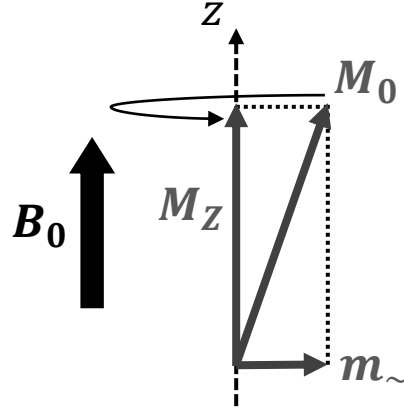


FIGURE 2.1 **Aimantation (M_0) en présence d'un champ magnétique DC (B_0).** L'aimantation peut être décomposée en une composante M_z parallèle au champ magnétique, et une autre composante perpendiculaire $m_{\sim}$.

En raison du mouvement de précession, on peut décomposer l'aimantation en deux parties ; une partie M_z dans l'axe du champ magnétique B_0 , soit l'axe z, et une partie oscillante $m_{\sim}$ dans le plan perpendiculaire.

Il est important de noter que généralement, l'amplitude du champ alternatif $b_{0,\sim}$ est nettement inférieure à celle du champ B_0 . Il en est de même pour l'aimantation M . On note alors

$$B_0 = B_z + b_{0,\sim} \quad \text{où} \quad B_z \gg b_{0,\sim} \quad (2.1)$$

et

$$M_0 = M_z + m_{\sim} \quad \text{où} \quad M_z \gg m_{\sim} . \quad (2.2)$$

Ainsi, en écrivant B_0 , on sous-entend un champ magnétique DC, puisque l'amplitude de la partie oscillante est négligeable.

La fréquence de précession de l'aimantation dépend de l'intensité de B_0 . Pour un échantillon ferromagnétique, étant donné le fort champ de désaimantation, cette fréquence dépend aussi de la forme de l'échantillon, contrairement aux matériaux paramagnétiques, où la forme n'a peu ou pas d'impact. Pour un échantillon ferromagnétique de forme ellipsoïdale, la fréquence naturelle à laquelle l'aimantation aura tendance à précesser (même en l'absence de champ magnétique alternatif), soit la fréquence de résonance ferromagnétique f_{res} , peut être calculée

avec la formule de Kittel en fonction des facteurs de démagnétisation N_x , N_y et N_z :

$$(2\pi f_{res})^2 = |\gamma|^2 [B_0 + (N_y - N_z)J_z] [B_0 + (N_x - N_z)J_z] , \quad (2.3)$$

où $|\gamma|$ est le facteur gyromagnétique (en $\text{rad}/(\text{s} \cdot \text{T})$), $J_z = \mu_0 M_z$ représente l'aimantation (en T) et B_0 est la valeur champ magnétique externe (en T) [17]. Cette équation est valide pour un matériau ferromagnétique si on suppose que les champs internes dus à l'anisotropie cristalline ou magnétoélastique sont négligeables ; ceci explique pourquoi les seuls champs magnétiques et les seules aimantations considérés sont ceux dans l'axe z .

Pour le cas d'un échantillon sphérique, on a $N_x = N_y = N_z$. On obtient alors l'expression suivante pour la fréquence de résonance d'un échantillon ferromagnétique sphérique :

$$2\pi f_{res} = |\gamma| B_0 . \quad (2.4)$$

L'aimantation d'un matériau paramagnétique est beaucoup plus faible que celle d'un ferromagnétique, et les champs de désaimantation sont négligeables. Alors, l'équation (2.3) se simplifie (car $J_z \ll B_0$), et la fréquence de résonance d'un matériau paramagnétique peut directement être exprimée par l'équation (2.4), peu importe sa forme.

Le ratio gyromagnétique peut être calculé comme suit (en $\text{rad}/(\text{s} \cdot \text{T})$) :

$$|\gamma| = \frac{g|e|}{2m_e} , \quad (2.5)$$

où g est le facteur de Landé (pour un électron, $g \approx 2.002$), e la charge électronique et m_e la masse d'un électron [17]. Pour un électron, le ratio gyromagnétique est d'environ $1.756 \times 10^{11} \text{ rad}/(\text{s} \cdot \text{T})$, soit $|\gamma|/2\pi \approx 28 \text{ GHz/T}$.

Il est important de noter qu'en absence de champ $b_{0\sim}$, la précession de l'aimantation ne dure que quelques centaines de picosecondes. En raison de l'amortissement, la composante oscillante de l'aimantation va tendre à diminuer avec le temps. Or, si l'échantillon ferromagnétique ou paramagnétique est placé dans un champ magnétique oscillant à la fréquence de résonance f_{res} , par exemple en plaçant l'échantillon dans une cavité résonante, il est possible d'amplifier et de maintenir cette précession à travers le temps et d'observer une résonance.

2.1.4 Équations de Landau-Lifshitz-Gilbert

Dans cette sous-section, les équations présentées ont été adaptées en unités SI.

En 1935, Landau et Lifshitz proposent une première équation du mouvement de l'aimantation

[18]. En 1955, Gilbert reformule le terme d'amortissement de l'équation. L'équation finale, soit l'équation de Landau-Lifshitz-Gilbert, est la suivante :

$$\frac{\partial \mathbf{M}}{\partial t} = -|\gamma| \mathbf{M} \times \mathbf{B}_{eff} + \frac{\alpha}{M} \mathbf{M} \times \frac{\partial \mathbf{M}}{\partial t} . \quad (2.6)$$

Dans cette équation, $\mathbf{M}$ est l'aimantation, $\mathbf{B}_{eff}$ est le champ magnétique effectif, $|\gamma|$ est le facteur gyromagnétique et α est un paramètre qui quantifie l'intensité de l'amortissement, et qui est adimensionnel [19]. Dans le cas d'un matériau paramagnétique, on a $B_{eff} = B_0$, car les champs de désaimantation sont négligeables. Pour un ferromagnétique, comme les champs de désaimantation sont plus importants, il faut considérer leur effet dans le calcul de B_{eff} .

En considérant les conditions présentées aux équations (2.1) et (2.2), il est possible de linéariser l'équation (2.6) afin d'obtenir une solution prenant la forme suivante :

$$\mu_0 \mathbf{m} = \overleftrightarrow{\chi} \mathbf{b}_{eff} , \quad (2.7)$$

où $\mathbf{m}$ est l'amplitude complexe de la partie oscillante de l'aimantation exprimée sous forme vectorielle, $\mathbf{b}_{eff}$ est l'amplitude complexe de la partie oscillante du champ magnétique effectif, et $\overleftrightarrow{\chi}$ est un tenseur de susceptibilité magnétique, communément appelé le tenseur de Polder. Ce tenseur sera détaillé dans la sous-section suivante, en considérant seulement les composantes dans le plan perpendiculaire au champ appliqué, soit dans le plan XY .

2.1.5 Tenseur de susceptibilité magnétique

Le tenseur de susceptibilité magnétique prend la forme suivante [20] :

$$\overleftrightarrow{\chi} = \begin{bmatrix} \chi & i\chi_a \\ -i\chi_a & \chi \end{bmatrix} . \quad (2.8)$$

Les composantes de la susceptibilité isotrope et anisotrope, respectivement notées comme suit :

$$\chi = \chi' - i\chi'' \quad ; \quad \chi_a = \chi'_a - i\chi''_a , \quad (2.9)$$

peuvent être exprimées ainsi [20] :

$$\chi' = \frac{1}{D} \omega_M \omega_H [\omega_H^2 - (1 - \alpha^2) \omega^2] \quad , \quad (2.10)$$

$$\chi'' = \frac{1}{D} \alpha \omega \omega_M [\omega_H^2 + (1 + \alpha^2) \omega^2] \quad , \quad (2.11)$$

$$\chi'_a = \frac{1}{D} \omega \omega_M [\omega_H^2 - (1 + \alpha^2) \omega^2] \quad , \quad (2.12)$$

$$\chi''_a = \frac{2}{D} \alpha \omega^2 \omega_M \omega_H \quad , \quad (2.13)$$

$$D = [\omega_H^2 - (1 + \alpha^2) \omega^2]^2 + 4 \alpha^2 \omega^2 \omega_H^2 \quad , \quad (2.14)$$

$$\omega_H = \gamma B_0 \quad , \quad (2.15)$$

$$\omega_M = \gamma J_M \quad . \quad (2.16)$$

Dans ces expressions, on retrouve le paramètre d'amortissement α , le ratio gyromagnétique γ , le champ magnétique appliqué ω_H exprimé en unités rad/s et ω , la fréquence d'oscillation du signal micro-onde incident. ω_M représente l'aimantation de l'échantillon magnétique en unités rad/s ; pour un matériau ferromagnétique, on considère l'aimantation à saturation dans l'axe z , soit $J_s = \mu_0 M_s$. Pour un matériau paramagnétique, on considère $J_M = \mu_0 M_z = \chi_0 B_0$, où χ_0 est la valeur de la susceptibilité DC ; typiquement, $\chi_0 \ll 1$ pour un paramagnétique. La représentation graphique est disponible à la figure 2.2. L'extremum de la partie imaginaire de la susceptibilité correspond à la résonance magnétique.

Pour un champ magnétique appliqué dans l'axe x seulement, de sorte que $\mathbf{b}_{eff} = b_0 \hat{\mathbf{x}} + 0 \hat{\mathbf{y}}$, on retrouverait l'aimantation suivante :

$$m_x + i m_y = \chi b_0 + \chi_a b_0 = (\chi + \chi_a) b_0 = \chi_{eff} b_0 \quad , \quad (2.17)$$

où $\chi_{eff} = \chi + \chi_a$ est la susceptibilité effective.

2.1.6 Résonance magnétique

La partie imaginaire de la susceptibilité atteint un extremum à la valeur de fréquence suivante :

$$\omega = \frac{\omega_H}{\sqrt{1 + \alpha^2}} \implies \omega_{res} = \frac{\omega_H}{\sqrt{1 + \alpha^2}} \approx \omega_H \quad \text{si } \alpha \ll 1 \quad . \quad (2.18)$$

Il s'agit de la condition de résonance. Exactement à cette valeur de fréquence, le matériau a une susceptibilité maximale, et peut alors plus facilement s'aimanter. Cette condition de résonance peut également être exprimée sous forme de champ magnétique à partir de la

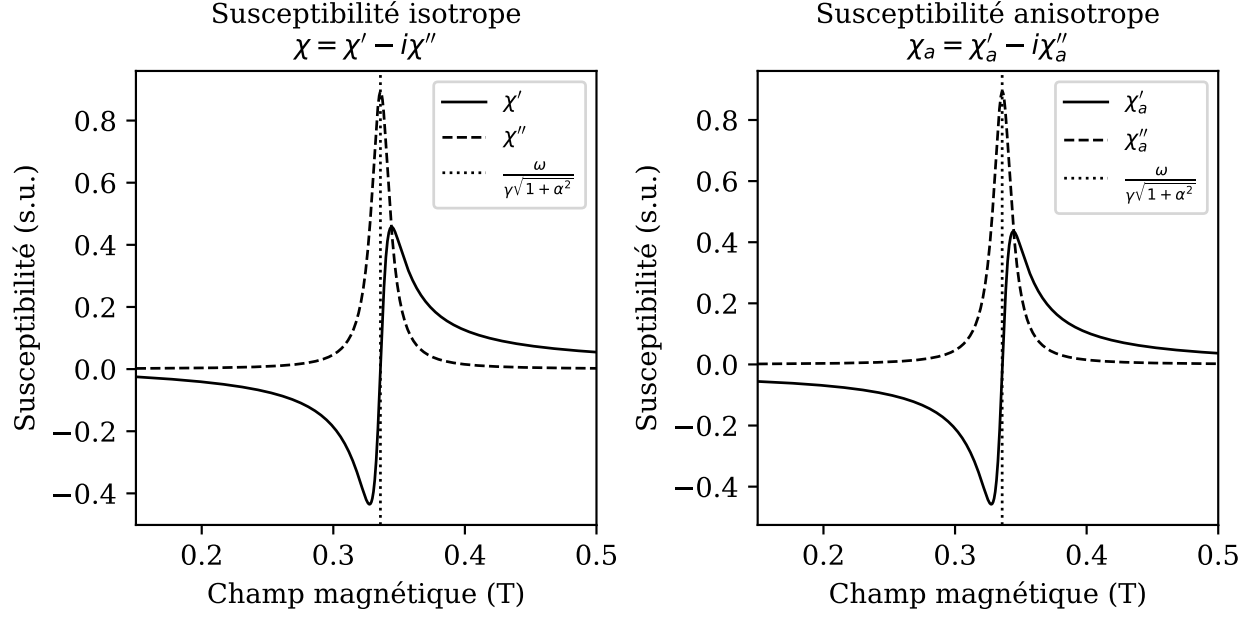


FIGURE 2.2 **Susceptibilité d'un ferromagnétique en fonction du champ magnétique appliqué B_0 .** À gauche, on peut observer la susceptibilité isotrope (diagonale principale de la matrice), tandis que la composante anisotrope peut être observé à droite. Le graphique a été tracé avec $f = 9.4$ GHz, $J_M = 150$ mT et $\alpha = 0.025$.

définition donnée de ω_H (équation (2.15)), soit sous la forme

$$\omega_{res} = \gamma B_{res} , \quad (2.19)$$

qui est identique à l'équation (2.4). Cette relation est valide pour un paramagnétique de toute forme, ou un ferromagnétique de forme sphérique et d'anisotropie négligeable. Pour un ferromagnétique d'une autre forme, il faut considérer les facteurs de désaimantation, comme à l'équation (2.3).

2.2 Mesures de résonance magnétique

Les principes derrière le fonctionnement d'une mesure de résonance magnétique sont sensiblement les mêmes que ceux derrière le fonctionnement du capteur qui exploite la résonance magnétique. Dans les prochaines sections, le fonctionnement d'une mesure de résonance paramagnétique électronique (RPE) ou ferromagnétique (RFM) sera exploré afin de faire ressortir les principales équations physiques derrière ces phénomènes.

Bien que les matériaux paramagnétiques et ferromagnétiques aient des différences fondamentales, les principes de mesure de leur résonance sont pratiquement les mêmes. En effet,

l'équation du mouvement de l'aimantation, soit l'équation de Landau-Lifshitz-Gilbert (équation (2.6)), est valide dans les deux cas. Il y a cependant une différence au niveau des ordres de grandeur ; la résonance ferromagnétique présente normalement un pic de résonance beaucoup plus prononcé que la résonance paramagnétique. En effet, la densité de spins (de dipôles magnétiques) dans un ferromagnétique est souvent plus élevée que dans un paramagnétique. De plus, l'alignement des moments magnétiques dans une même direction est beaucoup plus efficace en raison des interactions d'échange. Ceci peut être confirmé par l'aimantation à saturation du ferromagnétique, qui est supérieure à l'aimantation d'un paramagnétique par plusieurs ordres de grandeurs [21].

Pour le reste du chapitre, même si le terme paramagnétique est utilisé, les principes expérimentaux présentés s'appliquent aussi aux mesures de résonance ferromagnétique.

2.2.1 Survol de la technique

La technique de mesure RPE a généralement comme but d'utiliser un champ magnétique connu et contrôlé avec précision afin de recueillir des informations sur les propriétés inconnues d'un matériau paramagnétique quelconque. Dans le cas d'un magnétomètre RPE, il s'agit du contraire ; le matériau paramagnétique et ses propriétés sont très bien connus, et les informations recueillies servent plutôt à identifier et à mesurer le champ magnétique appliqué sur le matériau. Étant donné qu'il y a beaucoup de similitudes entre les deux techniques, il est pertinent d'introduire en premier le montage typique de résonance paramagnétique. Il existe plusieurs façons d'étudier la résonance paramagnétique ; dans le présent mémoire, la méthode utilisée fait appel à une cavité résonante en réflexion. Un schéma du montage minimal nécessaire pour cette mesure est présenté à la figure 2.3 ; des versions plus complètes du montage sont présentées plus loin aux figures 2.9 et 2.11. Une photo du montage minimal est présentée à l'annexe A.

La première partie du montage consiste en un générateur de signal RF. Un signal est envoyé dans un guide d'ondes vers un circulateur, qui oriente le signal vers un résonateur dans lequel se retrouve l'échantillon paramagnétique. Le résonateur peut être, par exemple, une cavité métallique dont la fréquence de résonance est dans les GHz.

Le résonateur est placé dans l'entrefer d'un électroaimant qui génère un champ magnétique DC connu et contrôlé (B_0). On peut placer une sonde à effet Hall entre les pôles de l'aimant pour mesurer B_0 .

Une partie du signal RF est reflétée par le résonateur. Le coefficient de réflexion S_{11} permet de décrire la proportion du signal réfléchi, et sa valeur varie pendant la résonance. Plusieurs

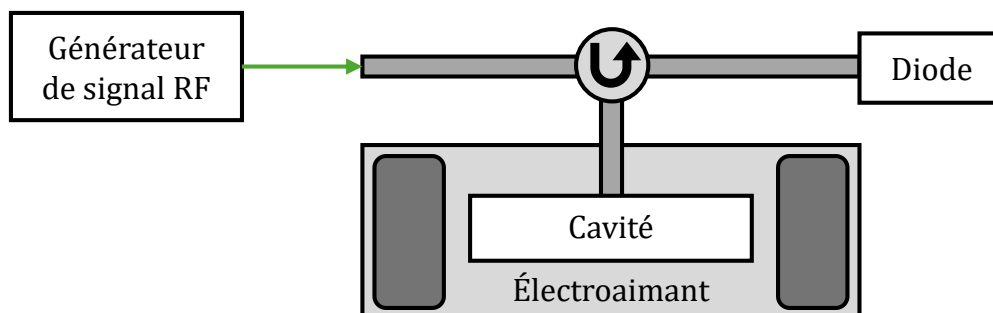


FIGURE 2.3 **Schéma d'un montage minimal de mesure RPE (ou RFM) en réflexion avec une cavité résonante.** Des guides d'ondes rectangulaires WR90 relient le circulateur, la cavité et la diode. Un câble SMA (connexion verte) transmet le signal RF du générateur de signal aux guides d'ondes.

facteurs font varier ce coefficient, entre autres des valeurs intrinsèques à l'échantillon placé dans la cavité; ces caractéristiques seront explorées davantage dans les prochaines sous-sections. Le coefficient de réflexion du signal incident, dont la fréquence correspond à la fréquence de résonance de la cavité, atteint un maximum lorsque le champ B_0 correspond au champ de résonance.

La portion du signal réfléchi est réorientée, grâce au circulateur, vers une diode. La diode agit comme un "détecteur d'enveloppe"; la diode produit une tension proportionnelle à l'amplitude du champ électrique qu'elle perçoit, ce qui est équivalent à une tension proportionnelle à la racine de la puissance du signal. Ainsi, en mesurant la tension dans la diode, on peut repérer la résonance paramagnétique par l'atteinte d'un maximum de tension. Un exemple d'une telle mesure est présenté à la figure 2.4. Il est à noter que la diode utilisée donne une tension négative; le module de la tension atteint un maximum à la résonance.

Pour tracer le pic de résonance, un balayage en champ magnétique est nécessaire pour un montage qui exploite un résonateur. Cependant, d'autres types de montage sans résonateur proposent de faire un balayage de fréquence, tout en maintenant un champ magnétique externe constant. Ces méthodes de mesure RFM et RPE ne sont pas explorées dans le présent mémoire.

Les prochaines sous-sections présentent les principaux phénomènes derrière chaque sous-section du montage, plus particulièrement en ce qui a trait au coefficient de réflexion S_{11} .

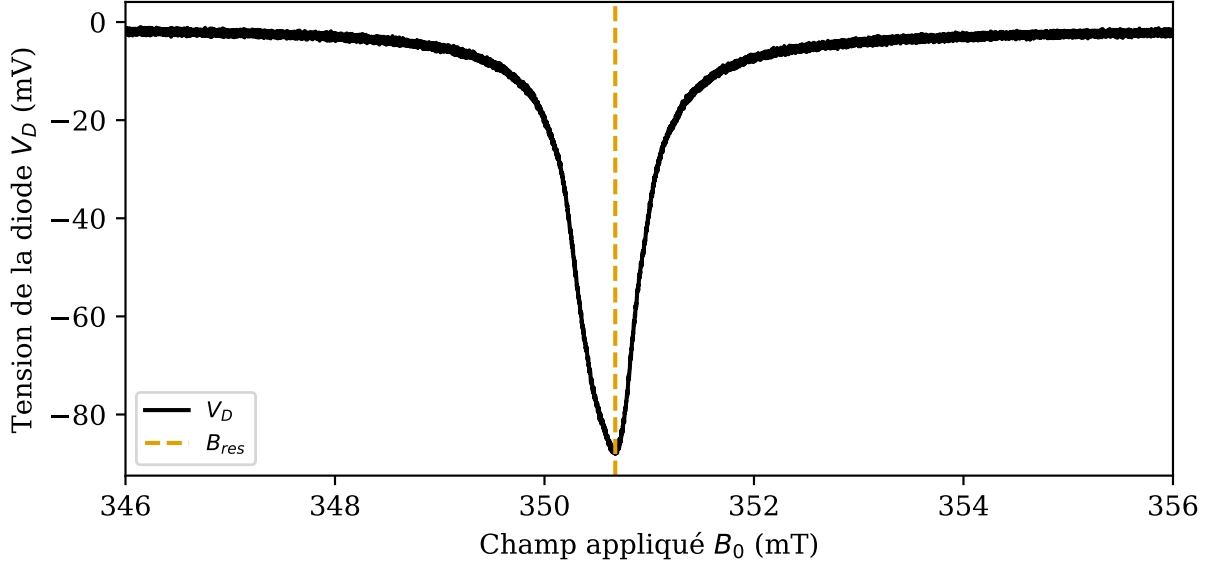


FIGURE 2.4 **Mesure RPE réalisée avec une cavité résonante en réflexion.** L'échantillon paramagnétique utilisé est du DPPH. On remarque que la tension de la diode, notée V_D , varie en fonction du champ appliqué B_0 , et qu'un maximum de signal est atteint à la résonance ($B_0 = B_{res}$).

2.2.2 Coefficient de réflexion

Le signal incident, généré par un générateur de signal, est réfléchi une fois arrivé au résonateur contenant un échantillon magnétique. La puissance du signal réfléchi, P_r , peut être exprimée ainsi :

$$P_r = P_0 |S_{11}|^2, \quad (2.20)$$

où P_0 est la puissance du signal incident et S_{11} est le coefficient de réflexion du signal. Ce coefficient dépend de plusieurs propriétés de l'échantillon, et explique pourquoi l'analyse du signal d'un tel montage permet d'étudier ces caractéristiques.

Afin de connaître l'expression de S_{11} , on peut modéliser le circuit de résonance comme le circuit RLC illustré à la figure 2.5. Cet exemple de modélisation est tiré du manuel *Passive microwave device applications of high-temperature superconductors* de Lancaster [22].

La cavité, modélisée par une impédance Z , peut être décomposée en un circuit RLC en série. Le reste du montage (la source micro-ondes, les guides d'ondes, etc.) est modélisé par une impédance Z_0 . Le couplage entre la cavité et le reste du montage est modélisé par un transformateur. Le facteur n_1 permet de décrire le transfert d'énergie entre les deux parties. Si on modélise le transformateur en deux bobines A et B, le courant qui traverse A

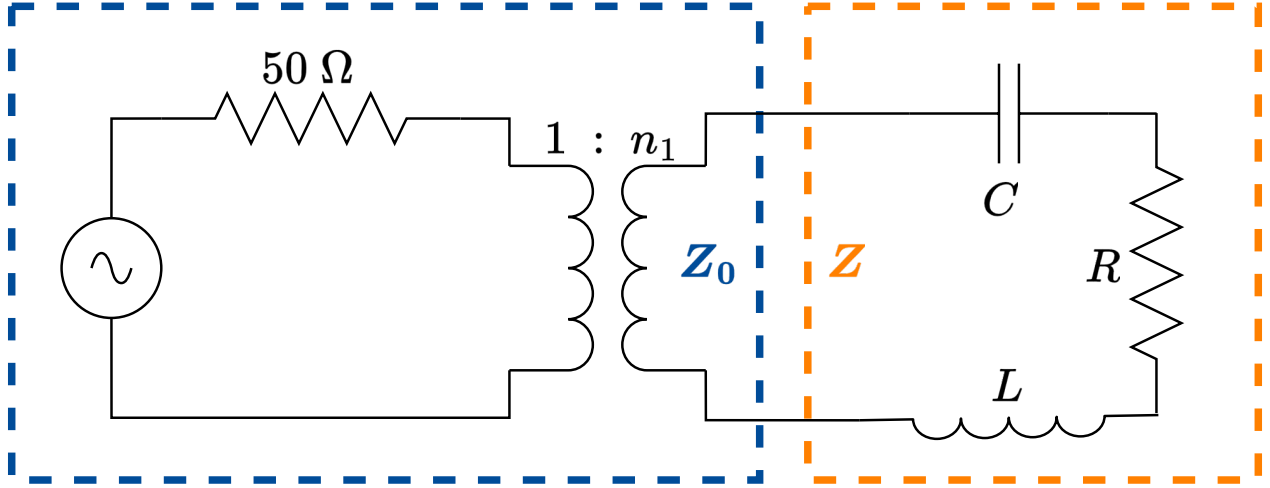


FIGURE 2.5 **Circuit RLC équivalent à un résonateur.** La cavité est représentée par R , L et C qui forment l'impédance Z , tandis que le reste du circuit est modélisé par Z_0 . Figure inspirée des explications de la référence [22].

cause un champ magnétique. Ce champ magnétique induit une tension dans la bobine B, et conséquemment, un courant électrique. Le ratio du nombre de tours entre les bobines A et B décrit l'efficacité du transfert d'énergie ; cette valeur est ici modélisée comme n_1 .

De manière générale, le coefficient de réflexion peut être décrit ainsi :

$$S_{11} = \frac{Z/n_1^2 - Z_0}{Z/n_1^2 + Z_0} , \quad (2.21)$$

où Z et Z_0 sont respectivement les impédances du résonateur (de la cavité) et du reste des composantes du circuit, par exemple les guides d'ondes. L'impédance de la cavité, en tenant compte des composantes R , L et C en série, peut être décrite ainsi :

$$Z = R + i\omega_0 L + \frac{1}{i\omega_0 C} , \quad (2.22)$$

où R est la résistance, L l'inductance, C la capacité et ω_0 la fréquence du signal envoyé par la source [22]. On peut remanier la dernière équation en lui donnant la forme suivante :

$$Z = R \left[1 - iQ_C \left(\frac{\omega_0}{\omega_C} - \frac{\omega_C}{\omega_0} \right) \right] . \quad (2.23)$$

Dans la dernière équation, on a posé $Q_C = \omega_0 L/R$, un facteur de qualité associé au résonateur et à son contenu, et $\omega_C = 1/\sqrt{LC}$, la fréquence de résonance du résonateur [22]. Il est important de noter que ces équations sont valides uniquement lorsque la fréquence du signal

incident ω_0 s'approche de la fréquence de résonance ω_C .

En substituant (2.23) dans (2.21), l'équation du coefficient de réflexion de la cavité contenant un échantillon magnétique est la suivante :

$$S_{11} = \frac{1 - \beta + iQ_C \left(\frac{\omega_0}{\omega_c} - \frac{\omega_c}{\omega_0} \right)}{1 + \beta + iQ_C \left(\frac{\omega_0}{\omega_c} - \frac{\omega_c}{\omega_0} \right)} , \quad (2.24)$$

où $\beta = n_1^2 Z_0 / R$ est le coefficient de couplage entre la cavité et le guide d'ondes, Q_C est le facteur de qualité de la cavité dans laquelle se retrouve l'échantillon magnétique, ω_0 est la fréquence du signal RF incident et ω_c est la fréquence de résonance de la cavité dans laquelle se trouve l'échantillon magnétique. Toutes ces valeurs sont détaillées dans les prochaines sections.

2.2.3 Coefficient de couplage

Le coefficient de couplage β introduit ci-dessus permet de quantifier l'efficacité du transfert d'énergie entre la cavité et le reste du circuit. En effet, pour qu'un signal passe d'un guide d'ondes à une cavité résonnante, cette dernière doit avoir un iris de couplage. Cet iris est accompagné d'une vis, qui permet d'ajuster finement l'impédance de la cavité, de façon à obtenir une adaptation d'impédance parfaite entre Z et Z_0 , soit un couplage critique.

Afin d'exprimer β avec des grandeurs pouvant facilement être mesurées de manière expérimentale, on reformule cette grandeur de la manière suivante :

$$\beta = \beta_\infty \frac{Q_C}{Q_\infty} , \quad (2.25)$$

où β_∞ décrit le couplage à champ élevé, Q_C est le facteur de qualité de la cavité dans laquelle se retrouve l'échantillon magnétique, et où Q_∞ est la valeur vers laquelle Q_C tend à champ élevé. Le couplage est critique lorsque $\beta_\infty = 1$.

2.2.4 Facteur de qualité de la cavité

Pour une cavité vide, le facteur de qualité est une constante indépendante du champ magnétique. Celui-ci est alors affecté par les pertes par courants de Foucault dans les parois de la cavité, ou encore par la forme de cette dernière. En général, le facteur de qualité d'une cavité vide, noté Q_0 , peut être défini par l'équation suivante :

$$Q_0 \approx \frac{V_C}{\delta A_C} , \quad (2.26)$$

où V_C est le volume de la cavité, δ est la profondeur de peau du matériau qui constitue les murs de la cavité, et A_C est l'aire de la surface interne de la cavité [23]. Comme la profondeur de peau d'un matériau est inversement proportionnelle à sa conductivité, on note que les cavités composées de matériaux très conducteurs ont un meilleur facteur de qualité [24].

Lorsqu'un échantillon magnétique est logé dans la cavité, l'échantillon affecte la réponse de la cavité. Tout d'abord, il existe une réponse magnétique qui prend de l'ampleur en s'approchant de la résonance de la cavité chargée, et puis une réponse diélectrique constante pour toute valeur de champ magnétique. Le facteur de qualité Q_C représente alors la cavité et l'échantillon magnétique contenu à l'intérieur, et peut être défini comme suit :

$$Q_C = \left(\frac{1}{Q_\infty} + \frac{1}{Q_{ech}} \right)^{-1}, \quad (2.27)$$

où Q_∞ est le facteur de qualité de la cavité chargée loin de la résonance, et où Q_{ech} est le facteur de qualité associé à la réponse magnétique de l'échantillon.

Le facteur de qualité Q_C va tendre vers Q_∞ si le champ magnétique est très différent du champ de résonance magnétique, car $1/Q_{ech}$ tend vers zéro pour $B_0 \gg B_{res}$. Q_∞ est constant pour tout champ magnétique, et considère les pertes associées à la cavité vide ainsi que les pertes diélectriques de l'échantillon et du porte-échantillon.

Le facteur de qualité de l'échantillon, noté Q_{ech} , est une grandeur qui décrit les propriétés magnétiques de l'échantillon, et qui varie en fonction du champ magnétique. À l'aide de la théorie des perturbations, on peut montrer que [25] :

$$Q_{ech} = \frac{1}{\eta \chi''}, \quad (2.28)$$

où χ'' est la partie imaginaire de la susceptibilité magnétique de l'échantillon, tel que décrit par l'équation (2.37), et η est le facteur de remplissage.

2.2.5 Facteur de remplissage

Le facteur de remplissage est une grandeur adimensionnelle qui permet de décrire le couplage entre le mode électromagnétique d'une cavité résonante et la résonance de l'échantillon magnétique placé à l'intérieur. Le facteur de remplissage η peut être calculé de la manière suivante [26] :

$$\eta = \frac{\int_{ech} B_{ac}^2 dV}{\int_{cav} B_{ac}^2 dV}. \quad (2.29)$$

C'est le ratio entre l'intégrale du champ magnétique alternatif sur le volume de l'échantillon et celle sur le volume de la cavité.

Dans le cas d'un échantillon très petit, dont le volume est nettement inférieur à celui de la cavité, il est possible d'approximer B_{ac} comme étant identique au champ magnétique de la cavité vide. Dans ce cas, l'expression du champ est connue et il est facile de calculer η à partir de facteurs géométriques seulement. Le terme "facteur de remplissage" provient du fait que l'approximation de η est proportionnelle au ratio V_{ech}/V_c , soit le rapport des volumes de l'échantillon et de la cavité.

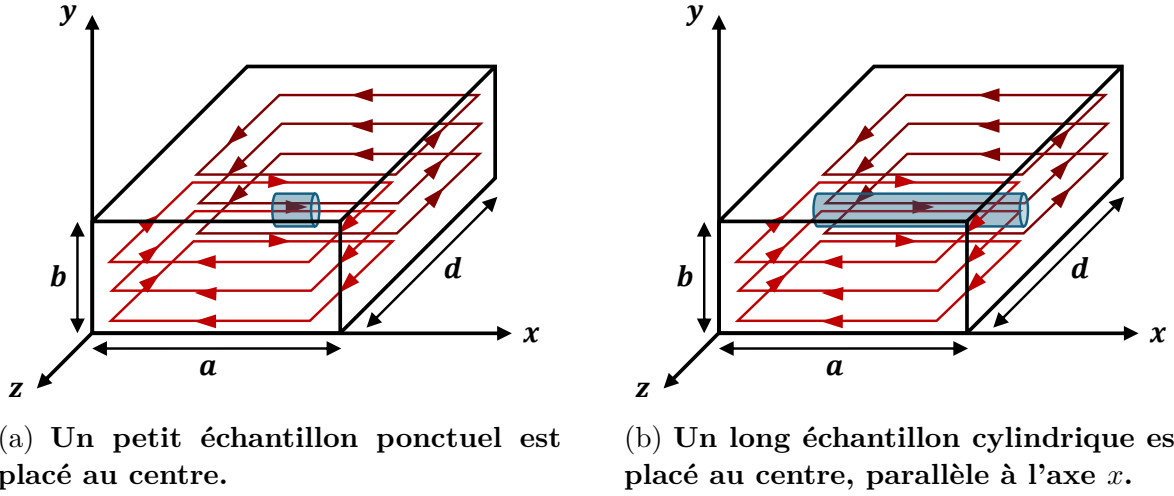


FIGURE 2.6 Cavité en mode TE_{102} . L'échantillon est en bleu, et les lignes de champ magnétique sont en rouge.

Pour une cavité rectangulaire dans le mode TE_{102} , les lignes de champ illustrées à la figure 2.6 peuvent être modélisées ainsi [26] :

$$b_x = \frac{b_0}{\sqrt{1 + (d/2a)^2}} \sin \frac{\pi x}{a} \cos \frac{2\pi z}{d}, \quad (2.30)$$

$$b_y = 0 \quad \text{et} \quad (2.31)$$

$$b_z = \frac{b_0}{\sqrt{1 + (2a/d)^2}} \cos \frac{\pi x}{a} \sin \frac{2\pi z}{d}. \quad (2.32)$$

où b_0 est l'amplitude du champ magnétique à l'intérieur de la cavité, et a et d sont les dimensions de la cavité dans les axes x et z , respectivement. Pour calculer η , on utilise donc $B_{ac}^2 = b_x^2 + b_z^2$.

Pour un échantillon ponctuel au centre de la cavité (voir figure 2.6a), l'expression du facteur

de remplissage se simplifie et prend la forme suivante [26] :

$$\eta = \frac{4}{1 + \left(\frac{d}{2a}\right)^2} \frac{V_{ech}}{V_c}, \quad (2.33)$$

où a est la largeur de la cavité (selon l'axe x), d est la longueur de la cavité (selon l'axe z), V_{ech} est le volume de l'échantillon et V_c est le volume de la cavité.

Pour un échantillon cylindrique longitudinal parallèle à l'axe x de la cavité et de longueur a (voir figure 2.6b), si $2a = d$, l'expression du facteur de remplissage peut être simplifiée comme suit [26] :

$$\eta = \frac{V_{ech}}{V_c}, \quad (2.34)$$

où V_{ech} est le volume de l'échantillon et V_c est le volume de la cavité.

2.2.6 Fréquences impliquées dans le coefficient de réflexion

La variable $\omega = 2\pi f$ représente la fréquence angulaire au sens large. Plusieurs fréquences spécifiques sont impliquées dans le calcul de S_{11} ; elles seront présentées dans les prochaines sections.

Fréquence de résonance de la cavité

La fréquence de résonance de la cavité est modifiée par la présence d'un échantillon magnétique et varie en fonction du champ magnétique. En exploitant la théorie des perturbations, soit en admettant que l'échantillon magnétique n'affecte que très peu les lignes de champ magnétique à l'intérieur de la cavité, l'expression de la fréquence de résonance de la cavité est [20] :

$$\omega_c = \omega_\infty + \delta\omega = \omega_\infty \left(1 - \frac{\eta\chi'}{2}\right), \quad (2.35)$$

où ω_∞ est la fréquence de résonance de la cavité lorsque le champ magnétique est loin du champ de résonance et $\delta\omega$ est la variation de la fréquence de résonance en fonction du champ magnétique. Cette variation peut être exprimée avec les grandeurs η , le facteur de remplissage de l'échantillon dans la cavité, et χ' , la partie réelle de la susceptibilité magnétique de l'échantillon. Il est possible d'illustrer cette relation en fonction du champ appliqué, tel que présenté à la figure 2.7.

Lorsque le champ magnétique est très loin du champ de résonance, la fréquence de résonance de la cavité tend vers ω_∞ . Lorsque le champ magnétique est exactement à la valeur du champ

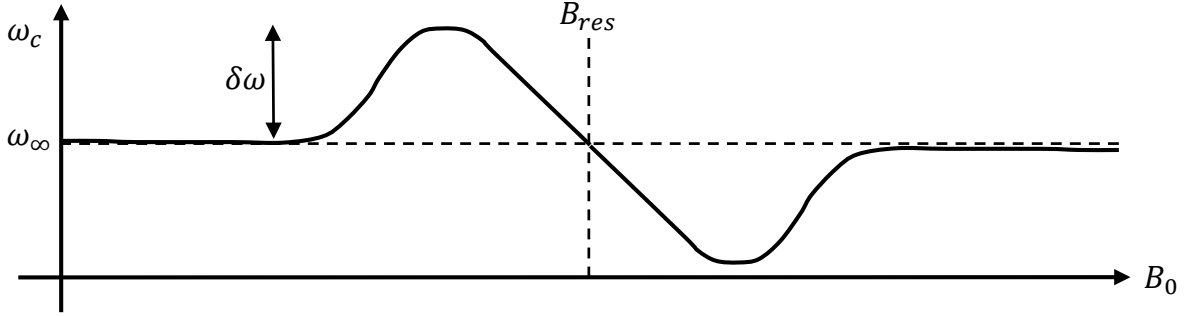


FIGURE 2.7 **Fréquence de résonance de la cavité en fonction du champ magnétique.** Les autres fréquences impliquées dans le calcul sont présentées dans le schéma, comme ω_∞ et $\delta\omega$.

de résonance, on a également $\omega_c = \omega_\infty$ exactement.

Fréquence du signal incident

La fréquence envoyée par la source est notée ω_0 . Il est possible de faire une mesure RPE en ajustant manuellement la source de sorte à envoyer un signal à une fréquence $\omega_0 = \omega_\infty$. Plus tard, une méthode de modulation en fréquence sera présentée et permettra de voir comment il est possible de verrouiller la fréquence incidente sur $\omega_0 = \omega_c$, soit une fréquence qui est ajustée en temps réel pour correspondre à la fréquence de résonance exacte de la cavité.

2.2.7 Susceptibilité magnétique

La susceptibilité magnétique est la principale grandeur d'intérêt lors des mesures RFM et RPE. Dans le cadre d'une telle mesure, étant donné que le champ alternatif appliqué est seulement dans une seule direction (par exemple, seulement en x), c'est plus particulièrement la susceptibilité effective donnée à l'équation (2.17) qu'il faut considérer. Pour le reste du mémoire, la notation χ sera alors utilisée pour désigner cette susceptibilité effective.

Dans le cas où l'amortissement est très faible ($\alpha \ll 1$) et que la fréquence du signal micro-onde se rapproche de la fréquence de résonance de la cavité ($\omega_0 \approx \omega_c$), il est possible de simplifier les expressions, et $\chi \approx \chi_a$. En ce qui a trait à l'expression de la partie réelle de la susceptibilité effective, elle peut être réécrite dans la forme suivante (preuve fournie en annexe B) :

$$\chi' = \frac{4J_M(B_0 - B_{res})}{4(B_0 - B_{res})^2 + (\Delta B)^2}, \quad (2.36)$$

où J_M est l'aimantation présentée en unités de champ magnétique (T), B_0 est le champ

appliqué, B_{res} est le champ de résonance et ΔB est la largeur de résonance en unités de champ magnétique (T).

L'expression de la partie imaginaire de la susceptibilité effective peut être réécrite dans la forme suivante (preuve fournie en annexe C) :

$$\chi'' = \frac{2J_M \Delta B}{4(B_0 - B_{res})^2 + (\Delta B)^2} , \quad (2.37)$$

avec une notation similaire à celle de l'équation (2.36). Il est à noter qu'on utilise la convention selon laquelle ΔB représente la pleine largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic formé par la partie imaginaire de la susceptibilité magnétique effective.

Ces équations sont valables autant pour les matériaux ferromagnétiques que paramagnétiques. Par contre, les ordres de grandeur vont varier en fonction de la nature du matériau ; la susceptibilité des ferromagnétiques est plus grande de plusieurs ordres de grandeur. Pour un matériau ferromagnétique, on utilise $J_s = \mu_0 M_s$, soit l'aimantation à saturation, tandis que $J_M = \mu_0 M = \chi_0 B_0$ convient pour un paramagnétique, avec χ_0 comme susceptibilité effective DC.

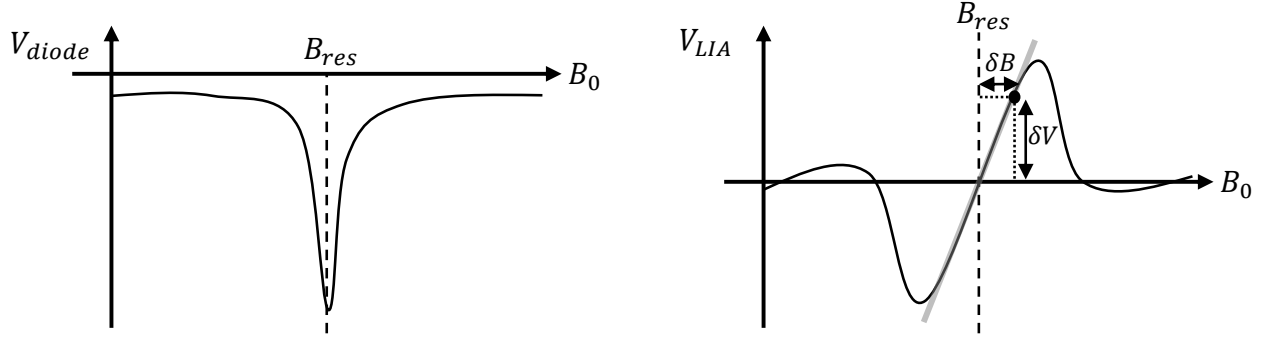
2.3 Fonctionnement d'un capteur RPE

Lors d'une mesure RPE avec un champ magnétique externe connu, l'analyse de la tension aux bornes de la diode permet de trouver de l'information par rapport à l'échantillon paramagnétique placé au centre de la cavité. Dans le cadre du présent projet, le capteur magnétique utilise le même principe, mais avec un échantillon connu et optimisé afin de maximiser la sensibilité du capteur ; l'étude de la variation de la tension aux bornes de la diode permet d'obtenir de l'information sur le champ magnétique externe.

2.3.1 Fonctionnement général du capteur magnétique RPE

Prenons un capteur RPE, dans un environnement sans champ magnétique externe à détecter. Dans son état de base, le résonateur contenant un échantillon paramagnétique doit être exactement dans un état de résonance ; un signal RF est donc envoyé dans le résonateur à la fréquence de résonance, et un champ magnétique externe $B_0 = B_{res}$ est appliqué sur le résonateur. La tension aux bornes de la diode serait alors à un extremum, par exemple à la pointe du pic de tension illustré à la figure 2.8a

Prenons maintenant la dérivée de ce signal en fonction du champ magnétique, tel qu'illustré à la figure 2.8b. Une telle mesure peut être obtenue en ajoutant une modulation en amplitude



(a) **Tension aux bornes de la diode en fonction du champ magnétique externe.** La pointe du pic correspond à la résonance.

(b) **Mesure proportionnelle à la dérivée de la tension aux bornes de la diode en fonction du champ magnétique externe.** On remarque un comportement linéaire entre le point minimal et le point maximal de la tension. Cette mesure peut être obtenue à l'aide d'un Lock-In Amplifier (LIA).

FIGURE 2.8 **Fonctionnement de base d'une mesure de résonance paramagnétique.**

du champ magnétique, et en effectuant la détection du signal synchrone à la fréquence de cette modulation avec un *Lock-In Amplifier* (LIA) ; ce type de mesure sera approfondi plus loin. Pour le moment, on peut se contenter d'affirmer que c'est un appareil qui fournit une tension proportionnelle à la dérivée d'un autre signal, ici par rapport au champ magnétique. Si le montage est exactement à la résonance, la dérivée sera nulle, et donc la tension de sortie du LIA sera nulle.

Maintenant, admettons que le capteur est placé dans un environnement avec un faible champ magnétique δB ; le champ total appliqué sur le résonateur devient $B_0 = B_{res} + \delta B$, où $\delta B \ll B_{res}$. Ce champ magnétique légèrement différent viendra altérer la tension mesurée aux bornes de la diode, ainsi que sa dérivée qui sera alors non-nulle ; le LIA aura également une tension de sortie non-nulle. Si les propriétés de l'échantillon paramagnétique sont bien connues, il sera alors possible d'associer la variation de tension δV du LIA à une variation de champ magnétique δB . Il s'agit alors du principe de base du magnétomètre RPE ; on peut retracer une variation de champ magnétique δB à partir d'une variation de tension.

L'équation de base derrière le fonctionnement d'un tel magnétomètre est la suivante :

$$V_{LIA} \propto \left. \frac{dV_{diode}}{dB_0} \right|_{B_0=B_{res}+\delta B} \quad \delta B \propto S_M \times \delta V, \quad (2.38)$$

où S_M est la sensibilité du magnétomètre ; son expression analytique sera modélisée au cha-

être placée dans l'entrefer de l'aimant afin d'avoir une lecture du champ magnétique DC. Le signal micro-onde est reflété par la cavité, selon le coefficient de réflexion S_{11} , et est réorienté vers la diode grâce au circulateur.

Le signal de la diode entre ensuite dans un premier LIA, noté LIA B dans la figure. Ce LIA a pour but de corriger, au besoin, la fréquence du signal micro-ondes envoyée par le PSG de sorte que la fréquence incidente demeure égale à la fréquence de résonance.

2.3.3 Modulation en fréquence

La modulation en fréquence est une technique souvent utilisée pour les mesures RPE afin d'avoir un maximum de sensibilité. Elle est associée au *Automatic Frequency Control* (AFC), soit le verrouillage automatique en fréquence. Ceci permet d'ajuster en temps réel la fréquence envoyée par la source, afin de toujours être égale à la fréquence de résonance de la cavité qui varie pendant le balayage de champ magnétique.

Si la modulation de la fréquence n'est pas activée, le verrouillage en fréquence n'est pas possible ; la fréquence incidente du signal ω_0 est alors habituellement choisie comme la fréquence de résonance de la cavité pour $B_0 \gg B_{res}$, notée ω_∞ , et demeure constante durant toute la mesure.

Si la modulation en fréquence est activée, la fréquence incidente va varier selon une forme sinusoïdale ; la fréquence de ce balayage est notée ω_{AFC} . La profondeur de modulation, soit l'amplitude en Hz (ou rad/s) de la variation de la fréquence, notée $\Delta\omega_{AFC}$, peut être ajustée sur le PSG. Si la réelle fréquence de résonance de la cavité se trouve dans cette plage de balayage, le LIA peut détecter cette fréquence et ajuster la fréquence incidente du PSG en conséquence. La fréquence du signal incident peut être exprimée par l'équation suivante :

$$\omega_0 = \omega_c + \underbrace{\Delta\omega_{AFC} \sin(\omega_{AFC} t)}_{\text{terme de modulation}}, \quad (2.39)$$

où ω_c est la fréquence de résonance de la cavité, et où t est le temps en secondes.

L'utilisation de la modulation en fréquence, accompagnée du verrouillage en fréquence, permet d'avoir un maximum de sensibilité. En effet, on remarque que le pic de tension aux bornes de la diode est plus étroit lorsque la modulation en fréquence est activée. La figure 2.10 présente un exemple de mesure préliminaire qui démontre l'efficacité de la technique.

De plus, la fréquence de résonance d'une cavité peut aussi dériver lentement à travers le temps en raison de variations de température ; la dilatation thermique de la cavité alterne ses dimensions, et sa fréquence de résonance par le fait même. Par exemple, pour une cavité

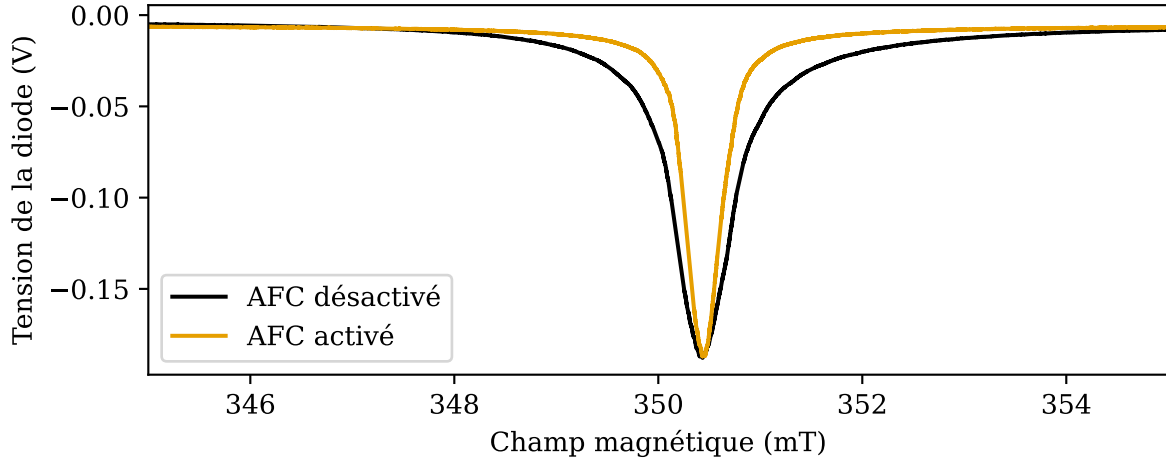


FIGURE 2.10 Effet du verrouillage en fréquence (AFC, *Automatic Frequency Control*) sur la tension aux bornes de la diode. La mesure avec modulation a été effectuée avec une amplitude de modulation en fréquence de $\Delta\omega_{AFC} = 80$ kHz, et à une fréquence de modulation $\omega_{AFC} \approx 100$ kHz.

métallique rectangulaire d'un volume d'environ 9 cm^3 , une variation de température de 1°C fait varier la fréquence de résonance de la cavité de 100 kHz. Le verrouillage en fréquence permet alors de compenser cette variation de fréquence.

2.3.4 Modulation du champ magnétique

Il faut apporter des modifications au montage en ajoutant un second LIA afin de linéariser le signal en fonction du champ magnétique ; le schéma d'un tel montage est présenté à la figure 2.11.

Le signal de référence utilisé par le LIA A est envoyé vers des bobines de modulation intégrées à la cavité. La fréquence de ce signal est notée ω_{mod} . Ces bobines vont produire un champ magnétique alternatif d'amplitude B_{mod} . Ceci fait en sorte qu'en plus du champ magnétique DC généré par les électroaimants, l'échantillon dans la cavité est aussi affecté par un champ alternatif de faible amplitude ; lorsque le signal de la diode est traité par le LIA, on a alors un signal proportionnel à la dérivée de la tension des diodes. La figure 2.12 illustre graphiquement ce fait.

En effet, si on est du côté “ascendant” du pic, une petite variation de champ magnétique entraînera une oscillation en phase de la tension à la même fréquence ; le LIA donnera une tension positive (ΔV_3 sur la figure 2.12). Au contraire, si on est du côté “descendant” du pic, une petite variation de champ magnétique entraînera une oscillation déphasée de 180° de la tension à la même fréquence ; la tension du LIA sera négative (ΔV_1 sur la figure). Si

2.4 Figures de mérite d'un capteur magnétique

Afin d'évaluer la performance d'un capteur RPE basé sur le montage modulé en amplitude, trois figures de mérite sont utilisées : la sensibilité, le bruit et le bruit magnétique équivalent.

La sensibilité, en unités de V/T , se définit par le ratio entre le signal perçu et le champ magnétique à mesurer qui a été détecté. Par exemple, si un capteur détecte un champ magnétique de $10 \mu T$ en produisant une tension de $5 mV$ (dans le cas présent, la tension de sortie du LIA), la sensibilité du capteur serait de $500 V/T$. Cette sensibilité correspond également à la dérivée de la tension sortant de LIA en fonction du champ magnétique, pour $B_0 = B_{res}$. Plus la sensibilité du capteur est élevée, plus le capteur est performant.

Le niveau de bruit, normalement donné en unités de $V/Hz^{1/2}$, peut être calculé de différentes manières ; ces méthodes seront explorées dans le chapitre 5. Un capteur performant a normalement un très faible niveau de bruit. Une notion de temps est incluse dans le bruit par la présence de Hz dans les unités ; en effet, le bruit peut être réduit en effectuant une mesure plus longue (et avec plus de points).

Finalement, la troisième figure de mérite est le bruit magnétique équivalent ; cette grandeur est en $T/Hz^{1/2}$. Il s'agit du ratio entre le bruit et la sensibilité du capteur. Le bruit magnétique équivalent représente le plus petit champ magnétique qui peut se démarquer du bruit de l'appareil, et donc qui permet d'avoir un ratio signal sur bruit (SNR) supérieur ou égal à 1. Il s'agit de la figure de mérite la plus significative et complète afin d'évaluer la performance d'un capteur, car elle considère à la fois la sensibilité du capteur et sa capacité à limiter le bruit d'une mesure.

CHAPITRE 3 MODÉLISATION DE LA SENSIBILITÉ D'UN CAPTEUR MAGNÉTIQUE RPE

Dans ce chapitre, la sensibilité d'un capteur magnétique est modélisée à partir des phénomènes physiques présentés au chapitre 2. Les principales grandeurs physiques utilisées afin de modéliser le coefficient de réflexion d'une cavité résonante en réflexion ainsi que leurs dépendances sont présentées à la figure 3.1. Les valeurs numériques des paramètres constants (en bleu sur le schéma) sont données au tableau 3.1. La modélisation se fait sur une plage de champ magnétique appliqué B_0 entre 345 et 355 mT.

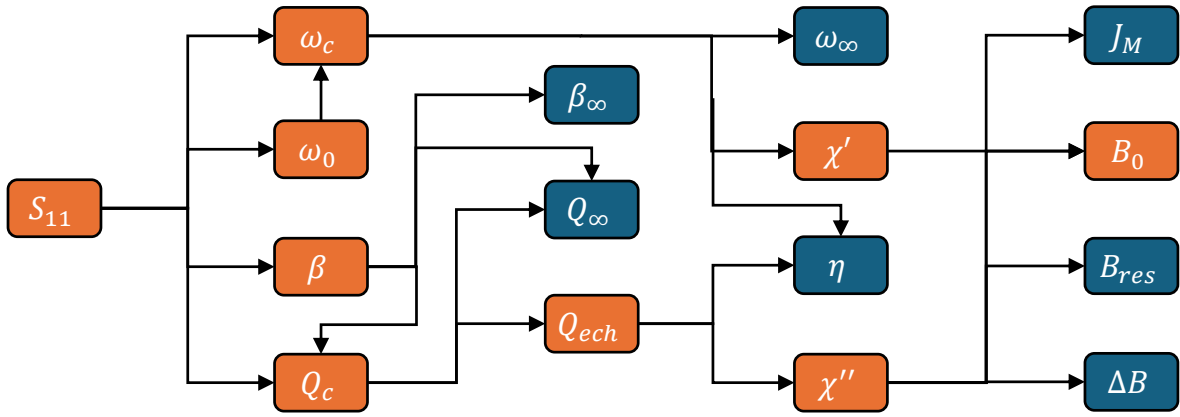


FIGURE 3.1 Schéma des grandeurs physiques d'intérêt pour la modélisation du coefficient de réflexion lors d'une mesure RPE. Les variables de couleur orange dépendent du champ magnétique B_0 , tandis que les variables bleues sont indépendantes du champ magnétique B_0 .

TABEAU 3.1 Valeurs numériques utilisées pour modéliser une mesure RPE. Le calcul de ces valeurs numériques sera détaillé au chapitre 4.

Paramètre	Valeur numérique utilisée
J_M	20.7 μT
B_{res}	350.5 mT
ΔB	385.7 μT
$\omega_\infty/2\pi$	9.776 GHz
η	9.965×10^{-4}
Q_∞	7540
β_∞	0.9804

La modélisation se base sur la résonance paramagnétique du 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl, communément appelé DPPH. Il s'agit d'un radical libre, soit un matériau possédant un électron non-apparié; il est paramagnétique. C'est un matériau couramment utilisé comme standard en spectroscopie RPE afin de caractériser les densités de spins et les ratios gyromagnétiques de matériaux inconnus, en raison de sa stabilité chimique et de son étroite largeur de résonance [27]. La structure moléculaire du DPPH est présentée à la figure 3.2. La masse

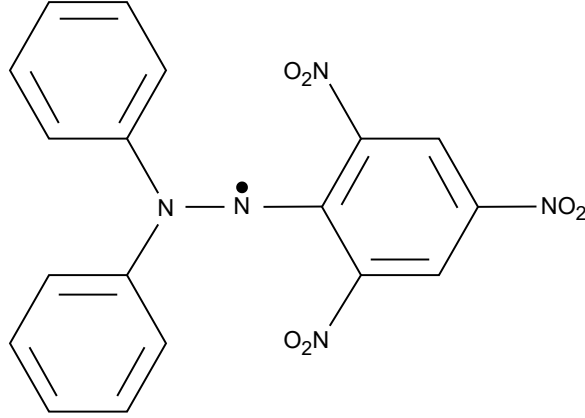


FIGURE 3.2 **Structure moléculaire du DPPH.** Pour chaque molécule, il y a un électron libre lié à un atome d'azote au centre; c'est la source du paramagnétisme du matériau.

molaire du DPPH est de 384.33 g/mol, et sa masse volumique est de 1.484 g/cm³ [28]. La susceptibilité DC du DPPH est d'environ $\chi_0 = 5.91 \times 10^{-5}$; le calcul de cette valeur sera présenté au chapitre 4.

3.1 Modélisation du comportement intrinsèque du capteur

L'objectif de cette section est de modéliser les grandeurs physiques intrinsèques à la résonance paramagnétique en fonction du champ magnétique.

3.1.1 Susceptibilité magnétique

La susceptibilité magnétique effective χ , décrite par les équations (2.36) et (2.37) du chapitre 2, fait appel à l'aimantation J_M , à la largeur de résonance ΔB et au champ de résonance B_{res} :

$$\chi' = \frac{4J_M(B_0 - B_{res})}{4(B_0 - B_{res})^2 + (\Delta B)^2} , \quad (2.36)$$

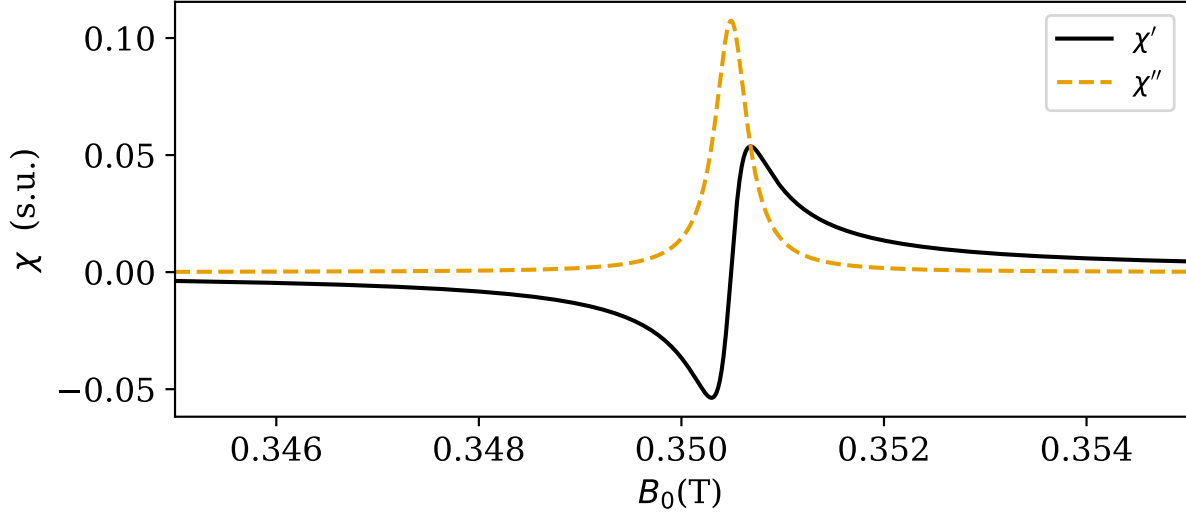


FIGURE 3.3 **Modélisation de la susceptibilité magnétique effective ($\chi = \chi' + i\chi''$) en fonction du champ magnétique appliqué.** Une aimantation de $J_M = 20.7 \mu\text{T}$, une largeur de résonance $\Delta B = 385.7 \mu\text{T}$ et un champ de résonance $B_{res} = 350.5 \text{ mT}$ ont été considérés. La susceptibilité est simulée pour un signal RF incident à environ 9.766 GHz.

et

$$\chi'' = \frac{2J_M\Delta B}{4(B_0 - B_{res})^2 + (\Delta B)^2} . \quad (2.37)$$

En utilisant les valeurs associées au DPPH présentées dans le tableau 3.1, il est possible de modéliser la susceptibilité magnétique du DPPH en fonction du champ magnétique tel que présenté à la figure 3.3.

3.1.2 Facteur de remplissage

L'échantillon paramagnétique utilisé, le DPPH, est sous forme de poudre. Une très petite quantité est utilisée, soit $(6.4 \pm 0.1) \text{ mg}$, et est placée au centre de la cavité. Une cavité rectangulaire est modélisée; ses dimensions sont $a = 22.86 \text{ mm}$, $d = 41.30 \text{ mm}$ et $b = 10.16 \text{ mm}$ pour la largeur, longueur et hauteur de celle-ci. Ceci correspond aux dimensions d'une cavité rectangulaire de la marque Bruker de modèle *ER 4102ST*, adaptée aux fréquences de la bande X [29]; cette cavité sera utilisée plus tard dans les mesures expérimentales. Le mode de résonance de la cavité est TE_{102} ; la situation a été illustrée au chapitre 2 à la figure 2.6a. Comme une cavité rectangulaire en mode TE_{102} a été utilisée, et comme l'échantillon peut être modélisé comme un volume ponctuel, l'équation (2.33) est retenue pour l'expression du facteur de remplissage η :

$$\eta = \frac{4}{1 + \left(\frac{d}{2a}\right)^2} \frac{V_{ech}}{V_c} , \quad (2.33)$$

avec le volume de l'échantillon, noté V_{ech} , et le volume de la cavité V_c . Pour un échantillon de DPPH de (6.4 ± 0.1) mg, en considérant une densité massique de 1.484 g/cm^3 [28], on obtient un facteur de remplissage de $\eta = 9.965 \times 10^{-4}$ avec l'équation (2.33).

3.1.3 Facteur de qualité magnétique de l'échantillon

Tel que décrit par l'équation (2.28), le facteur de qualité magnétique de l'échantillon Q_{ech} dépend de la partie imaginaire de la susceptibilité magnétique et du facteur de remplissage η :

$$Q_{ech} = \frac{1}{\eta \chi''} . \quad (2.28)$$

3.1.4 Facteur de qualité de la cavité chargée

L'équation (2.27) décrit le facteur de qualité de la cavité chargée, Q_C , et fait appel au facteur de qualité de la cavité chargée quand $B_0 \gg B_{res}$, soit Q_∞ , ainsi que le facteur de qualité magnétique de l'échantillon Q_{ech} :

$$Q_C = \left(\frac{1}{Q_\infty} + \frac{1}{Q_{ech}} \right)^{-1} , \quad (2.27)$$

Une valeur de $Q_\infty = 7540$ a été calculée, et est utilisée dans le modèle; le calcul de cette valeur sera approfondi au chapitre 4.

3.1.5 Coefficient de couplage

La modélisation de β en fonction du champ magnétique est basée sur l'équation (2.25) :

$$\beta = \beta_\infty \frac{Q_C}{Q_\infty} , \quad (2.25)$$

On utilise $\beta_\infty = 0.9804$, une valeur qui correspond à un couplage presque critique à champ élevé, mais légèrement sous-couplé; le calcul de cette valeur sera approfondi au chapitre 4. La modélisation de β en fonction du champ magnétique est présentée à la figure 3.4.

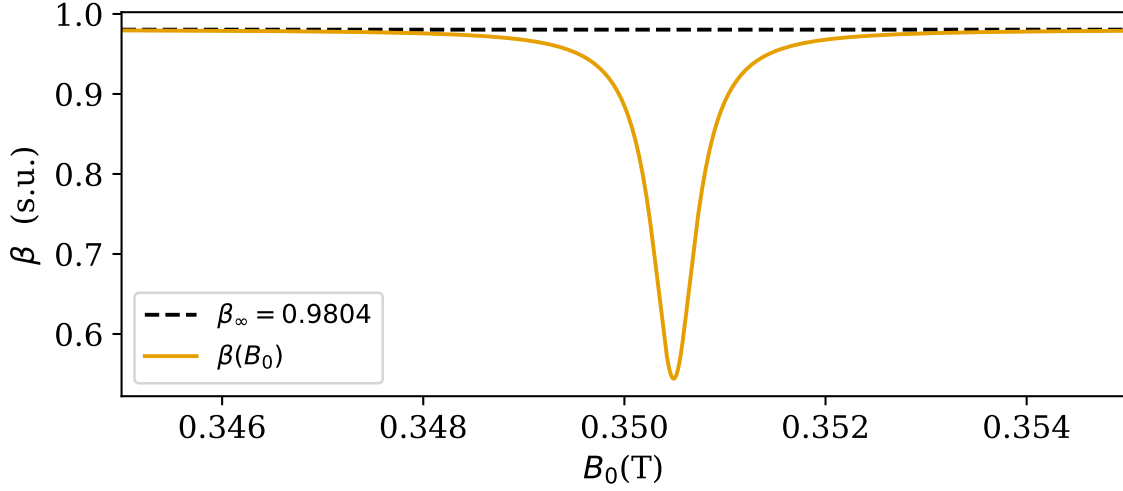


FIGURE 3.4 **Modélisation du coefficient de couplage en fonction du champ magnétique appliqué.** Un coefficient de couplage à champ élevé $\beta_\infty = 0.9804$ et un facteur de qualité à champ élevé $Q_\infty = 7540$ ont été utilisés.

3.1.6 Fréquence de résonance de la cavité

La fréquence de résonance de la cavité, notée ω_c , peut être exprimée sous la forme donnée par l'équation (2.35) :

$$\omega_c = \omega_\infty \left(1 - \frac{\eta\chi'}{2} \right), \quad (2.35)$$

où ω_∞ est la fréquence de résonance de la cavité à champ élevée. Dans le modèle, une valeur de $\omega_\infty/2\pi = 9.776$ GHz est utilisée. La fréquence de résonance exacte de la cavité peut alors être modélisée en fonction du champ magnétique, tel qu'illustré à la figure 3.5.

3.1.7 Fréquence incidente

À l'aide de la modulation en fréquence et du verrouillage en fréquence, la fréquence incidente du signal envoyé par le générateur de signal peut suivre la fréquence de résonance de la cavité.

Si la modulation en fréquence n'est pas activée, la fréquence incidente est habituellement posée à $\omega_0 = \omega_\infty$, soit la fréquence de résonance de la cavité pour $B_0 \gg B_{res}$. Si la modulation de la fréquence est activée ainsi que le verrouillage (AFC), la fréquence incidente du signal est donnée par l'équation (2.39) :

$$\omega_0 = \omega_c + \underbrace{\Delta\omega_{AFC} \sin(\omega_{AFC} t)}_{\text{terme de modulation}}, \quad (2.39)$$

avec une profondeur de modulation de $\Delta\omega_{AFC} = 20$ kHz et une fréquence de modulation de $\omega_{AFC} \approx 100$ kHz. Pour exprimer ω_0 en fonction du champ magnétique, on peut substituer $t = B_0/v_{balayage}$ dans (2.39), où $v_{balayage}$ est la vitesse de balayage du champ magnétique en T/s. Le modèle se base sur une mesure expérimentale avec une vitesse de balayage de 0.773 mT/s.

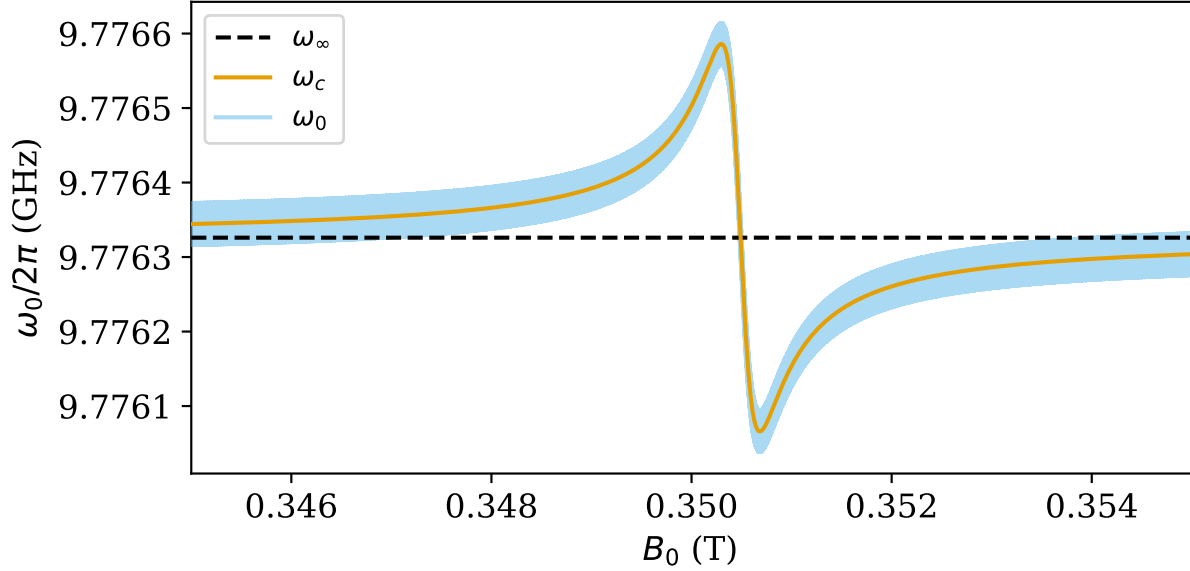


FIGURE 3.5 **Modélisation de la fréquence incidente en fonction du champ magnétique appliqué.** Une fréquence de résonance à champ élevé $\omega_\infty/2\pi = 9.776$ GHz a été considérée. La largeur du trait pour représenter ω_0 est due à la modulation en fréquence d'amplitude d'environ 20 kHz.

La figure 3.5 présente la fréquence incidente en fonction du champ magnétique. Les différents cas présentés plus tôt sont illustrés ; la fréquence incidente peut être constante et égale à ω_∞ , ou suivre la fréquence de résonance de la cavité ω_C avec une modulation et un verrouillage en fréquence.

Pour la suite du modèle, afin de simplifier la présentation, on pose que la fréquence incidente est égale à la fréquence de résonance de la cavité, telle que $\omega_0 = \omega_C$, si le verrouillage en fréquence (AFC) est activé ; on néglige alors le terme de modulation dans l'équation (2.39). Sans verrouillage, on pose que la fréquence du signal est égale à ω_∞ .

3.1.8 Coefficient de réflexion

L'expression du coefficient de réflexion est donnée par l'expression (2.24) :

$$S_{11} = \frac{1 - \beta + iQ_C \left(\frac{\omega_0}{\omega_c} - \frac{\omega_c}{\omega_0} \right)}{1 + \beta + iQ_C \left(\frac{\omega_0}{\omega_c} - \frac{\omega_c}{\omega_0} \right)}. \quad (2.24)$$

Toutes les variables présentes dans l'expression ont été modélisées plus tôt. À la figure 3.6, le modèle est présenté en fonction du champ magnétique, et l'effet du verrouillage en fréquence (AFC) est aussi présenté.

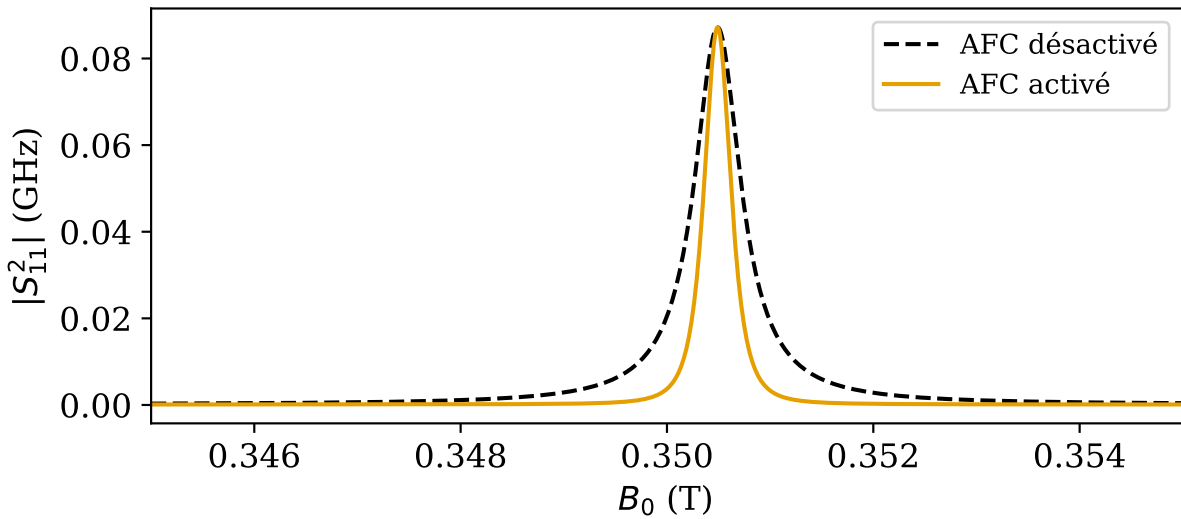


FIGURE 3.6 Modélisation du coefficient de réflexion en fonction du champ magnétique appliqué. L'impact du verrouillage en fréquence (AFC) est illustré.

On remarque alors une meilleure sensibilité avec le verrouillage en fréquence ; le pic est plus étroit. De plus, il est possible de constater qu'une très faible partie du signal est réfléchi ; en effet, pour toute valeur de champ magnétique, le carré du module du coefficient de réflexion demeure inférieur à 10%.

3.1.9 Expression de la puissance réfléchi par le résonateur

L'expression de la puissance réfléchi par le résonateur est la suivante :

$$P_r = |S_{11}|^2 P_0 A_{pertes}, \quad (3.1)$$

où S_{11} est le coefficient de réflexion de la cavité, P_0 est la puissance incidente envoyée par le générateur de signal (modélisée à $P_0 = 25 \text{ dBm} \approx 316 \text{ mW}$) et $A_{pertes} = 0.362$ est un facteur d'atténuation adimensionnel attribuable aux pertes de puissance dans le montage RPE ; le calcul de la valeur posée sera présenté au chapitre 4. Tandis que la puissance envoyée par le générateur de signal est constante, le coefficient de réflexion varie en fonction du champ magnétique.

3.2 Modélisation des tensions mesurées

Les valeurs intrinsèques à la résonance RPE ont été mesurées. Le reste de la modélisation repose sur les tensions des signaux d'intérêt des différents types de mesure RPE. Ces modèles sont adaptés aux montages suggérés aux schémas des figures 2.9 et 2.11.

3.2.1 Expression de la tension de la diode

Les caractéristiques de la diode seront approfondies au chapitre 4. La tension de la diode est décrite par l'équation suivante :

$$V_D = S_D \sqrt{P_r} + k, \quad (3.2)$$

où P_r est la puissance réfléchie par le résonateur et qui correspond à la puissance d'entrée dans la diode, S_D est sensibilité de la diode et k est le biais de tension de la diode. La sensibilité de la diode est mesurée à $S_D = -8.54 \text{ V/W}^{1/2}$, et le biais de tension à $k = 53.3 \text{ mV}$.

La sensibilité de la diode est une valeur intrinsèque à celle-ci. Bien que la réponse de la diode ne soit pas parfaitement linéaire avec la racine de la puissance, il est possible d'approximer une réponse linéaire à partir d'un certain seuil de puissance ; sous ce seuil, une interpolation à partir de la courbe caractéristique de la diode doit être utilisée. Les résultats de cette modélisation sont présentés à la figure 3.7.

Dans le cas où le verrouillage en fréquence est activé ($\omega_0 = \omega_C$), l'expression analytique de la tension de la diode, en fonction du champ magnétique, peut être trouvée à partir de l'équation (3.2) et en y substituant les équations (3.1), (2.24), (2.25), (2.27) et (2.28) présentées plus tôt. L'expression analytique est alors :

$$V_D = S_D \sqrt{A_{pertes} P_0} \frac{\epsilon + \eta Q_\infty \chi''}{2 + \eta Q_\infty \chi''} + k, \quad (3.3)$$

avec la sensibilité de la diode S_D et son biais de tension k , le coefficient de pertes A_{pertes} , la puissance initiale P_0 , le coefficient de couplage β_∞ tel que $1 - \beta_\infty = \epsilon$, le facteur de remplissage η , le facteur de qualité de la cavité chargée à champ élevé Q_∞ et la partie imaginaire de la

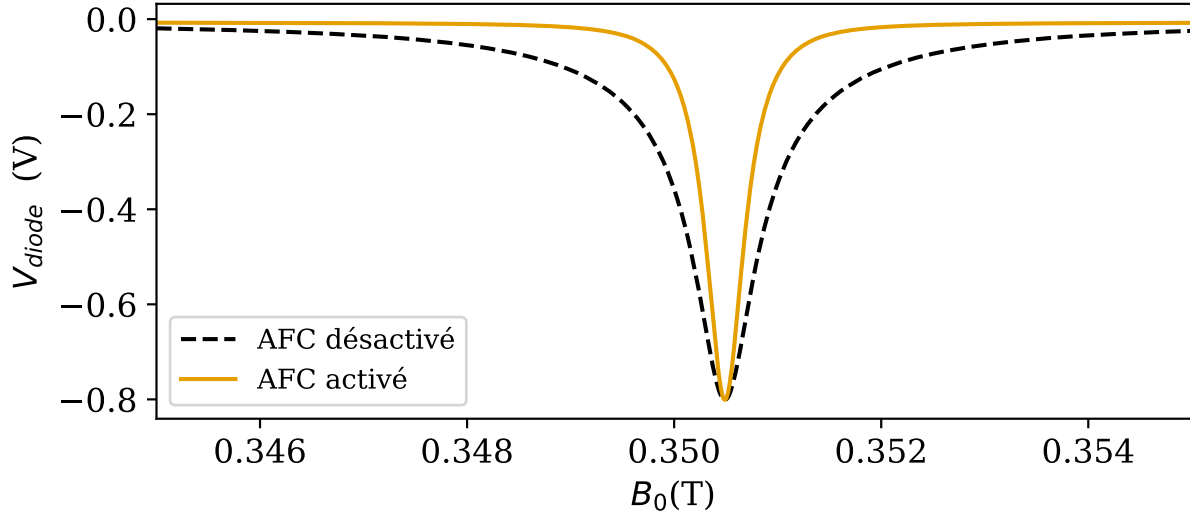


FIGURE 3.7 **Modélisation de la tension aux bornes de la diode en fonction du champ magnétique appliqué.** Une puissance incidente de 25 dBm et un coefficient de pertes de 0.362 ont été considérés. L'impact du verrouillage en fréquence (AFC) est illustré.

susceptibilité effective $\chi''(B_0)$, la seule valeur qui varie en fonction du champ magnétique et ce, selon l'équation (2.37).

3.2.2 Expression de la tension du LIA

La tension de sortie du LIA est proportionnelle à la dérivée de la tension aux bornes de la diode, et au champ magnétique externe (lorsqu'on est près de la résonance). On obtient alors l'équation suivante pour décrire la tension de sortie du LIA :

$$V_{LIA} = G_{LIA} \Delta B_{mod} \frac{dV_D}{dB_0}, \quad (3.4)$$

où V_D est la tension aux bornes de la diode et ΔB_{mod} est l'amplitude du champ magnétique de modulation. On utilise une constante G_{LIA} qui représente le gain que le LIA applique sur le signal de sortie. Le facteur de gain est calculé comme suit :

$$G_{LIA} = \frac{10 \text{ V}}{S_{LIA}}. \quad (3.5)$$

G_{LIA} dépend de S_{LIA} , la plage dynamique du LIA. Cette plage dynamique représente l'amplitude maximale pouvant être atteinte par la composante du signal incident dont la fréquence

correspond à celle du signal de référence du LIA.

À partir des équations (3.3), (3.4) et (3.5), il est possible de modéliser la réponse du LIA. Un champ de modulation d'environ 29 μT est utilisé, et une plage dynamique de 50 mV sur le LIA est modélisée. Les résultats sont présentés à la figure (3.4).

Dans le cas où le verrouillage en fréquence est activé ($\omega_0 = \omega_C$), l'expression analytique de la tension du LIA en fonction du champ magnétique est :

$$V_{LIA} = G_{LIA} \Delta B_{mod} S_D \sqrt{A_{pertes} P_0} \frac{(2 - \epsilon) \eta Q_\infty}{(2 + \eta Q_\infty \chi'')^2} \frac{d\chi''}{dB_0}, \quad (3.6)$$

où G_{LIA} est le gain du LIA, ΔB_{mod} est le champ de modulation des bobines et où les autres variables sont les mêmes que celles définies à l'équation (3.3).

3.3 Modélisation de la sensibilité du magnétomètre

La tension d'intérêt pour la version du magnétomètre avec une modulation du champ magnétique est la tension de sortie V_{LIA} du Lock-In Amplifier (LIA). Alors, la sensibilité du magnétomètre S_M est donnée par l'équation suivante :

$$S_M = \left. \frac{dV_{LIA}}{dB_0} \right|_{B_0=B_{res}}, \quad (3.7)$$

où B_0 le champ appliqué et B_{res} le champ de résonance. On maximise la sensibilité en maximisant la pente du signal autour de la résonance.

À partir des équations (3.7), (3.4), (3.2) et (3.1), la sensibilité du magnétomètre peut être exprimée de la façon suivante :

$$S_M = G_{LIA} \Delta B_{mod} S_D \sqrt{A_{pertes} P_0} \left. \frac{d^2 S_{11}}{dB_0^2} \right|_{B_0=B_{res}}. \quad (3.8)$$

Si la modulation en fréquence est activée, on a $\omega_0 = \omega_C$, et l'expression du coefficient de réflexion est simplifiée :

$$S_{11}(\omega_0 = \omega_c) = \frac{1 - \beta}{1 + \beta}. \quad (3.9)$$

À partir des expression (2.25), (2.27) et (2.28), on peut exprimer β de la façon suivante :

$$\beta = \beta_\infty \frac{1}{1 + \eta Q_\infty \chi''}, \quad (3.10)$$

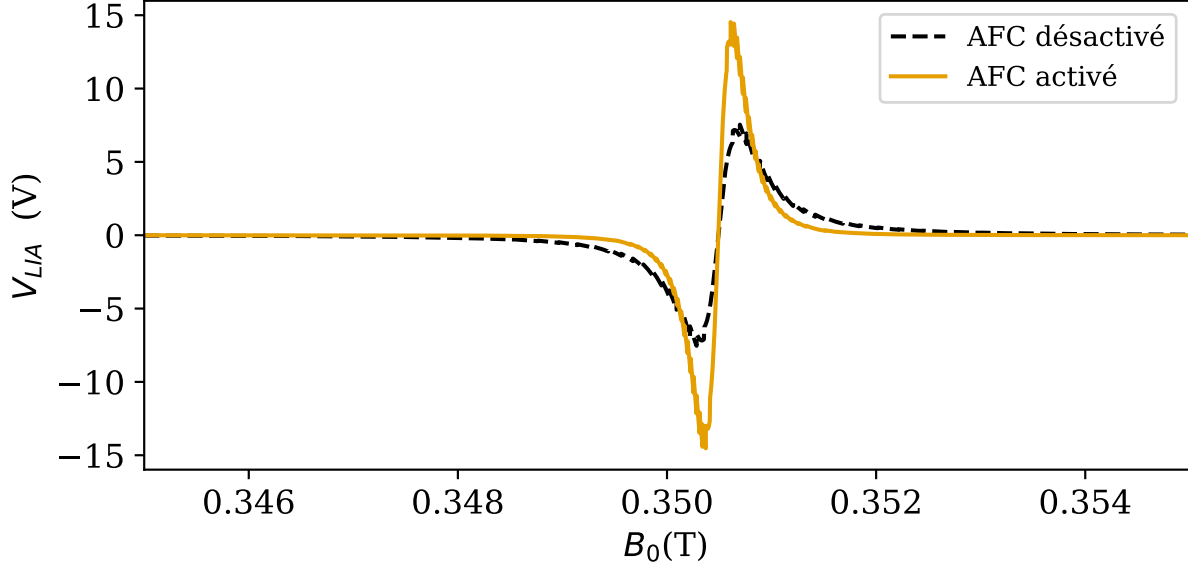


FIGURE 3.8 **Modélisation de la tension du LIA en fonction du champ magnétique appliqué.** Un champ de modulation d'environ 29 μT RMS a été simulé, avec une plage dynamique de 50 mV sur le LIA. L'impact du verrouillage en fréquence (AFC) est illustré.

où β_∞ est le coefficient de couplage de la cavité à champ élevé. L'équation (3.9) peut alors être reformulée ainsi :

$$S_{11}(\omega_0 = \omega_c) = \frac{1 - \beta_\infty + \eta Q_\infty \chi''}{1 + \beta_\infty + \eta Q_\infty \chi''} = \frac{\epsilon + \eta Q_\infty \chi''}{2 + \eta Q_\infty \chi''}, \quad (3.11)$$

en posant $\epsilon = 1 - \beta_\infty \ll 1$ et $\beta_\infty \approx 1$. La dérivée seconde de l'équation (3.11) est :

$$\frac{d^2 S_{11}(\omega_0 = \omega_c)}{dB_0^2} = \frac{(2 - \epsilon)\eta Q_\infty}{(2 + \eta Q_\infty \chi'')^2} \frac{d^2 \chi''}{dB_0^2} - \frac{2(2 - \epsilon)\beta_\infty \eta^2 Q_\infty^2}{(2 + \eta Q_\infty \chi'')^3} \left(\frac{d\chi''}{dB_0} \right)^2 \quad (3.12)$$

En ce qui a trait à χ'' , dont l'expression est définie à l'équation (2.37), on peut dériver son expression en fonction de B_0 , et l'évaluer à $B_0 = B_{res}$, tel que

$$\chi''(B_0 = B_{res}) = \chi''_{max} = \frac{2J_M}{\Delta B}, \quad (3.13)$$

$$\left. \frac{d\chi''}{dB_0} \right|_{B_0=B_{res}} = 0 \quad \text{et} \quad (3.14)$$

$$\left. \frac{d^2 \chi''}{dB_0^2} \right|_{B_0=B_{res}} = \frac{-16J_M}{\Delta B^3}. \quad (3.15)$$

En substituant (3.14) et (3.15) dans (3.12), on obtient :

$$\left. \frac{d^2 S_{11}(\omega_0 = \omega_c)}{dB_0^2} \right|_{B_0=B_{res}} = \frac{-16(2 - \epsilon)\eta Q_\infty J}{\Delta B^3(2 + \eta Q_\infty \chi'')^2}. \quad (3.16)$$

En substituant (3.16) et (3.13) dans (3.8) , on obtient l'équation suivante pour la sensibilité du magnétomètre :

$$S_M = -\frac{4(2 - \epsilon)G_{LIA}\Delta B_{mod}S_D\sqrt{A_{pertes}P_0}\eta Q_\infty J_M}{\Delta B(\Delta B + \eta Q_\infty J_M)^2}. \quad (3.17)$$

Comme la sensibilité de la diode, notée S_D , a une valeur négative (la tension de la diode est négative), on peut réécrire l'expression ainsi :

$$S_M = \frac{4(2 - \epsilon)G_{LIA}\Delta B_{mod}|S_D|\sqrt{A_{pertes}P_0}\eta Q_\infty J_M}{\Delta B(\Delta B + \eta Q_\infty J_M)^2}. \quad (3.18)$$

À partir des valeurs initiales utilisées dans le modèle, on obtient une sensibilité théorique modélisée de 184 mV/μT. Avant de poursuivre l'analyse de la performance du capteur, une validation expérimentale du modèle est essentielle pour confirmer, entre autres, si les ordres de grandeurs sont réalistes.

CHAPITRE 4 CARACTÉRISATION DU MONTAGE ET VALIDATION EXPÉRIMENTALE DU MODÈLE POUR UNE MESURE RPE EN BALAYAGE

L’objectif de ce chapitre consiste à valider le modèle mathématique proposé au chapitre 3, et à l’améliorer avec des valeurs initiales plus représentatives de la réalité. Différents éléments de la chaîne de mesure seront tout d’abord caractérisés afin de confirmer leur fonctionnement, ainsi que les valeurs numériques des paramètres du modèle.

4.1 Calibration des bobines

Deux paires de bobines seront utilisées pour la validation expérimentale du modèle suggéré. Tout d’abord, les bobines de modulation servent à la modulation du champ magnétique pour obtenir la dérivée expérimentale du signal de la diode. Ensuite, la paire de bobines “Fast Sweep” permet d’ajouter un champ magnétique à mesurer, soit la variation de champ δB qu’on cherche ensuite à mesurer avec un capteur ; cette fonctionnalité sera explorée au chapitre 5. Ces deux paires de bobines sont intégrées à la cavité Bruker, et la caractérisation de la relation courant/champ de celles-ci doit être connue.

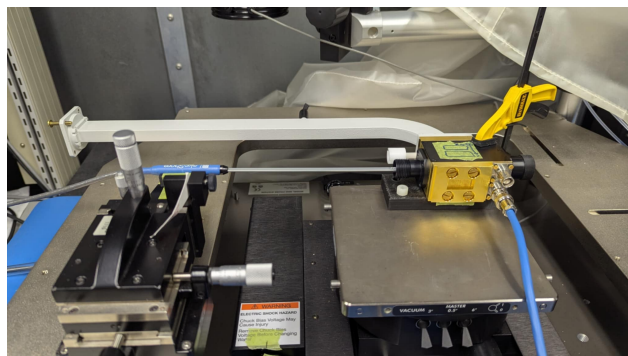
Deux méthodes ont été utilisées afin de déterminer avec précision la relation entre le courant et le champ magnétique. La première consiste à mesurer directement le champ magnétique DC au centre de la cavité lorsque les bobines sont traversées par un courant DC, et l’autre fait appel à l’utilisation du LIA. Les deux méthodes seront détaillées dans les prochaines sous-sections.

4.1.1 Méthode directe : courant et champ magnétique DC

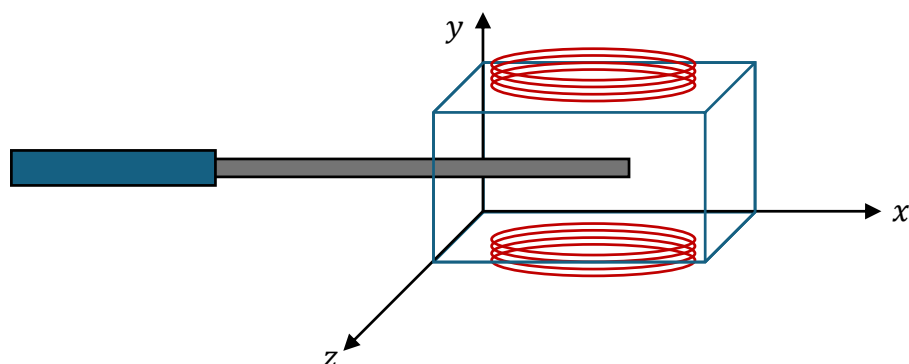
Afin de mesurer le champ magnétique, une sonde à effet Hall (*Lakeshore Hall probe HSE*) est insérée au centre de la cavité, et la sonde est reliée à un Gaussmètre (*Lakeshore 475DSP*). Les bobines sont alimentées avec une source de puissance DC (*Topward Electric Instruments*, modèle TPS-4000). Pour mesurer le courant, un multimètre (*Fluke 79, Series II*) en mode de mesure de courant DC est placé en série entre la source DC et les bobines.

Cette méthode requiert un positionnement précis de la sonde à effet Hall au centre de la cavité, de sorte à mesurer le champ magnétique au positionnement exact de l’échantillon paramagnétique. Pour ce faire, on utilise un montage de positionnement de précision. Avec de multiples vis millimétriques, il est possible de contrôler avec précision la position de la

sonde à effet Hall, ainsi que celle de la cavité. Un exemple du montage utilisé est présenté à la figure 4.1a.



(a) **Photo du montage utilisé pour la calibration des bobines.** Une sonde à effet Hall est placée à l'intérieur de la cavité Bruker, et la position des deux composantes peuvent être finement ajustées grâce aux nombreuses vis millimétriques.



(b) **Schéma du positionnement de la sonde à effet Hall dans la cavité pour la calibration des bobines.** Les bobines sont représentées par les cercles concentriques rouges, et génèrent un champ magnétique dans l'axe y .

FIGURE 4.1 Montage utilisé pour la calibration des bobines de la cavité Bruker par champ direct.

Une fois que les bobines appliquent un champ DC sur la cavité, on ajuste les vis millimétriques pour déplacer la sonde en x , y et z , selon les axes suggérés à la figure 4.1b. Le centre de la cavité correspond au maximum de champ magnétique dans le plan XZ, mais au minimum sur l'axe y .

Une fois la sonde bien positionnée, on peut faire varier le courant qui traverse les bobines et noter le champ mesuré pour chaque point. Les points d'étalonnage entre 0 et 250 mA sont présentés à la figure 4.3. Des courants entre 0 et 250 mA ont pu être testés avec les bobines de modulation (figure 4.3a), tandis que des courants entre 0 et 900 mA ont pu être testés

pour les bobines “Fast Sweep” (figure 4.3b). Le facteur limitant était l’atteinte d’un champ magnétique de 1 mT (10 G), la valeur maximale conseillée par le fabricant [29]. Ceci permet d’éviter des vibrations dans la cavité ou la génération de chaleur.

Il est à noter que pour un courant nul, une valeur non-nulle de champ magnétique est mesurée ; ce champ est le champ magnétique ambiant (ex : champ magnétique terrestre), et ce biais de mesure peut être soustrait de la courbe d’étalonnage. Ceci permet de connaître uniquement le champ magnétique engendré par le courant des bobines. Dans la figure 4.3, les données ont été ajustées en conséquence ; les résultats sont discutés plus loin.

4.1.2 Méthode du LIA : courant et champ alternatif (RMS)

Cette méthode permet d’établir avec précision la relation courant-champ des bobines, mais en utilisant un courant alternatif ; cette méthode s’apparente davantage au fonctionnement du capteur. Cette méthode fait appel à une mesure de résonance paramagnétique avec un Lock-In Amplifier lié à des bobines de modulation, semblable au montage présenté à la figure 2.11. Cette mesure permet de valider le fonctionnement du LIA, ainsi que l’équation (3.4) :

$$V_{LIA} = G_{LIA} \Delta B_{mod} \frac{dV_D}{dB_0}, \quad (3.4)$$

où G_{LIA} est le gain du LIA, ΔB_{mod} est le champ de modulation des bobines et V_D est la tension de la diode. Les quatre principales grandeurs à mesurer pour cette calibration sont la tension de la diode, la tension sortante du LIA A (le LIA associé à la modulation du champ magnétique), le courant qui traverse les bobines de modulation et la valeur du champ magnétique DC auquel est soumise la cavité résonnante contenant l’échantillon paramagnétique. La calibration se base ensuite sur l’équation (3.4).

Soit une mesure de résonance classique RPE, réalisée avec des bobines de modulation alimentées par un courant, noté I_{mod} , qui est mesuré à l’aide d’un multimètre. Le champ magnétique DC est mesuré à l’aide d’une sonde à effet Hall (liée à un Gaussmètre) placée dans l’entrefer de l’électroaimant, près de la cavité. Les tensions de la diode et du LIA sont mesurées avec une carte d’acquisition (carte National Instruments *DAQ USB-6211*). Il devient alors possible d’exprimer la tension de la diode et la tension du LIA en fonction du champ magnétique appliqué. Un exemple de mesure et de son traitement afin d’avoir un point de calibration (un point mettant en relation un champ de modulation ΔB_{mod} pour un courant I_{mod}) est présenté à la figure 4.2.

Afin d’obtenir un point $(I_{mod}, \Delta B_{mod})$, il faut calculer numériquement la dérivée de la tension de la diode préalablement lissée en fonction du champ magnétique. Ensuite, on isole

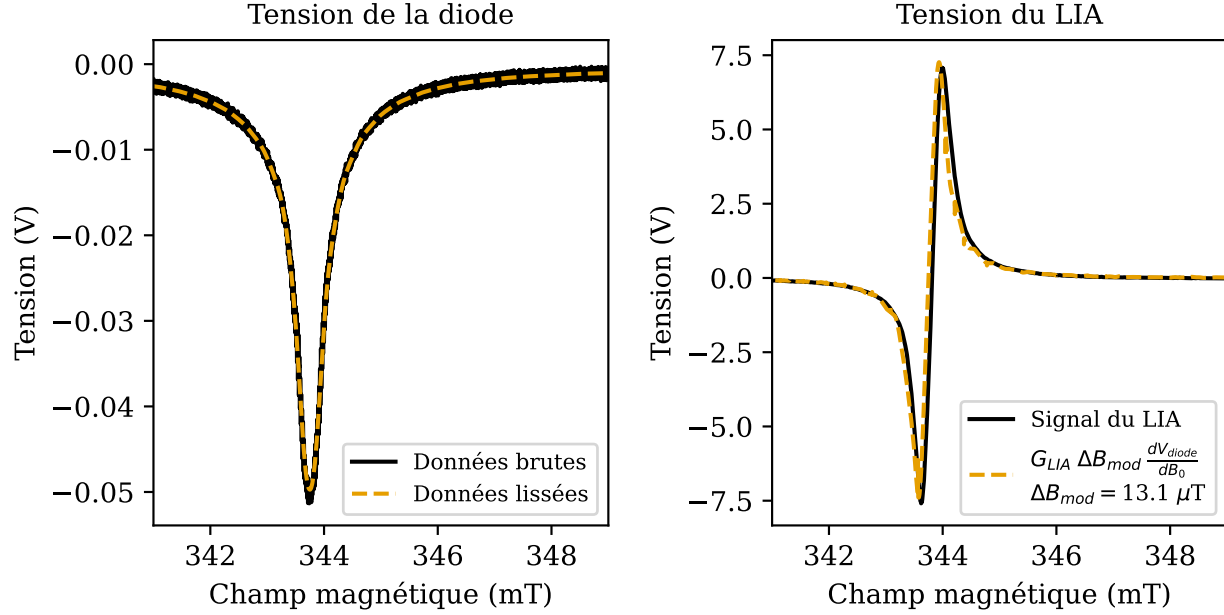


FIGURE 4.2 **Calibration des bobines par la méthode du LIA.** En comparant la dérivée de la tension de la diode en fonction du champ magnétique avec le signal du LIA, on peut trouver le champ de modulation des bobines. Dans cet exemple, les bobines “Fast Sweep” ont été étudiées avec un courant alternatif de 13 mA (RMS) à 50 Hz, et la sensibilité du LIA est de 2 mV ($G_{LIA} = 10 \text{ V} / S_{LIA} = 5\,000$). Le champ de modulation trouvé est de 13.1 μT .

ΔB_{mod} dans l’équation (3.4), où G_{LIA} est connu. Ceci permet donc d’établir un point pour la calibration de la bobine.

Les résultats sont présentés à la figure 4.3 pour les deux paires de bobines étudiées. Avec cette technique, le facteur limitant pour la plage de courants et de champs testés est la largeur de résonance paramagnétique. En effet, pour que la technique fonctionne, le champ de modulation doit rester inférieur à la largeur de résonance, qui est d’environ 0.5 mT. Si le champ de modulation est trop élevé, le LIA va déformer le signal sortant.

4.1.3 Résultats de la calibration des bobines

Pour les deux méthodes présentées précédemment, on obtient des résultats cohérents pour chaque paire de bobines. La sous-figure 4.3a présente la calibration obtenue pour la paire de bobines de modulation (pente de $(3.66 \pm 0.01) \mu\text{T}/\text{mA}$), tandis que la sous-figure 4.3b présente la calibration obtenue pour la paire de bobines “Fast Sweep” (pente de $(0.992 \pm 0.04) \mu\text{T}/\text{mA}$).

Les résultats obtenus par les deux méthodes sont mutuellement cohérents pour les deux paires de bobines testées. En effet, les valeurs se superposent et partagent sensiblement la même

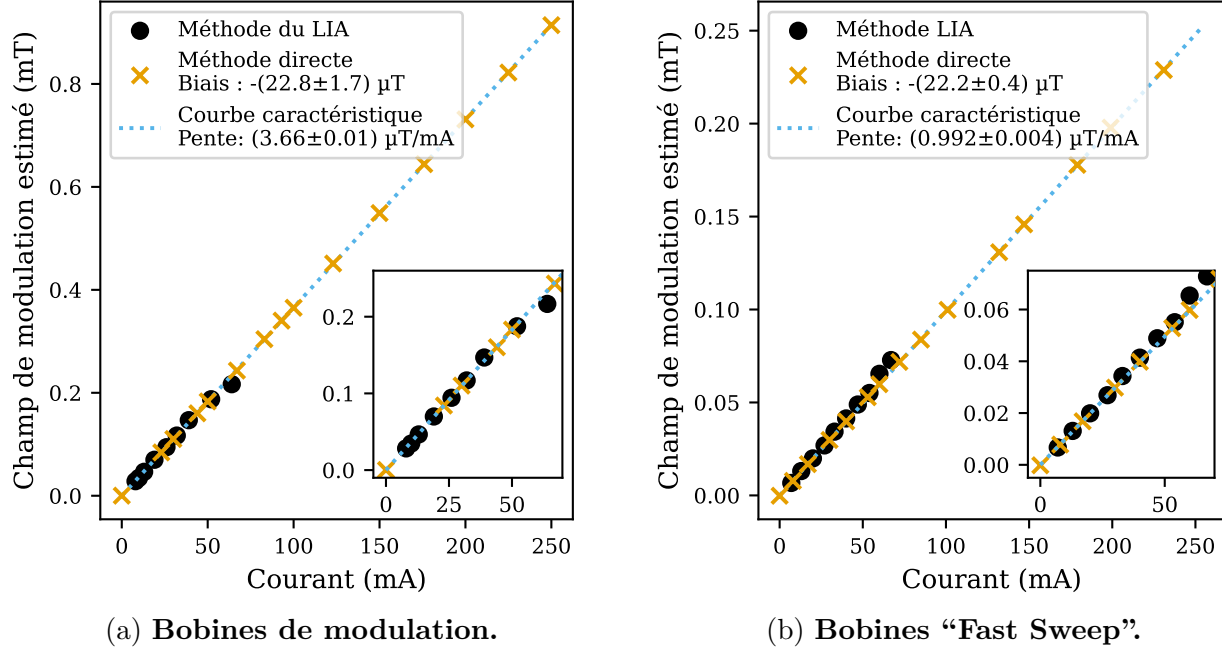


FIGURE 4.3 Points de calibration des deux paires de bobines pour les deux méthodes utilisées. Les deux méthodes de calibration donnent des résultats cohérents sur des plages de courants communes, soit entre 0 et 75 mA environ. Les valeurs sont en unités RMS.

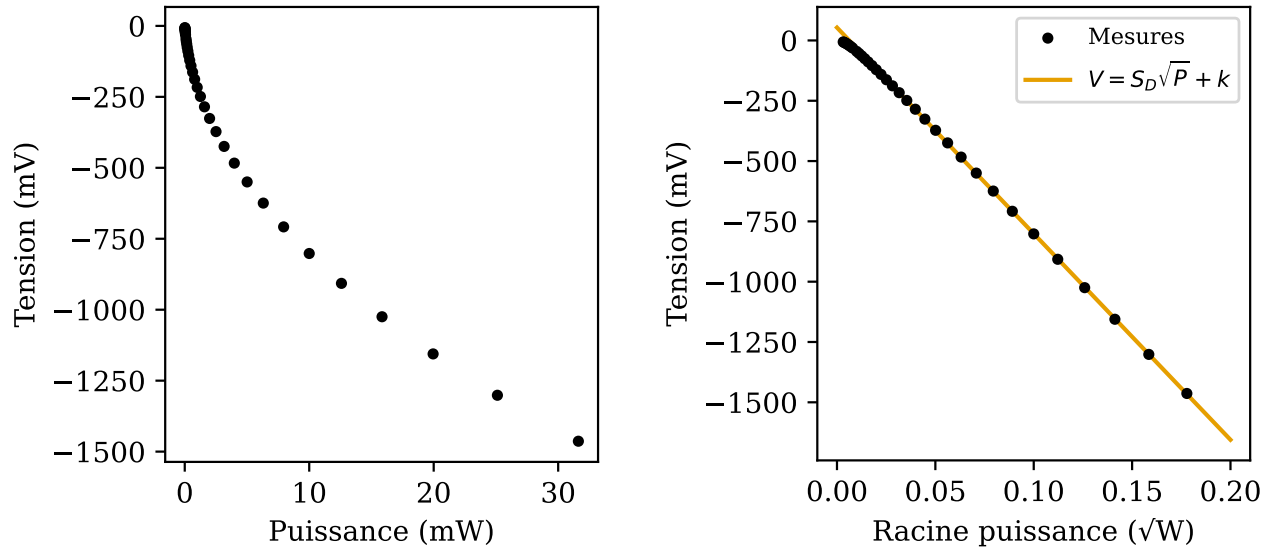
droite. Ces résultats permettent tout d'abord de confirmer la validité de l'équation (3.4), et ils permettent également d'établir une caractérisation fiable de la relation champ-courant.

La principale source d'incertitude de cette caractérisation provient de la mesure du courant. L'ampèremètre utilisé a une incertitude de ± 1 mA sur la mesure de courant ; cette incertitude est beaucoup plus élevée que l'incertitude sur la pente trouvée pour la courbe caractéristique. En projetant cette incertitude sur la valeur de champ magnétique résultant de la calibration, on a une incertitude de $\pm 4 \mu\text{T}$ sur les valeurs de champ magnétique de la bobine de modulation, et une incertitude de $\pm 1 \mu\text{T}$ sur les valeurs de champ magnétique de la bobine "Fast Sweep". Par exemple, avec un courant de 8 mA dans les bobines de modulation, le champ de modulation produit serait de $(29 \pm 4) \mu\text{T}$, avec une erreur relative de 13.7%.

Il est à noter que la calibration des bobines ne tenait pas en compte de l'atténuation du signal causé par la constante de temps. La calibration a été faite avec une constante de temps τ suffisamment petite afin de ne pas atténuer le signal du LIA, en considérant que la largeur de la résonance, en termes de temps, durerait environ 0.5 secondes.

4.2 Caractérisation de la réponse de la diode

Une diode de détection Anritsu de modèle 70KC50 [30] est utilisée afin de détecter le signal micro-onde réfléchi par la cavité. Une source de signal micro-onde est utilisée afin d'envoyer un signal dans la diode. Afin de reproduire des conditions similaires à celles d'une résonance paramagnétique, une fréquence de 9.5 GHz est utilisée. Plusieurs signaux avec des puissances entre 0 et 35 mW sont envoyés. Pour chaque puissance, la tension aux bornes de la diode est lue durant 10 secondes, et la valeur moyenne est utilisée. Le résultat de cette caractérisation est présenté à la figure 4.4a. Sur la figure 4.4b, la tension est présentée en fonction de la racine de la puissance incidente pour mettre en lumière le comportement linéaire de la diode pour des puissances supérieures à 0.5 mW, soit la plage où la diode est la plus sensible, avec une sensibilité $S_D = (-8.54 \pm 0.01) \text{ V/W}^{1/2}$ et un biais de tension de $k = (53.3 \pm 0.9) \text{ mV}$. Pour des puissances inférieures à 0.5 mW, l'utilisation d'une interpolation à partir des données présentées à la figure 4.4a serait recommandée pour un maximum de justesse par rapport à la calibration.



(a) **Relation entre la puissance incidente à la diode et sa tension.** Avec ces données, il est possible d'associer une tension aux bornes de la diode à une puissance incidente par interpolation.

(b) **Relation linéaire entre la racine de la puissance incidente à la diode et sa tension.** Pour des puissances supérieures à 0.5 mW, on a $S_D = (-8.54 \pm 0.01) \text{ V/W}^{1/2}$ et $k = (53.3 \pm 0.9) \text{ mV}$

FIGURE 4.4 **Caractérisation de la réponse de la diode.** Le signal incident est un signal micro-ondes à 9.5 GHz. Chaque point représente la tension moyenne lue pendant 10 secondes à une puissance incidente donnée.

Il est à noter que puisque la cavité reflète peu le signal durant une mesure RPE (on note $S_{11} < 10\%$ expérimentalement), la puissance atteignant la diode est plutôt faible. Même avec une puissance incidente d'environ 25 dBm (316 mW), moins de -1 dBm (0.8 mW) sont captés par la diode.

Afin d'évaluer le bruit dans la diode, la réponse de celle-ci à un signal de 10 dBm à 10 GHz a été analysée par un analyseur de spectre. Le spectre est présenté à la figure 4.5. Il est possible de remarquer un bruit en $1/f$, et quelques pics de bruits parasites associés à la fréquence de 60 Hz et de ses harmoniques. Le bruit est de l'ordre des $\mu\text{V}/\text{Hz}^{1/2}$.

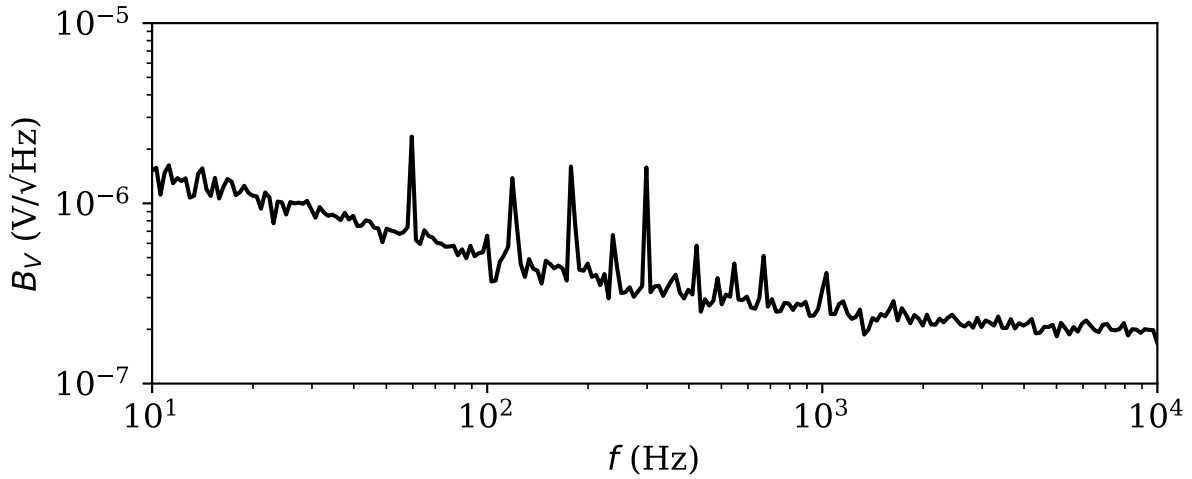


FIGURE 4.5 **Spectre de la densité de bruit de la diode Anritsu.** Un signal de 10 dBm à une fréquence de 10 GHz est envoyé dans la diode.

4.3 Caractérisation des pertes de puissance

Afin de caractériser les pertes du circuit, il est possible de mesurer la puissance à plusieurs endroits clés du circuit et de comparer ces valeurs à la puissance incidente. Ainsi, il est possible de repérer l'ampleur des pertes et les emplacements plus critiques où ces pertes sont maximisées.

La méthode utilisée pour la caractérisation des pertes consiste à envoyer une puissance incidente connue dans le montage RPE, et de placer la diode Anritsu à différents endroits dans la chaîne de mesure afin de mesurer la puissance. Des puissances incidentes de -10, -5, 0, 5, 10 et 15 dBm ont été évaluées à une fréquence de 9.5 GHz. Trois endroits clés ont été analysés, et sont présentés à la figure 4.6. Le premier point évalué dans le montage est à l'entrée du guide d'ondes, soit après un premier câble SMA qui relie la source au reste de montage. Le second point évalué est à l'emplacement habituel de la cavité. Le dernier emplacement évalué

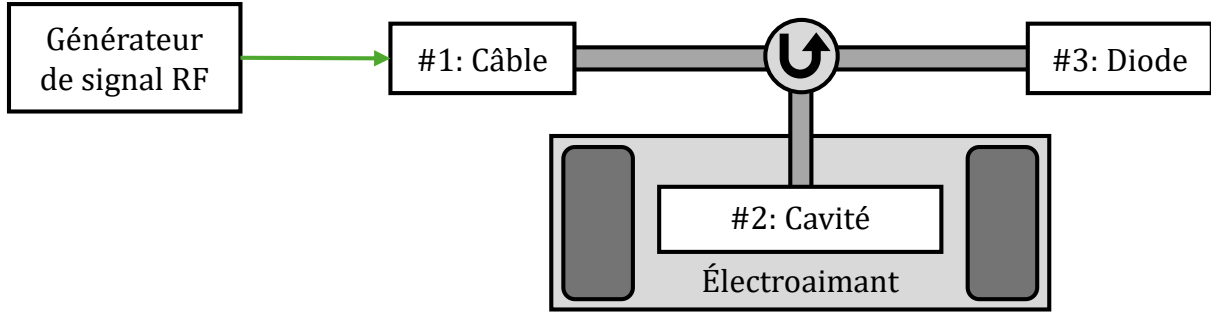


FIGURE 4.6 **Emplacements où les pertes ont été caractérisées dans le circuit.** Pour des puissances incidentes de -10, -5, 0, 5, 10 et 15 dBm, la puissance a été mesurée après le câble reliant la source aux guides d'ondes (#1), à l'emplacement habituel de la cavité lors d'une mesure RPE (#2), puis à la toute fin du montage, où la diode est habituellement placée (#3).

est à la fin du montage, où se trouve habituellement la diode utilisée pour les mesures RPE. Cependant, pour cette mesure, la cavité est remplacée par un *short*, dont l'effet est de refléter l'entièreté du signal, comme une cavité dont le coefficient de réflexion est de $S_{11} = 1$. La figure 4.7 présente la caractérisation des pertes en puissance de ces trois endroits. Comme il y a très peu de points, les incertitudes statistiques sur les paramètres de la régression linéaire sont négligées.

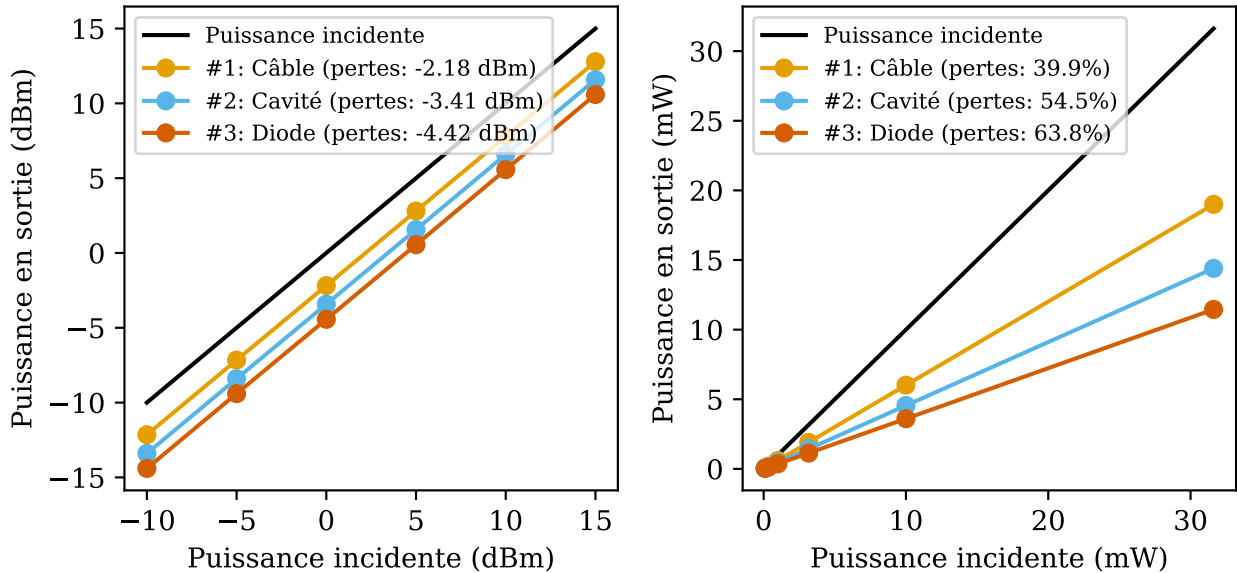


FIGURE 4.7 **Pertes à différents points du montage.** À gauche, les puissances mesurées sont en dBm. À droite, les puissances sont présentées en W.

Cette analyse permet de déterminer que 63.8% de l'intensité du signal est perdue entre la

source et la diode à la fin du montage RPE. Avec seulement 36.2% du signal incident restant, on pose un coefficient de pertes $A_{pertes} = 0.362$ dans l'équation (3.1), ce qui correspond à une atténuation de 4.42 dB. L'analyse permet de montrer que presque la moitié des pertes, qui représente une atténuation de 2.18 dB, se produit dans le câble SMA au début du montage. Pour un câble SMA de la marque *MegaPhase* (modèle TM26) d'environ 1.5 m, cette atténuation est conforme avec les valeurs prévues par le fabricant pour des fréquences de l'ordre des 10 GHz [31]. Le reste des pertes est dû au circulateur où à de mauvais ajustements d'impédance entre les différentes composantes du montage et les guides d'ondes.

4.4 Calcul de l'aimantation du DPPH

L'aimantation d'un matériau ferromagnétique augmente de manière linéaire en fonction du champ magnétique appliqué, jusqu'à l'atteinte de l'aimantation à saturation. Or, pour un matériau paramagnétique comme le DPPH, il n'y a pas de saturation ; l'aimantation du matériau varie avec le champ magnétique en fonction d'une fonction de Brillouin [17]. À faible champ, on peut simplifier la relation comme suit :

$$J_M = \chi_0 B_0 \approx \chi_0 B_{res} , \quad (4.1)$$

où χ_0 est la susceptibilité DC du matériau paramagnétique, et B_0 est le champ appliqué. Comme la susceptibilité d'un paramagnétique est très faible, et que notre modèle balaye le champ magnétique sur une plage de quelques mT seulement, on peut approximer une valeur constante d'aimantation avec le champ de résonance.

Avec la théorie quantique pour les matériaux paramagnétiques de Brillouin pour un ensemble de spins $S = 1/2$, on peut calculer la susceptibilité DC ainsi [17] :

$$\chi_0 = \frac{C}{T} = \frac{n\mu_0\mu_B^2}{k_B T} , \quad (4.2)$$

où $C = n\mu_0\mu_B^2/k_B$ est la constante de Curie, n est la densité de spins par unité de volume du matériau, μ_0 est la perméabilité du vide, μ_B est le magnéton de Bohr, k_B est la constante de Boltzmann et T est la température.

Le DPPH a une densité massique de 1.484 g/cm³, et une masse molaire de 384.33 g/mol [28]. Le DPPH pur et non oxydé a un seul électron non apparié par molécule, donc un seul spin par molécule. On peut alors calculer la densité de spins du DPPH ainsi :

$$n = \frac{\rho_m N_A}{M} , \quad (4.3)$$

où ρ_m est la densité massique, N_A est le nombre d'Avogadro et M est la masse molaire. À température ambiante (300 K), on peut alors calculer une susceptibilité DC théorique d'environ $\chi_0 = 5.91 \times 10^{-5}$. Pour un champ appliqué d'environ 350 mT, l'aimantation théorique du DPPH est de $J_M = 20.7 \mu\text{T}$.

4.5 Caractérisation de la cavité

Cette méthode de caractérisation de la cavité est inspirée de la méthode *Circle fit* proposée par Petersan et Anlage dans leur article *Measurement of resonant frequency and quality factor of microwave resonators : Comparison of methods* [32].

Afin de connaître les caractéristiques intrinsèques de la cavité, comme son facteur de qualité et son coefficient de couplage à champ élevé, une analyse est possible en utilisant un analyseur de réseau vectoriel (*2-port PNA Microwave Network Analyzer*, de la marque Agilent). Cet appareil permet de mesurer les parties réelle et imaginaire du coefficient de réflexion (ou de transmission) d'un système en fonction de la fréquence incidente.

Le port 1 du PNA envoie un signal dans le système sur une large gamme de fréquences. Le signal traverse le système RPE pour finalement être recueilli par le port 2 du PNA, tel qu'indiqué à la figure 4.8. Les connexions entre le PNA et le montage se font à l'aide de câbles SMA. L'appareil mesure ensuite le coefficient de transmission S_{21} de l'appareil, soit la transmission du signal entre le port 1 vers le port 2. Cette mesure correspond au coefficient de réflexion S_{11} de la cavité.

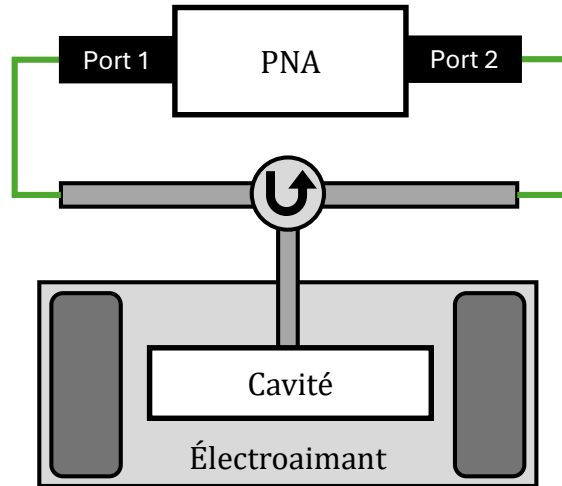


FIGURE 4.8 Schéma des branchements lors d'une mesure avec le PNA.

En réalisant une telle mesure à une valeur de champ élevée, il est possible de mesurer le coefficient de réflexion complexe hors-résonance. À partir de l'équation (2.24), il est possible d'exprimer le coefficient de réflexion à champ élevé comme suit :

$$S_{11}(B_0 \gg B_{res}) = \frac{1 - \beta_\infty + iQ_\infty \left(\frac{\omega_0}{\omega_\infty} - \frac{\omega_\infty}{\omega_0} \right)}{1 + \beta_\infty + iQ_\infty \left(\frac{\omega_0}{\omega_\infty} - \frac{\omega_\infty}{\omega_0} \right)} \quad (4.4)$$

où β_∞ est le coefficient de couplage à champ élevé, Q_∞ est le facteur de qualité de la cavité chargée à champ élevé, ω_0 est la fréquence incidente et ω_∞ est la fréquence de résonance de la cavité à champ élevé. Un exemple d'une telle mesure est présenté à la figure 4.9, où les parties réelle et imaginaire sont isolées.

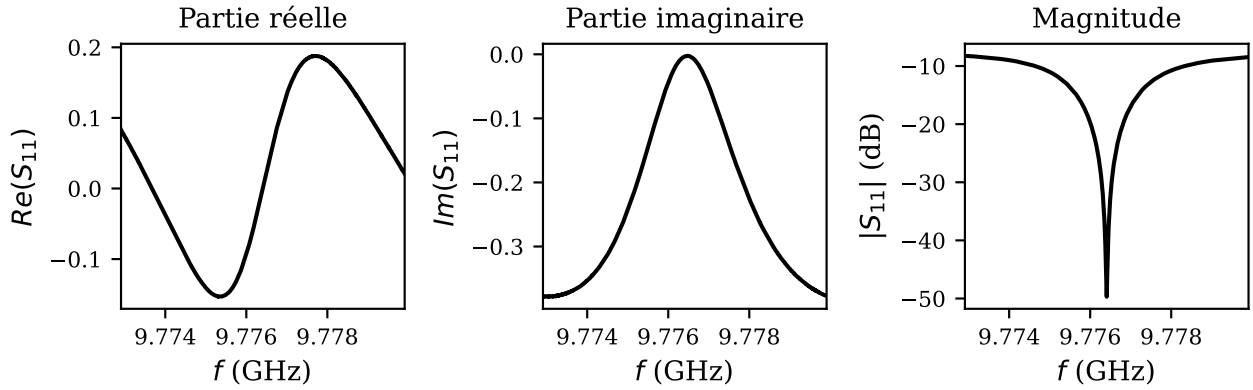
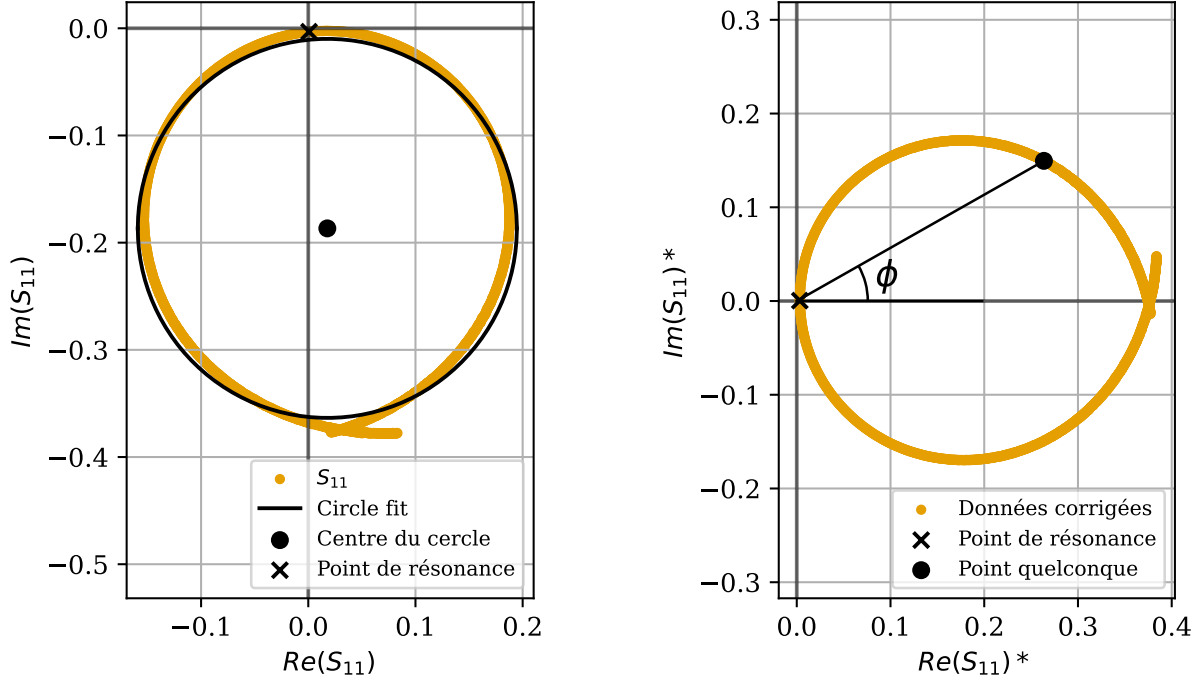


FIGURE 4.9 **Mesure du coefficient de réflexion S_{11} de la cavité à champ élevé sur le PNA.** La partie réelle, imaginaire et la magnitude en échelle logarithmique sont présentées en fonction de la fréquence.

Il est possible de représenter la mesure en illustrant la partie réelle de S_{11} en fonction de la partie imaginaire. La mesure prend alors une forme circulaire, comme le montre la figure 4.10a. À partir de l'équation (4.4), on s'attend à voir le point correspondant à la fréquence de résonance ω_∞ de la cavité sur l'axe des abscisses, car la partie imaginaire du coefficient de réflexion est nulle si la fréquence incidente est la même que la fréquence de résonance. Cependant, sur la figure (4.4), ce n'est pas le cas en raison d'une accumulation de phase dans les câbles et les guides d'ondes. Des réflexions ou des pertes inattendues dans les câbles et le montage RPE viennent également fausser les résultats mesurés. Il faut alors procéder à une rotation manuelle des données pour les corriger.

Pour établir un nouvel axe des abscisses, il faut tout d'abord procéder à l'ajustement d'un cercle sur les données présentées à la figure 4.10a. Le nouvel axe x doit passer par le centre de ce cercle et le point associé à la fréquence de résonance de la cavité. Une fois le nouvel



(a) Mesure de S_{11} d'une cavité avant la rotation des données. L'ajustement d'un cercle est indiqué. L'axe des abscisses, après rotation, passera par le centre du cercle et le point de résonance.

(b) Mesure de S_{11} d'une cavité après la rotation des données. La phase ϕ est indiquée pour un point quelconque.

FIGURE 4.10 Rotation des mesures du coefficient de réflexion S_{11} pour le calcul du facteur de qualité de la cavité Q_∞ et du coefficient de couplage β_∞ .

axe déterminé, il est possible de passer à la rotation manuelle des données ; le résultat est présenté à la figure 4.10b.

Après la rotation, pour chaque point, on peut calculer la tangente de l'angle ϕ associé au point en coordonnées polaires par l'équation suivante :

$$\tan(\phi) = \frac{\text{Im}(S_{11})}{\text{Re}(S_{11})} = \frac{2\beta_\infty Q_\infty \left(\frac{\omega_0}{\omega_\infty} - \frac{\omega_\infty}{\omega_0} \right)}{1 - \beta^2 + Q_\infty^2 \left(\frac{\omega_0}{\omega_\infty} - \frac{\omega_\infty}{\omega_0} \right)}. \quad (4.5)$$

La phase se calcule par le rapport entre la partie imaginaire et la partie réelle du signal. Si on émet l'hypothèse que l'atténuation attribuée aux pertes de puissance est également répartie sur les parties réelle et imaginaire, la phase ne sera pas affectée par les pertes de puissance. En ajustant l'équation (4.5) sur les données expérimentales après leur rotation, on peut trouver la valeur de Q_∞ et β_∞ (la valeur de ω_∞ est déjà connue, et correspond à la

fréquence où le module de S_{11} est minimum) sans que les pertes de puissance n'affectent le calcul. L'ajustement est effectué sur les points près de la résonance. Un exemple est donné à la figure 4.11, et permet de déterminer que $Q_\infty = 7540 \pm 20$, et que $\beta_\infty = 0.9804 \pm 0.0001$, des valeurs qui respectent les ordres de grandeur attendus [29].

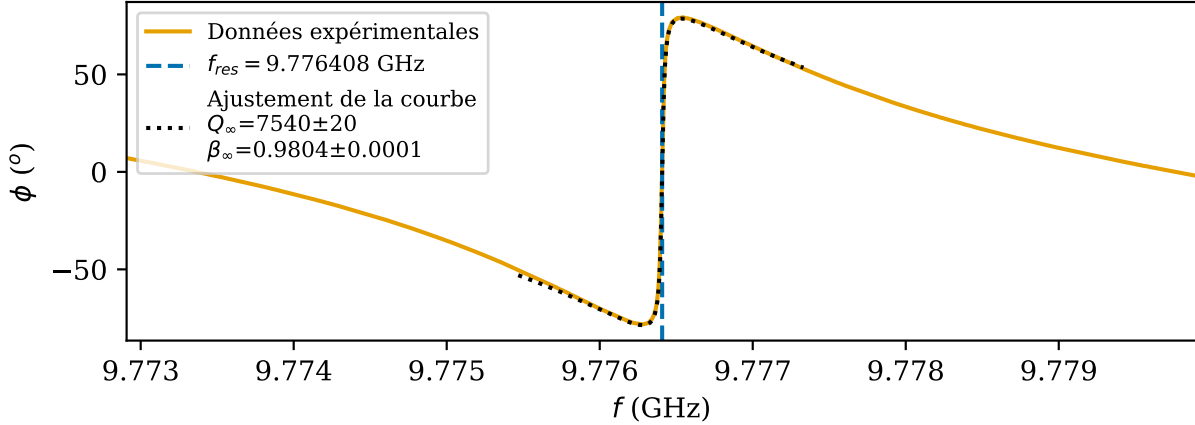


FIGURE 4.11 **Ajustement d'une courbe entre la phase ϕ et la fréquence de chaque point, après la rotation.** Le facteur de qualité de la cavité chargée, à champ élevé, est de $Q_\infty = 7544$, et que le coefficient de couplage est de $\beta_\infty = 0.9804$.

4.6 Comparaison du modèle avec une mesure expérimentale

La mesure expérimentale sur laquelle se base le modèle est présentée à la figure 4.12. Elle permet de justifier l'utilisation d'un champ de résonance de (350.5 ± 0.1) mT et une largeur de résonance de (385.7 ± 0.1) μ T dans le modèle. Le champ de résonance correspond au centre du pic de tension de la diode, et la largeur de résonance correspond à la pleine largeur à mi-hauteur du pic de tension de la diode.

Avec un signal incident à $\omega_\infty/2\pi \approx 9.776$ GHz et $B_{res} = (350.5 \pm 0.1)$ mT, on peut calculer un facteur de Landé expérimental d'environ $g = 1.993$ à partir des équations (2.4) et (2.5), ce qui est inférieur à la valeur attendue de $g \approx 2.002$ pour un électron. Cela suggère qu'il y a un biais sur la valeur de B_0 ; pour obtenir $g = 2.002$ avec une fréquence d'environ 9.766 GHz, on s'attend à un champ de résonance d'environ 348 mT. On peut donc estimer un biais de 2 mT sur la mesure de B_0 . En analysant la tension du LIA, on trouve une pente de 34 mV/ μ T à la résonance, ce qui correspond la sensibilité expérimentale du capteur.

En comparant les modèles obtenus aux figures 3.7 et 3.8 aux résultats expérimentaux équivalents à la figure 4.12, on remarque que les formes des signaux sont semblables, mais que

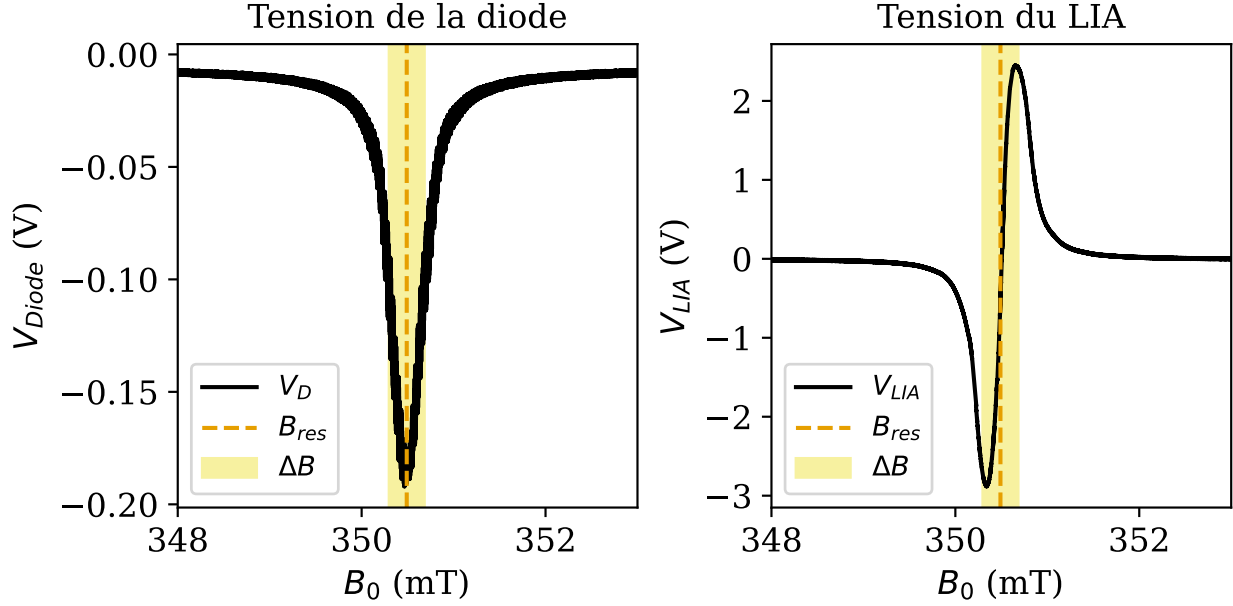


FIGURE 4.12 **Mesure de référence utilisée pour modéliser une mesure RPE.** À gauche, la tension de la diode, et à droite, la tension du LIA, sont présentées en fonction du champ magnétique. Un champ de résonance de (350.5 ± 0.1) mT, et une largeur de résonance de (385.7 ± 0.1) μ T sont retenus. À résonance, la pente de la tension du LIA est d'environ 34 mV/ μ T.

les amplitudes sont différentes ; le modèle surestime la tension de la diode par un facteur 4 environ. Bien que cela puisse paraître beaucoup comme différence, cela permet tout de même de valider le modèle, mais peut refléter certains biais et incertitudes qui ne sont pas pris en compte dans le modèle idéalisé.

Une première hypothèse qui expliquerait cet écart est que la valeur de l'aimantation du DPPH, J_M , soit surestimée dans le modèle. Les équations (4.1) et (4.2) proviennent d'un modèle théorique idéal, et le calcul de la densité de spins n par l'équation (4.3) est aussi basé sur les propriétés du DPPH pur. La densité réelle de spins par unité de volume est probablement plus faible que la valeur théorique utilisée dans le modèle. Si l'échantillon n'est pas pur (le fournisseur garantit une pureté de 95% pour l'échantillon [33]), et est partiellement composé de matériau diamagnétique, la densité réelle de spins diminue. De plus, les radicaux libres peuvent s'oxyder s'ils ne sont pas conservés à basse température ou s'ils sont exposés à de la lumière, et cette dégradation affecte leur densité de spins [11, 34].

On remarque aussi que la tension de la diode lors d'une mesure RPE est légèrement asymétrique. Si on tente d'ajuster une courbe à la tension de la diode en fonction du champ magnétique, on remarque que la courbe la mieux adaptée est la somme de deux fonctions

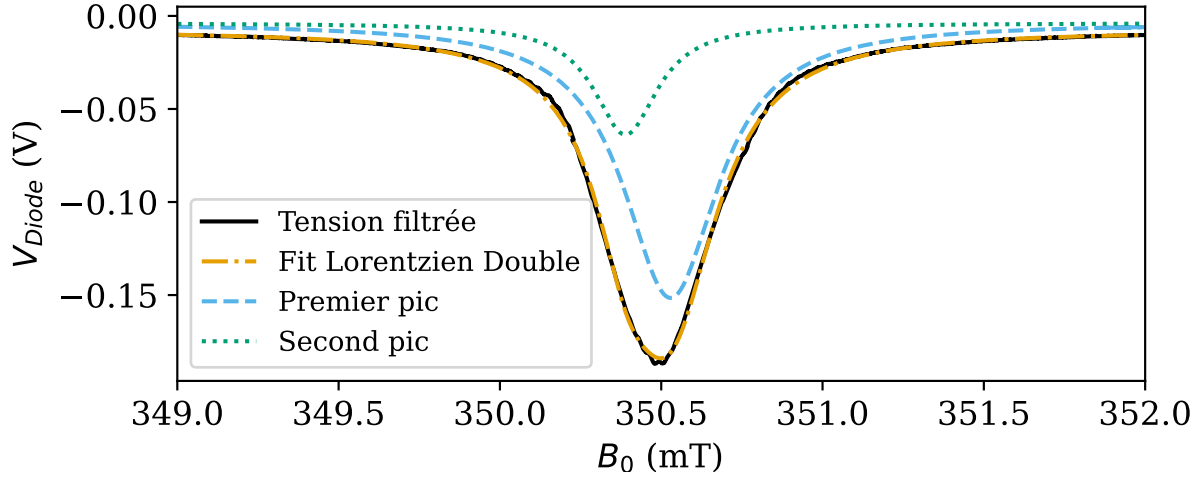


FIGURE 4.13 **Ajustement de la somme de deux fonctions lorentziennes sur une mesure RPE.** Les centres des deux courbes lorentziennes sont espacés de 140 μT .

lorentziennes, comme on peut le voir à la figure 4.13, ce qui n'est pas attendu pour du DPPH ; ceci suggère que l'échantillon n'est pas pur, ou qu'il est dégradé.

Il s'avère très difficile d'obtenir une mesure quantitative précise de la densité de spins dans un échantillon paramagnétique [11]. En surestimant la densité de spins dans le modèle par l'utilisation d'une densité théorique idéale, on surestime l'aimantation J_M , puis la valeur de la susceptibilité χ'' ; cela expliquerait partiellement pourquoi la tension de la diode a été surestimée.

Une autre valeur initiale du modèle qui est probablement moins représentative de la réalité est le facteur de remplissage η . Dans le modèle, on tient pour acquis que l'échantillon est placé exactement au centre de la cavité. Pour un décalage de 3 mm par rapport au centre de la cavité, un décalage plausible étant donné que l'échantillon est placé de manière très approximative lors d'une mesure RPE, le facteur η diminue de 30%, selon l'équation (2.29). L'hypothèse que l'échantillon est parfaitement centré contribue donc à la surestimation de la tension de la diode dans le modèle.

De plus, η est proportionnel au volume de l'échantillon, et il est possible que la quantité de DPPH soit surestimée. Le volume de l'échantillon est calculé à partir de sa masse, et de la masse volumique du DPPH pur. Si l'échantillon n'est pas composé de DPPH pur, le volume est alors surestimé, tout comme η ; cela peut alors contribuer à la surestimation de la tension de la diode dans le modèle.

Pour contrer cette surestimation, on peut utiliser une valeur expérimentale de $\eta = 2 \times 10^{-4}$; cette valeur respecte encore les valeurs théoriques typiques du facteur de remplissage. La

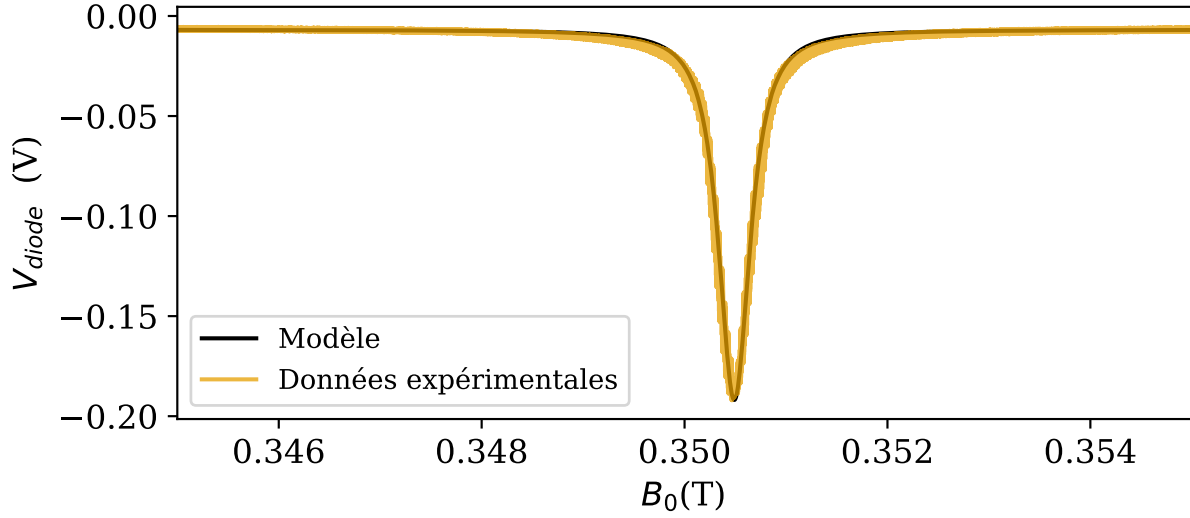


FIGURE 4.14 **Comparaison entre le modèle et la mesure expérimentale de la tension de la diode durant une mesure RPE.** Un facteur de remplissage expérimental de $\eta = 2 \times 10^{-4}$ entraîne la superposition presque parfaite des deux courbes.

comparaison entre le modèle ajusté et la mesure expérimentale de la tension de la diode est présentée à la figure 4.14. On remarque que la tension modélisée correspond presque parfaitement à la tension expérimentale de la diode.

La comparaison entre le modèle ajusté et la mesure expérimentale de la tension du LIA est présentée à la figure 4.15. La tension du LIA modélisée est un peu plus grande que la

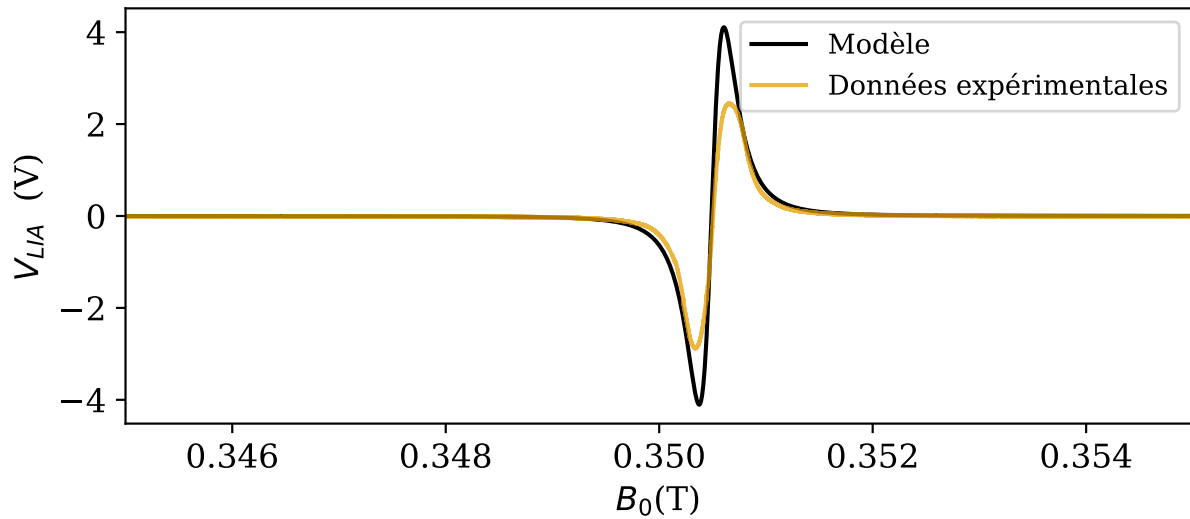


FIGURE 4.15 **Comparaison entre le modèle et la mesure expérimentale de la tension du LIA durant une mesure RPE.** Un facteur de remplissage expérimental de $\eta = 2 \times 10^{-4}$ est utilisé.

mesure expérimentale ; ceci peut être justifié par l'incertitude sur le champ de modulation des bobines, qui impacte directement la tension du LIA. Bien que le champ de modulation des bobines soit inférieur à 10% de la largeur de résonance, un champ de modulation trop élevé peut aussi déformer la dérivée du signal. De plus, il est possible que les filtres du LIA atténuent partiellement le signal, ce qui n'est pas pris en compte dans le modèle. Le modèle avec $\eta = 2 \times 10^{-4}$ a alors une sensibilité de 62 mV/ μ T, un ordre de grandeur plus réaliste, mais qui demeure plus élevé que la sensibilité expérimentale de 34 mV/ μ T.

Somme toute, il est possible de conclure que le modèle est assez représentatif des mesures expérimentales pour l'utiliser afin de simuler le comportement idéal d'un magnétomètre basé sur la résonance RPE ; l'équation (3.18) est alors valide :

$$S_M = \frac{4(2 - \epsilon)G_{LIA}\Delta B_{mod}|S_D|\sqrt{A_{pertes}P_0\eta Q_\infty J_M}}{\Delta B(\Delta B + \eta Q_\infty J_M)^2} . \quad (3.18)$$

CHAPITRE 5 MISE EN ŒUVRE ET VALIDATION EXPÉRIMENTALE DU MODÈLE POUR UN CAPTEUR RPE

Dans ce chapitre, la performance du capteur sera évaluée en fonction des trois figures de mérite présentées au chapitre 2. Tout d’abord, le circuit utilisé pour mettre le champ B_0 à une valeur le plus près possible du champ de résonance sera présenté. La méthodologie employée pour calculer ces figures de mérite sera aussi expliquée. Ensuite, il sera possible de varier un paramètre à la fois afin de valider si son impact sur la sensibilité est celui prévu par le modèle suggéré au chapitre 3 ; l’analyse expérimentale permettra également de voir l’impact du paramètre sur le bruit, ce qui n’a pas pu être modélisé. Finalement, on présentera la mesure expérimentale du capteur RPE la mieux optimisée en vertu des observations réalisées (et dans les limites de ce qui est réalisable dans le laboratoire) afin d’analyser sa performance.

5.1 Mise en place des champs magnétiques adéquats

Le capteur RPE nécessite l’application d’un champ B_0 égal au champ de résonance pour fonctionner à la sensibilité maximale. Un écart entre B_0 et B_{res} réduit la sensibilité du capteur, et peut même rendre le capteur non-fonctionnel si B_0 est hors de la plage linéaire. Le comportement linéaire du capteur est limité à une plage d’environ $\Delta B = (385.7 \pm 0.1) \mu\text{T}$ centrée sur le champ de résonance de $B_{res} = (350.5 \pm 0.1) \text{ mT}$, selon la figure 4.12. Pour contrôler le champ B_0 avec un maximum de finesse et de stabilité, on peut utiliser un régulateur de tension accompagné d’un diviseur de tension afin d’alimenter le contrôleur de l’électro-aimant ; un circuit est proposé en annexe D à la figure D.1.

Il faut ensuite générer le champ magnétique à mesurer δB qui sera détecté par le capteur. Il n’est pas recommandé d’utiliser un champ à mesurer DC. En effet, si δB est un champ DC, la variation en tension δV du LIA pourrait se confondre avec une dérive du signal due à une variation de température ou à l’instabilité momentanée du champ magnétique B_0 . Alors, un champ à mesurer oscillant à une fréquence de 50 Hz est choisi. Utiliser une telle fréquence permet également de procéder au calcul de la densité spectrale du signal par une transformée de Fourier, un outil important dans l’analyse du bruit. Cette fréquence de 50 Hz est nettement inférieure aux fréquences de modulation utilisées par les LIA A et B ($\omega_{mod} \approx 5 \text{ kHz}$ pour la modulation du champ magnétique, et $\omega_{AFC} \approx 100 \text{ kHz}$ pour la modulation en fréquence), et pourra alors facilement être différenciée de ces signaux.

Ce signal est généré par un générateur de fonction lié aux bobines “Fast Sweep” de la cavité.

Un courant de 10 mA traverse les bobines, ce qui signifie qu'un champ magnétique d'une amplitude de (14.0 ± 1.4) μT est appliqué par les bobines, après la conversion des unités RMS en amplitude crête. On a alors un champ à mesurer $\delta B \ll \Delta B$, qui peut être mesuré par le capteur sans sortir de sa plage dynamique.

5.2 Exemple de calcul des figures de mérite

Cet exemple est basé sur un capteur exploitant un échantillon de poudre de DPPH dans une cavité commerciale Bruker *ER 4102ST* [29]. Les paramètres expérimentaux sont réglés aux valeurs présentées dans le tableau 5.1.

TABLEAU 5.1 Paramètres utilisés pour calculer les figures de mérite du capteur. L'échantillon utilisé est le DPPH, un matériau paramagnétique.

Paramètre	Valeur
m (mg)	6.4 ± 0.1
β_∞	0.9804 ± 0.0001
Q_∞	7540 ± 20
P_0 (dBm)	25
ΔB_{mod} (μT)	29 ± 4
G_{LIA}	200
$ S_D $ ($\text{V}/\text{W}^{1/2}$)	8.54 ± 0.01
A_{pertes}	0.362
$\omega_\infty/2\pi$ (GHz)	9.766

La tension du LIA en fonction du temps est présentée à la figure 5.1 ; le champ à mesurer a une amplitude de (14.0 ± 1.4) μT et une fréquence de 50 Hz. Un champ magnétique sinusoïdal à mesurer à 50 Hz entraîne une composante sinusoïdale à 50 Hz dans la tension V_{LIA} ; le capteur est fonctionnel. Seulement 100 ms sont présentées sur la figure, bien que la mesure complète ait duré environ 5 secondes, car cet extrait permet de bien voir les oscillations du signal à 50 Hz. On peut procéder à l'évaluation quantitative de sa performance par l'analyse de la sensibilité, du niveau de bruit et du bruit magnétique équivalent du capteur.

5.2.1 Mesure de la sensibilité

La sensibilité expérimentale du capteur peut être calculée ainsi :

$$S_{M,exp} = \frac{\delta V}{\delta B}, \quad (5.1)$$

où δV est l'amplitude de la variation en tension, et δB est l'amplitude de la variation en champ magnétique. $\delta B = (14.0 \pm 1.4) \mu\text{T}$ étant déjà connue, on peut trouver δV en ajustant la fonction suivante sur la tension du LIA :

$$V_{LIA}(t) = At + B + C \sin((2\pi f)t + \phi) , \quad (5.2)$$

où A est un terme qui décrit la dérive de la tension (due aux variations de température, par exemple), B est une tension DC proportionnelle à l'écart entre B_0 et B_{res} , $C = \delta V$ est l'amplitude de la variation en tension, $f \approx 50 \text{ Hz}$ est la fréquence de la variation et ϕ est un déphasage arbitraire. L'ajustement de cette fonction sur le signal de sortie du LIA est présenté à la figure 5.1.

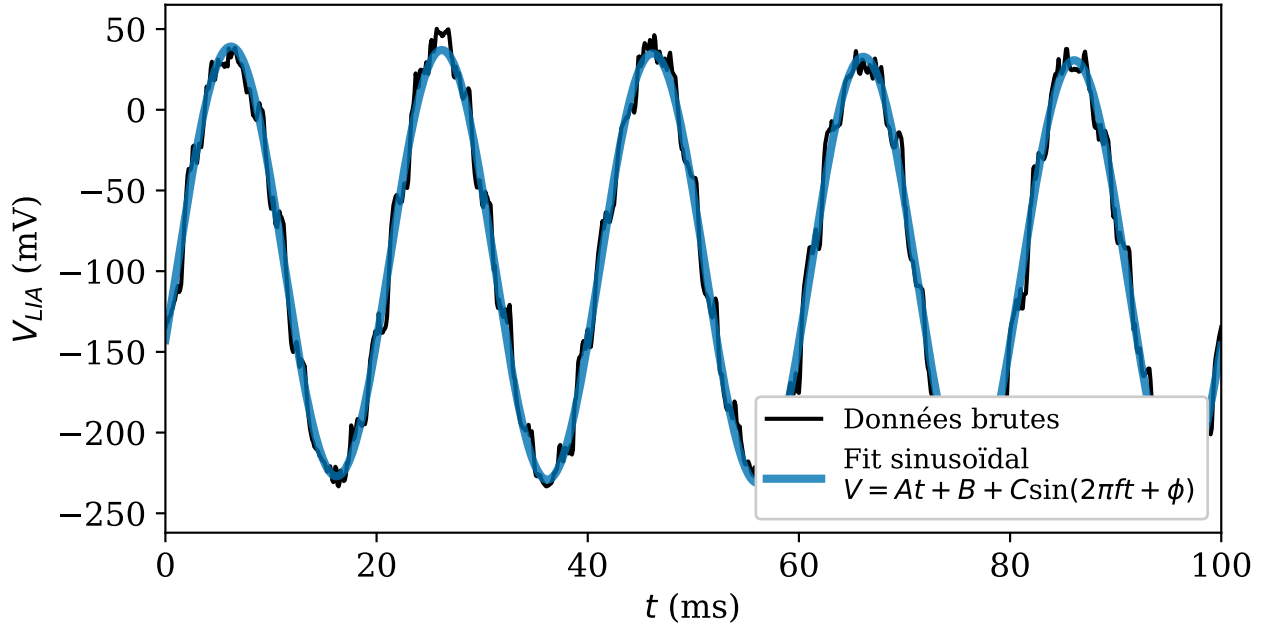


FIGURE 5.1 **Fonction sinusoïdale ajustée sur la tension du LIA en fonction du temps, en présence d'un champ magnétique à mesurer.** Le champ à mesurer a une amplitude de $(14.0 \pm 1.4) \mu\text{T}$ à une fréquence d'environ 50 Hz. L'ajustement de l'équation (5.2) permet de retrouver les paramètres suivants : $A = (-110 \pm 10) \text{ mV/s}$, $B = (-92.8 \pm 0.7) \text{ mV}$, $C = (132.6 \pm 0.5) \text{ mV}$, $f = (50.09 \pm 0.02) \text{ Hz}$ et $\phi = (-0.385 \pm 0.007) \text{ rad}$.

L'ajustement permet de trouver $\delta V = |C| = (132.6 \pm 0.5) \text{ mV}$. Avec l'équation (5.1) et δB , on trouve une sensibilité expérimentale de $(9.5 \pm 0.9) \text{ mV}/\mu\text{T}$. La source d'incertitude dominante provient de la valeur incertaine du champ à mesurer, telle que suggérée par la caractérisation des bobines présentée à la section 4.1.

La sensibilité expérimentale est beaucoup plus petite que celle qui a été modélisée. Le pa-

paramètre $B = (-92.8 \pm 0.7)$ mV non-nul de l'ajustement suggère que le champ magnétique B_0 n'était pas exactement à la valeur du champ de résonance. On peut estimer que B_0 était environ 10 μ T sous la valeur du champ de résonance au moment de cette mesure en divisant la valeur du paramètre B de l'ajustement présenté à l'équation (5.1) par la valeur de la sensibilité de $S_{M,exp}$ calculée plus tôt. Ceci n'empêche pas le capteur de fonctionner, car il demeure dans son régime linéaire, mais la sensibilité n'a pas été maximisée.

5.2.2 Mesure du niveau de bruit

On peut utiliser l'ajustement présenté à la figure 5.1 pour déduire le niveau de bruit de la mesure. On émet l'hypothèse que tout signal qui n'est pas associé à l'ajustement de l'équation (5.2) sur les données est une source de bruit. Une lente dérive du signal (en raison d'une variation de la température, par exemple) devrait normalement être modélisée comme un bruit à très basse fréquence. Cependant, comme cette dérive est incluse dans l'équation (5.2) par le paramètre A , elle ne sera pas considérée comme du bruit pour l'instant.

Pour quantifier le niveau de bruit, on commence par calculer l'écart-type des résidus de l'ajustement sur le signal, qu'on note σ . On calcule la densité spectrale de bruit B_V avec l'équation suivante :

$$B_V = \frac{\sigma}{\sqrt{f_N}} , \quad (5.3)$$

où f_N est la fréquence d'échantillonnage du signal, ce qui correspond au nombre de points par seconde. Avec une fréquence d'échantillonnage de 10 kHz, on trouve un bruit de 102 μ V/Hz^{1/2}.

5.2.3 Mesure du bruit magnétique équivalent

La densité spectrale du bruit magnétique équivalent est calculée ainsi :

$$B_M = \frac{B_V}{S_{M,exp}} , \quad (5.4)$$

avec la sensibilité expérimentale $S_{M,exp}$ calculée plus tôt et la densité spectrale de bruit B_V . La présente mesure suggère un bruit magnétique équivalent de (11 ± 1) nT/Hz^{1/2}. Le plus petit champ magnétique pouvant être détecté par le capteur, δB_{min} , dépend de la bande passante du signal sortant du LIA, notée $\Delta\nu$. Cette bande passante est inversement proportionnelle à la constante de temps du LIA. On calcule le plus petit champ magnétique pouvant être détecté par le capteur, δB_{min} , comme suit :

$$\delta B_{min} = B_M \sqrt{\Delta\nu} . \quad (5.5)$$

δB_{min} représente la plus petite valeur de champ magnétique qui se démarque du bruit.

De manière alternative, on peut calculer la transformée de Fourier discrète (FFT) du signal sortant du LIA, pour une mesure de 5 secondes. Pour obtenir la densité spectrale du bruit magnétique équivalent, on divise la FFT par la sensibilité expérimentale $S_{M,exp}$; la densité spectrale est présentée à la figure 5.2.

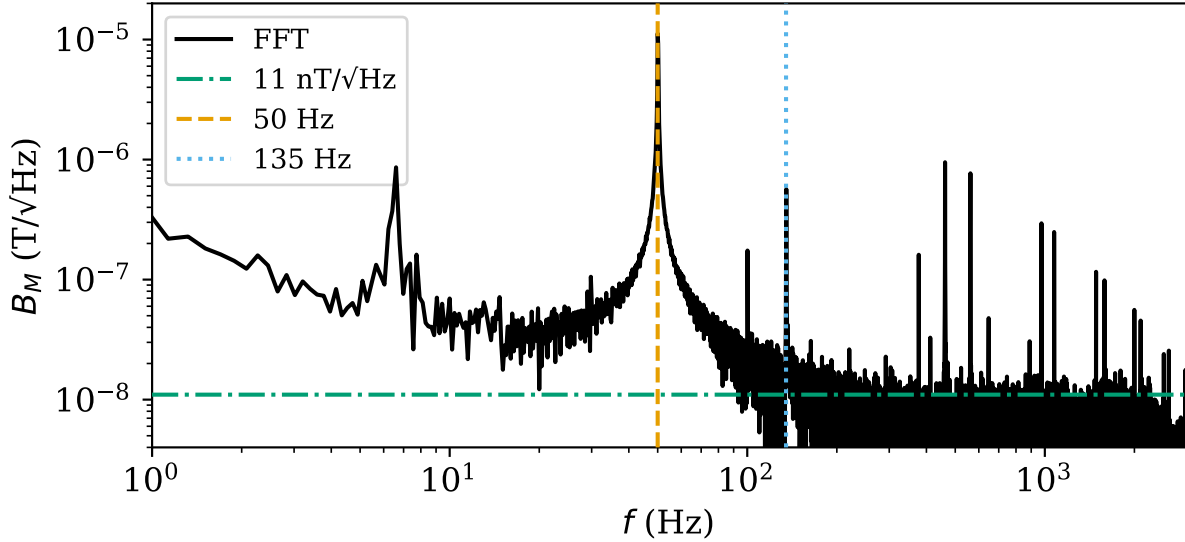


FIGURE 5.2 **Densité spectrale du bruit magnétique équivalent.** Malgré du bruit plus élevé en $1/f$, le seuil de bruit magnétique équivalent est posé à (11 ± 1) nT/Hz $^{1/2}$. On remarque que le signal d'intérêt à 50 Hz est dominant. Il y a un pic de signal parasite à 135 Hz. Le ratio de signal sur bruit est $SNR = 461$ (26.6 dB).

Le ratio signal sur bruit de la mesure est d'environ $SNR = 461$ (26.6 dB). Cette densité spectrale montre que le bruit à hautes fréquences est relativement bas ; on remarque un pic parasite à environ 135 Hz et des harmoniques du pic d'intérêt. Le pic à 135 Hz sera un facteur limitant dans le choix de la constante de temps du LIA ; ce détail sera discuté plus loin, à la section 5.3.2.

Le bruit à basses fréquences dépasse légèrement le bruit magnétique équivalent calculé avec l'équation (5.4). On rappelle que le calcul de la densité spectrale de bruit (en V/Hz $^{1/2}$) réalisé avec l'équation (5.3) néglige le bruit à basses fréquences, qui est bien présent dans la densité spectrale présentée à la figure 4.5. Ce bruit peut être associé à une faible dérive de la tension avec le temps ; en effet, l'ajustement de l'équation (5.2) suggère une dérive de (-110 ± 10) mV/s sur une période de 10 ms, due aux fluctuations thermiques. De plus, la diode a un bruit en $1/f$, tel que discuté à la section 4.2 ; il est possible que ce bruit se transmette jusqu'au signal du LIA, ou encore que le LIA lui-même cause un bruit similaire. Cela signifie que le seuil de bruit magnétique équivalent calculé de (11 ± 1) nT/Hz $^{1/2}$ est

davantage adapté à une mesure de champ magnétique oscillant à une fréquence supérieure ou égale à 50 Hz.

5.3 Validation expérimentale de l'impact des paramètres sur la performance du capteur

Il est possible de répéter la méthodologie présentée dans la dernière section pour une gamme de mesures expérimentales. En faisant varier un paramètre expérimental à la fois, on peut voir comment le paramètre impacte la sensibilité, le bruit et ultimement, le bruit magnétique équivalent, et établir quelle combinaison de paramètres expérimentaux permet d'atteindre la meilleure performance du capteur. L'équation (3.18) de la sensibilité du magnétomètre, qui a été établie au chapitre 3, est la suivante :

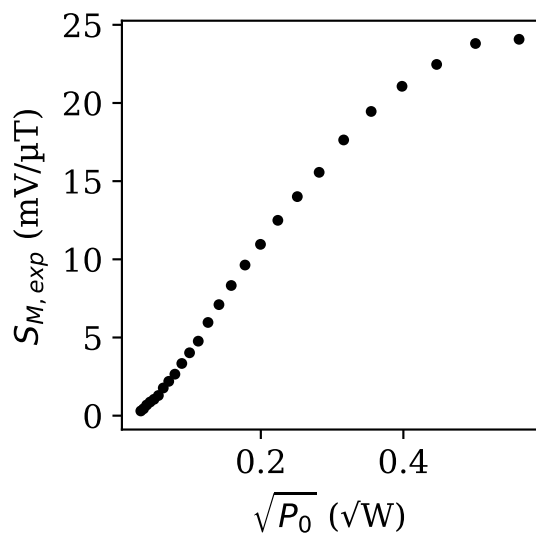
$$S_M = 4G_{LIA}\Delta B_{mod}|S_D|\sqrt{A_{pertes}P_0}\frac{(2-\epsilon)\eta Q_\infty J_M}{\Delta B(\Delta B + \eta Q_\infty J_M)^2}, \quad (3.18)$$

où G_{LIA} est la constante de gain du LIA, ΔB_{mod} est le champ de modulation des bobines, S_D est la sensibilité de la diode, A_{pertes} est un facteur d'atténuation attribué aux pertes de puissance dans les câbles et les guides d'ondes, P_0 est la puissance incidente, ϵ est l'écart entre le coefficient de couplage β_∞ et sa valeur critique, η est le facteur de remplissage, Q_∞ est le facteur de qualité de la cavité, J_M est l'aimantation de l'échantillon magnétique et ΔB est la largeur de résonance.

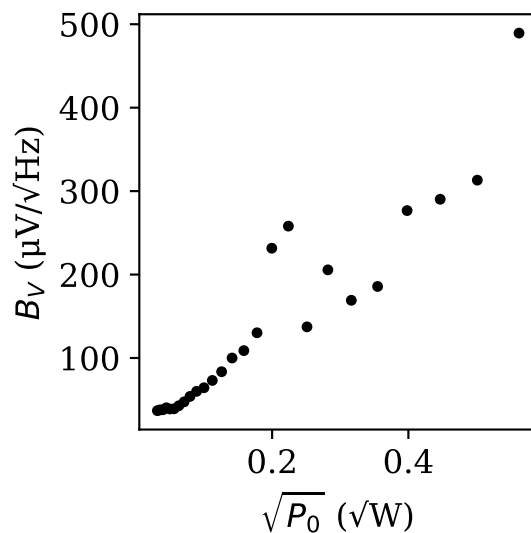
Certains paramètres peuvent plus facilement être variés que d'autres afin de voir expérimentalement leur impact sur la puissance. La puissance incidente, le gain du LIA et le coefficient de couplage à champ élevé peuvent être variés ainsi. Il en est de même pour la masse de DPPH et la constante de temps du LIA ; bien que ces paramètres n'apparaissent pas directement dans l'expression modélisée de la sensibilité, ces mesures permettent de déterminer comment ils peuvent optimiser la sensibilité et la performance du capteur de manière plus empirique. En effet, la masse de DPPH affecte le facteur de remplissage η , mais le modèle ne permet pas de quantifier une masse maximale permettant de maximiser la sensibilité ; une mesure expérimentale permet de trouver une masse de DPPH idéale.

5.3.1 Impact de la puissance incidente

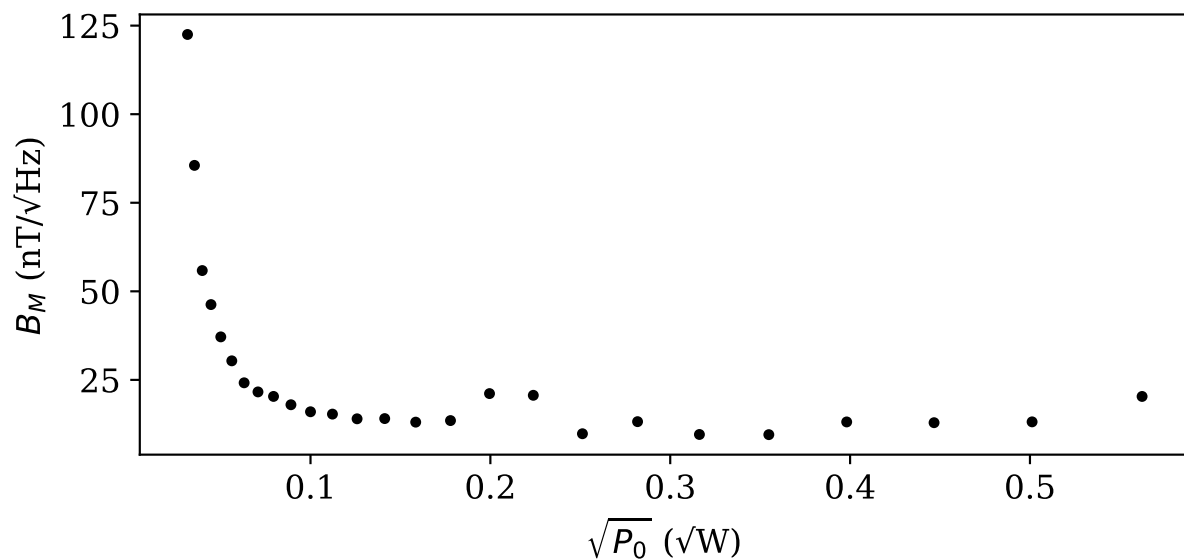
L'équation (3.18) de la sensibilité théorique suggère que la sensibilité augmente de façon linéaire avec la racine carrée de puissance incidente envoyée dans le montage. La figure 5.3a présente la sensibilité du capteur en fonction de la racine de la puissance incidente.



(a) Sensibilité du capteur en fonction de la racine de la puissance incidente.



(b) Bruit du capteur en fonction de la racine de la puissance incidente.



(c) Bruit magnétique équivalent du capteur en fonction de la racine de la puissance incidente.

FIGURE 5.3 Impact de la puissance incidente sur la performance du capteur. Des puissances incidentes entre 0 et 25 dBm ont été testées, donc entre 1 et 316 mW.

La tendance générale de la courbe de la figure 5.3a permet de confirmer le modèle. L'analyse du bruit permet aussi de conclure que le bruit augmente si la puissance incidente augmente (figure 5.3b). Le calcul du bruit magnétique équivalent, présenté à la figure 5.3c, permet de montrer qu'augmenter la puissance incidente permet d'augmenter la performance du capteur. Cependant, à partir d'environ 10 mW (10 dBm), le bruit magnétique équivalent cesse de diminuer, et demeure presque constant entre 10 et 12 nT/Hz^{1/2}. Ceci permet de conclure que le capteur a une performance optimale si la puissance incidente est supérieure ou égale à $P_0 = 10$ mW ; ceci est valide pour le type d'échantillon utilisé, soit le DPPH, et la cavité rectangulaire utilisée.

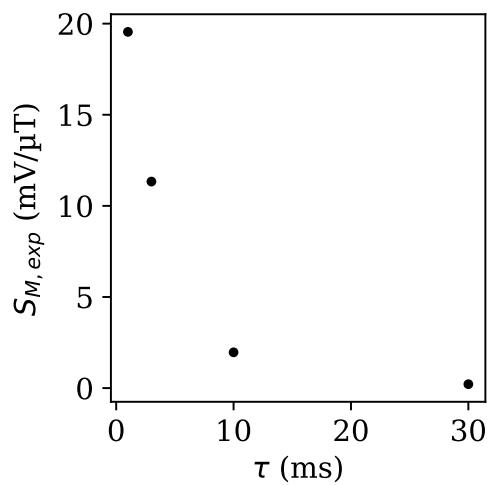
La plage de puissances incidentes testées était limitée à des valeurs entre 0 et 25 dBm ; la puissance maximale pouvant être envoyée par la source est de 25 dBm. Avec une source plus puissante, il aurait été possible de regarder l'impact à puissance plus élevée. Éventuellement, on s'attend à voir des effets de saturation de la résonance paramagnétique électronique. Avec un échantillon ferromagnétique, on peut observer des effets non linéaires si la puissance incidente est trop élevée. Ces effets de saturation et ces effets non-linéaires dégradent la sensibilité du capteur ; il existe alors également une limite supérieure à la puissance incidente qui peut être envoyée, bien que cette limite n'apparaisse pas dans le modèle suggéré par l'équation (3.18) ou les mesures expérimentales. De plus, il faut aussi utiliser des puissances qui respectent la plage dynamique de la diode, sans l'abîmer. La diode Anritsu utilisée a une limite de 20 dBm pour la puissance d'entrée.

5.3.2 Impact de la constante de temps du LIA

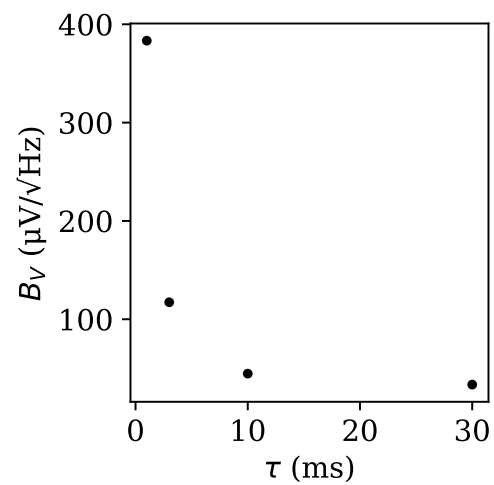
La constante de temps du LIA, notée τ , permet d'ajuster la manière dont le LIA filtre le bruit. Une constante de temps plus élevée signifie que le LIA moyenne le signal sur une plage temps plus longue, et correspond à un filtre avec une plus petite largeur de bande. Une constante de temps élevée permet d'avoir un signal avec moins de bruit, au détriment de la bande passante du capteur qui diminue.

Le signal à mesurer est à 50 Hz ; la constante de temps ne doit pas être assez élevée pour filtrer la composante du signal à 50 Hz, et donc de période de 20 ms. Pour ces raisons, des constantes de temps inférieures à 30 ms sont étudiées. Des constantes de temps inférieures à 1 ms ne filtrent pas suffisamment le bruit ; le pic parasite à 135 Hz sur la figure 5.2 devient dominant. Alors, des constantes de temps de 1, 3, 10 et 30 ms seront étudiées. Les résultats de l'analyse de l'impact de la constante de temps sur la sensibilité, le bruit et le bruit magnétique équivalent sont présentés à la figure 5.4.

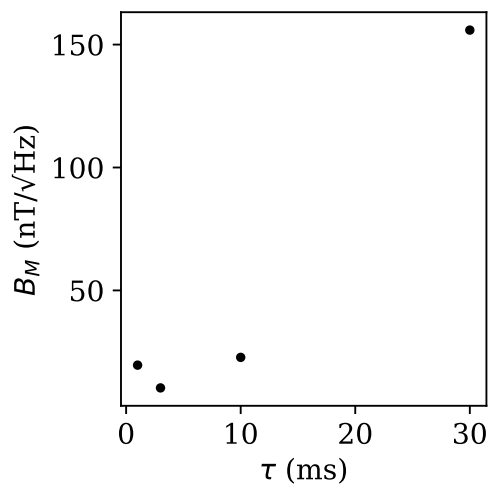
La sensibilité décroît lorsque la constante de temps augmente ; en effet, pour un signal oscillant



(a) Sensibilité du capteur en fonction de la constante de temps du LIA.



(b) Bruit du capteur en fonction de la constante de temps du LIA.



(c) Bruit magnétique équivalent du capteur en fonction de la constante de temps du LIA.

FIGURE 5.4 Impact de la constante de temps du LIA sur la performance du capteur. Des constantes de temps de 1, 3, 10 et 30 ms ont été étudiées.

à 50 Hz, il est logique que l'amplitude du signal du LIA soit de plus en plus petite si le signal est davantage filtré. Le bruit diminue aussi en augmentant la constante de temps, ce qui est aussi attendu. L'analyse du bruit magnétique équivalent permet de conclure que $B_M \approx 12 \text{ nT/Hz}^{1/2}$, avec une constante de temps de 3 ms, est la meilleure performance qu'on peut atteindre. Le graphique 5.4c suggère un minimum de bruit magnétique équivalent pour des constantes de temps entre 1 et 10 ms.

Selon certains auteurs, la constante de temps ne devrait pas excéder 10% de la période du signal à mesurer pour éviter une distorsion du signal [11]. Pour un signal à 50 Hz, la période est de 20 ms, et le seuil serait autour de 2 ms. Une constante de temps d'environ 3 ms respecte alors l'ordre de grandeur de la limite où le signal est filtré à son maximum pour minimiser le bruit, mais sans trop être déformé par un lissage excessif. L'impact de la constante de temps sur le signal du LIA sera discuté davantage au chapitre 6.

5.3.3 Impact du gain du LIA

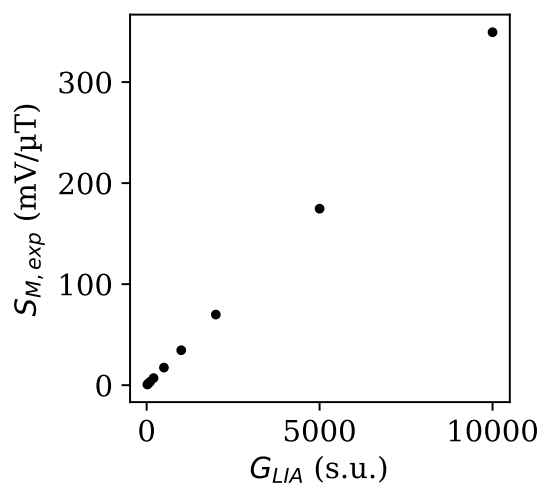
Dans cette section, l'impact du gain du LIA sur la sensibilité et la performance du capteur est analysé. Il est à noter qu'on utilise la définition du gain donnée à l'équation (3.5) :

$$G_{LIA} = \frac{10 \text{ V}}{S_{LIA}}, \quad (3.5)$$

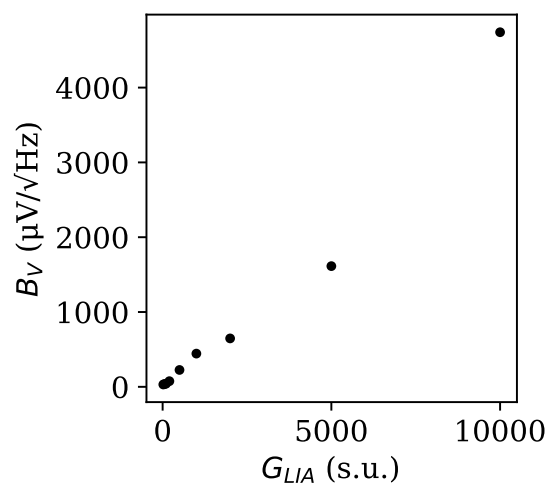
où S_{LIA} est la plage dynamique sélectionnée sur le LIA pour la composante à 50 Hz de son signal d'entrée. Alors, le gain du LIA est complètement indépendant de la constante de temps τ , selon cette analyse. On néglige alors l'effet de l'atténuation du signal causée par une valeur de τ trop élevée; cet effet a déjà été analysé à la section 5.3.2.

Le modèle de la sensibilité du magnétomètre suggéré par l'équation (3.18) prévoit que la sensibilité du capteur est directement proportionnelle au gain du LIA. En faisant varier la plage dynamique du LIA pour des valeurs entre 1 et 500 mV, on peut évaluer des valeurs de gain entre 20 et 10 000 environ. Cette plage de valeurs est délimitée par la plus petite valeur de gain qui permet la lecture claire d'un signal qui se démarque du bruit, et la plus grande valeur de gain qui permet de lire un signal qui n'est pas saturé par la limite du LIA. Les résultats de l'analyse de l'impact du gain du LIA sur la sensibilité, le bruit et le bruit magnétique équivalent sont présentés à la figure 5.5.

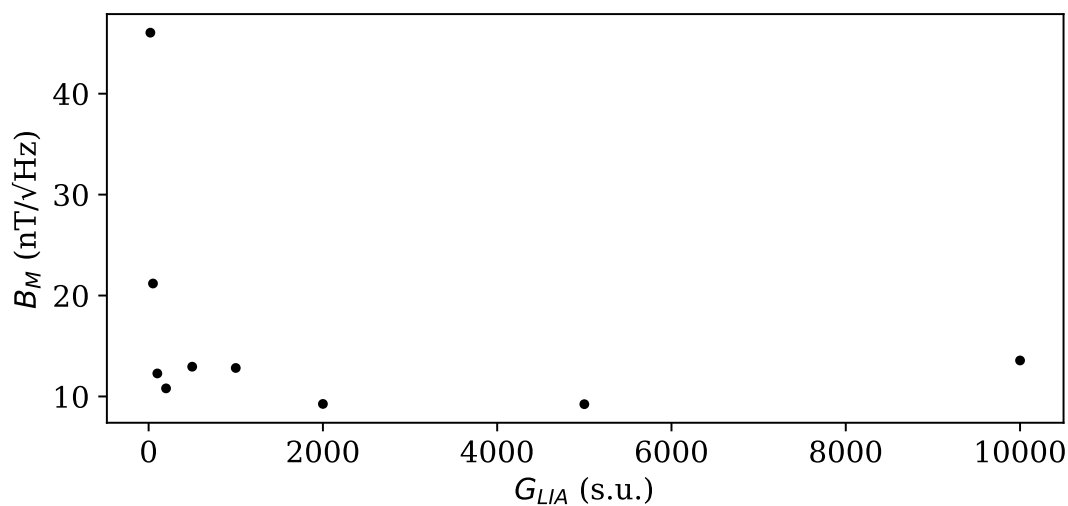
Tel que prédit par le modèle, la sensibilité croît de manière parfaitement linéaire avec le gain. Or, le comportement du bruit est similaire, car le LIA amplifie également le bruit. L'analyse du bruit magnétique équivalent permet de conclure que des gains entre 200 et 10 000 (associés à des plages dynamiques du LIA entre 50 mV et 1 mV) permettent d'obtenir une performance



(a) Sensibilité du capteur en fonction du gain du LIA.



(b) Bruit du capteur en fonction du gain du LIA.



(c) Bruit magnétique équivalent du capteur en fonction du gain du LIA.

FIGURE 5.5 Impact du gain du LIA sur la performance du capteur. La plage dynamique sélectionnée sur le LIA varie entre 1 et 500 mV, ce qui entraîne des gains entre 20 et 10 000.

optimale, avec un champ minimum détectable de l'ordre de $10 \text{ nT/Hz}^{1/2}$. Pour des gains entre 200 et 10 000, le ratio signal sur bruit semble plutôt constant.

5.3.4 Impact de la masse de DPPH

La quantité de DPPH utilisée a un impact sur le facteur de remplissage. Une plus grande masse de DPPH utilisée, soit un plus grand volume, fait augmenter η , et a un impact sur la valeur du coefficient de réflexion. Comme la masse impacte directement S_{11} , on peut directement évaluer S_{11} avec un PNA et un balayage linéaire du champ magnétique.

La méthodologie utilisée consiste à mesurer $S_{11}(\omega_0 = \omega_C)$ en fonction du champ magnétique. On peut remanier l'équation (3.18) de la sensibilité théorique du capteur magnétique ainsi :

$$S_M = G_{LIA} \Delta B_{mod} |S_D| \sqrt{A_{pertes} P_0} \left. \frac{d^2 S_{11}}{dB_0^2} \right|_{B_0=B_{res}}, \quad (5.6)$$

où G_{LIA} est le gain du LIA, ΔB_{mod} est l'amplitude du champ de modulation, S_D est la sensibilité de la diode, $A_{pertes} = 0.362$ est le facteur de pertes défini expérimentalement au chapitre 4 et P_0 est la puissance incidente. En dérivant numériquement S_{11} mesuré avec le PNA et en utilisant les paramètres idéaux trouvés plus haut (G_{LIA} et P_0), on peut calculer une estimation de la sensibilité du capteur pour plusieurs masses différentes.

La tension de la diode est proportionnelle à un facteur $\eta Q_\infty \chi''$, si on analyse l'expression analytique trouvée au chapitre 3 avec l'équation (3.3) :

$$V_D = S_D \sqrt{A_{pertes} P_0} \frac{\epsilon + \eta Q_\infty \chi''}{2 + \eta Q_\infty \chi''} + k. \quad (3.3)$$

Cela signifie que pour bien voir le pic de résonance, il faut un maximum de DPPH, pour maximiser le facteur de remplissage η . Cependant, si on remplit la cavité au complet avec un échantillon magnétique, on affecte le facteur de qualité Q_∞ . En effet, si l'échantillon est trop volumineux, il occupe un volume de la cavité où le champ électrique est de plus en plus important (le champ électrique est nul exactement au centre de la cavité), ce qui cause des pertes diélectriques non-négligeables qui dégradent le facteur de qualité de la cavité. Cet effet est encore plus prononcé pour les matériaux ferromagnétiques, car leur aimantation plus élevée a un impact encore plus grand sur la cavité. Il doit alors exister un compromis dans la quantité de DPPH à utiliser pour maximiser la sensibilité du capteur magnétique, de sorte à obtenir un facteur $\eta Q_\infty \chi''$ qui maximise la sensibilité.

Les résultats de l'analyse expérimentale de l'impact de la masse de DPPH sur la sensibilité sont présentés à la figure 5.6 ; des masses entre 0.4 et 9.3 mg de DPPH ont été testées. L'in-

certitude sur les masses est de ± 0.1 mg. Cette analyse permet de conclure que d'un point de

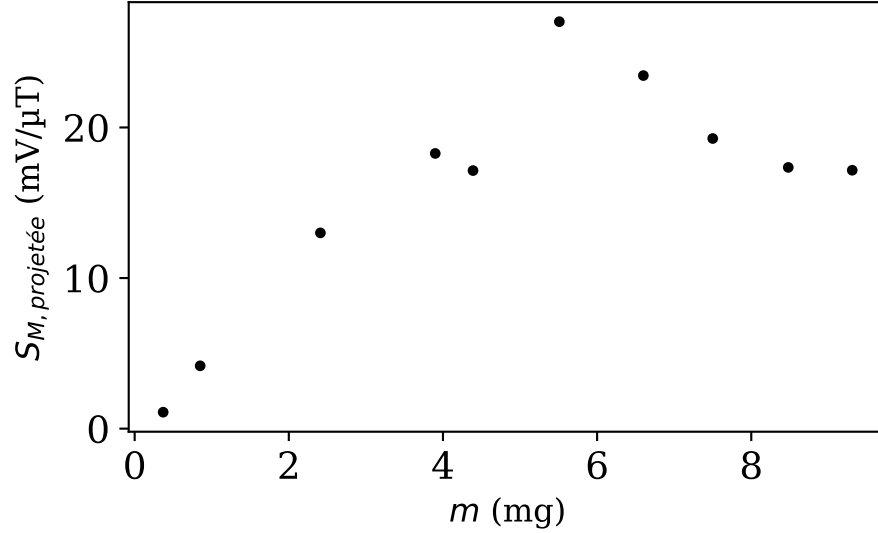


FIGURE 5.6 **Estimation de la sensibilité du capteur en fonction de la masse de DPPH.** Des masses entre 0.4 et 9.3 mg de DPPH ont été testées. L'incertitude sur les masses est de ± 0.1 mg.

vue purement expérimental, une masse de DPPH entre 5 et 7 mg permet d'obtenir un maximum de sensibilité. Cette masse représente une valeur théorique du facteur de remplissage entre 7.7×10^{-4} et 1.1×10^{-3} ; ces valeurs sont basées sur le calcul théorique de η proposé à l'équation (2.33), soit pour une masse ponctuelle placée dans une cavité rectangulaire dans le mode TE_{102} . La sensibilité théorique serait d'environ 25 mV/μT; comme on utilise un modèle théorique pour calculer la sensibilité, cette dernière peut être surévaluée, mais demeure dans les bons ordres de grandeur.

Au chapitre 6, une analyse théorique plus approfondie sera réalisée afin de mettre au clair quel est le terme $\eta Q_{\infty} J_M$, proportionnel à $\eta Q_{\infty} \chi''$, qui permet de maximiser la sensibilité.

Comme cette technique de mesure ne fait pas intervenir les mêmes appareils que ceux du montage typique du capteur, l'analyse du niveau de bruit n'est pas pertinente.

5.3.5 Impact du coefficient de couplage à champ élevé

Le facteur de couplage à champ élevé, β_{∞} , a un impact sur la valeur du coefficient de réflexion. Avec une méthodologie similaire à celle utilisée pour la masse de DPPH, on peut évaluer l'impact de β_{∞} sur la sensibilité du capteur avec une mesure du PNA et un calcul théorique

de la sensibilité proposé à l'équation (5.6). L'expression théorique de la sensibilité du capteur présentée à l'équation (3.18) suggère que la sensibilité serait maximisée pour des valeurs de ϵ petites, telles que $\epsilon = 1 - \beta_\infty$, donc pour un coefficient de couplage à champ élevé qui se rapproche de la valeur critique de $\beta_\infty = 1$. Les résultats de cette analyse sont présentés à la figure 5.7.

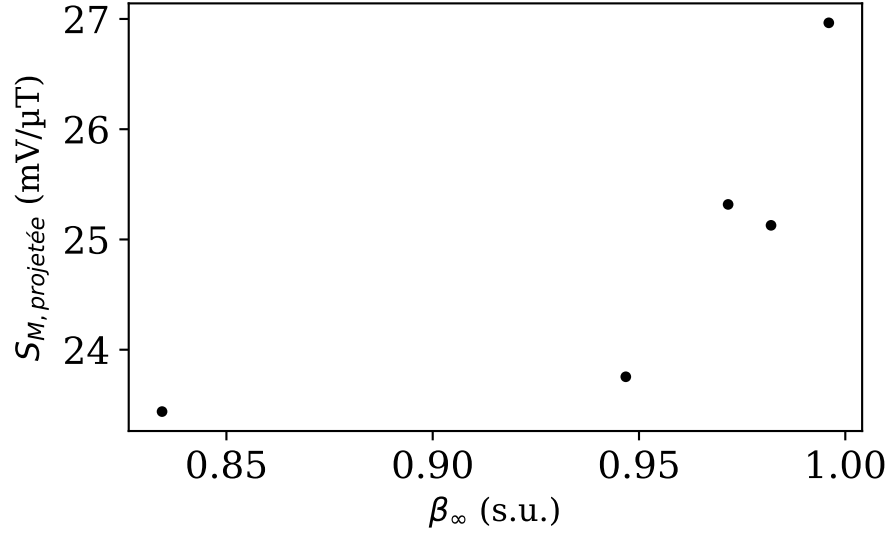


FIGURE 5.7 **Estimation de la sensibilité du capteur en fonction du coefficient de couplage à champ élevé β_∞ .** Des valeurs de β_∞ entre 0.8344 et 0.9960 ont été testées.

Cette analyse confirme que plus le couplage s'approche de la valeur du couplage critique, plus le capteur est sensible. Le modèle théorique est de nouveau validé.

5.4 Performance du capteur optimisé

En vertu des résultats obtenus dans la validation expérimentale de l'impact des paramètres sur la sensibilité du capteur, on conclut que le capteur ayant la performance optimale possède les caractéristiques présentées au tableau 5.2.

TABLEAU 5.2 Paramètres utilisés pour optimiser la performance du capteur

Paramètre	P_0 (dBm)	τ (ms)	G_{LIA}	m (mg)	β_∞
Valeur optimale	> 10	3	> 200	5 - 7	1
Valeur testée	25	3	200	6.4 ± 0.1	0.9804 ± 0.0001

Le modèle simulé au chapitre 3, sa mesure de référence présentée au chapitre 4 et la mesure expérimentale donnée en exemple pour le calcul des figures de mérite au début du présent chapitre utilisaient les valeurs présentées à la deuxième ligne du tableau 5.2, et qui sont en accord avec les valeurs optimales suggérées. Les sensibilités respectives du modèle mathématique, de la mesure RPE avec un balayage du champ magnétique et du capteur RPE avec un signal à 50 Hz sont de 62 mV/ μ T, 34 mV/ μ T et 9.5 mV/ μ T.

Bien que les trois sensibilités soient du même ordre de grandeur, plusieurs pistes permettent d'expliquer l'écart entre chaque sensibilité obtenue. L'incertitude sur le positionnement de l'échantillon au centre de la cavité, l'incertitude sur la caractérisation de la relation courant-champ des bobines et l'atténuation du signal dû aux filtres du LIA (dont l'intensité dépend de la constante de temps τ) sont des pistes qui ont été suggérées au chapitre 4 pour expliquer l'écart entre la sensibilité modélisée et celle observée par une mesure RPE expérimentale.

L'écart entre la sensibilité obtenue lors de la mesure RPE par balayage du champ et celle obtenue quand le capteur mesure un champ de 50 Hz peut être expliquée par plusieurs raisons. La caractérisation de la performance du capteur a été réalisée à environ 10 μ T sous le champ de résonance exact de l'échantillon, ce qui fait en sorte que la sensibilité n'a pas exactement été maximisée. De plus, les deux mesures utilisaient une constante de temps de 3 ms. Comme la durée du balayage du pic est d'environ 500 ms dans la mesure RPE par balayage, contrairement à une période de 20 ms pour le capteur qui mesure un champ oscillant à 50 Hz, il est plausible que les filtres aient un impact d'atténuation plus prononcé pour le signal à 50 Hz. Ceci fait alors en sorte que le signal du LIA est atténué pour un champ oscillant à 50 Hz, et diminue donc la sensibilité du capteur.

Une suggestion afin de maximiser la sensibilité expérimentale du capteur serait d'optimiser la sensibilité de la diode. Cette dernière a un maximum de sensibilité pour des puissances incidentes supérieures à 0.5 mW ; certains tests expérimentaux ont été réalisés avec des puissances réfléchies inférieures à ce seuil, donc hors de la plage idéale de la diode. Une amélioration possible serait d'ajouter un bras de compensation au montage, comme dans les montages RPE classiques, de sorte à polariser la diode afin que même hors résonance, la puissance minimale atteignant la diode soit dans sa plage de fonctionnement idéal, soit à plus de 0.5 mW.

Somme toute, les mesures expérimentales réalisées avec la version optimale du capteur RPE (en vertu des observations présentées dans ce chapitre) permettent d'atteindre une sensibilité de (9.5 ± 0.9) mV/ μ T. En considérant un niveau de bruit de l'ordre de 102 μ V/Hz^{1/2}, le bruit magnétique équivalent est d'environ (11 ± 1) nT/Hz^{1/2}. Ceci permet de conclure que le capteur, dans son état actuel, pourrait mesurer un champ magnétique minimum de l'ordre des nT.

Cette version du capteur dite “optimisée” suppose que l’échantillon magnétique est du DPPH, et que la cavité utilisée est forcément la cavité rectangulaire Bruker *ER 4102ST*. Cette performance considère également le bruit de tous les appareils, et principalement celui de la diode. Or, dans la prochaine section, il sera question d’évaluer la performance maximale théorique du capteur, notamment avec un échantillon idéal et un minimum de bruit.

CHAPITRE 6 DISCUSSION SUR LA PERFORMANCE OPTIMALE THÉORIQUE DU CAPTEUR

Dans ce chapitre, il sera question de la version théorique idéale d'un capteur RPE. Tout d'abord, la performance du capteur idéal sera discutée afin de trouver le bruit magnétique équivalent propre au capteur RPE. Ensuite, les défis associés aux mesures RPE quantitatives seront abordés afin de discuter des écarts entre la sensibilité modélisée et la sensibilité mesurée de manière expérimentale. Finalement, d'éventuelles améliorations au montage seront discutées.

6.1 Performance du capteur RPE idéal

La présente section porte sur la performance maximale pouvant être atteinte, en théorie, par le capteur RPE. La sensibilité du capteur magnétique est décrite par le modèle établi au chapitre 3 :

$$S_M = 4G_{LIA}\Delta B_{mod}|S_D|\sqrt{A_{pertes}P_0}\frac{(2-\epsilon)\eta Q_\infty J_M}{\Delta B(\Delta B + \eta Q_\infty J_M)^2}, \quad (3.18)$$

où G_{LIA} est le gain du LIA, ΔB_{mod} est le champ de modulation des bobines, S_D est la sensibilité de la diode, A_{pertes} est un facteur d'atténuation attribué aux pertes, P_0 est la puissance incidente, ϵ est l'écart entre le coefficient de couplage β_∞ et sa valeur critique, η est le facteur de remplissage, Q_∞ est le facteur de qualité de la cavité, J_M est l'aimantation de l'échantillon magnétique et ΔB est la largeur de résonance.

L'équation (3.18) suggère que maximiser le champ de modulation ΔB_{mod} permet de maximiser la sensibilité. Cependant, pour éviter que le signal du Lock-In ne soit déformé par rapport à la valeur attendue, il faut que la largeur du champ de modulation reste inférieure ou égale à la largeur de résonance ΔB . On peut alors poser le critère suivant pour limiter ΔB_{mod} :

$$\Delta B_{mod} \leq \Delta B/5. \quad (6.1)$$

Cette limite permet de s'assurer que le modèle soit le plus conforme possible à la réalité. Or, un champ de modulation plus grand que ce que cette limite pourrait peut-être maximiser la sensibilité expérimentale, mais diverger de la valeur attendue selon le modèle. Une analyse plus approfondie basée sur des tests expérimentaux serait pertinente afin de trouver la valeur de ΔB_{mod} qui maximise réellement la sensibilité. Pour l'instant, on se contente d'utiliser le critère suggéré à l'équation (6.1).

On peut séparer la sensibilité en deux facteurs ; un premier qui dépend de paramètres intrinsèques à la résonance magnétique, $S_{M,res}$, et un second qui dépend davantage des appareils utilisés et du montage expérimental, $S_{M,montage}$. On réécrit alors la sensibilité définie à l'équation (3.18) ainsi, en considérant également le critère établi par l'équation (6.1) :

$$S_M = \underbrace{\frac{4}{5} G_{LIA} |S_D| \sqrt{A_{pertes} P_0} (2 - \epsilon)}_{S_{M,montage}} \underbrace{\frac{\eta Q_\infty J_M}{(\Delta B + \eta Q_\infty J_M)^2}}_{S_{M,res}} = S_{M,montage} S_{M,res} . \quad (6.2)$$

Il est à noter que pour avoir des unités de sensibilité en V/T, il faut multiplier les deux facteurs ensemble ; individuellement, leurs unités ne sont pas typiques d'une sensibilité.

6.1.1 Échantillon magnétique idéal

Le choix de l'échantillon magnétique affecte le terme $S_{M,res}$, soit le terme intrinsèque à la résonance magnétique, car la valeur de l'aimantation J_M et la largeur de résonance ΔB dépendent du matériau. Un matériau ferromagnétique a typiquement des valeurs $J_M = J_S$ et ΔB plus élevées que pour un matériau paramagnétique. Or, si on cherche à maximiser $S_{M,res}$, on doit trouver un échantillon qui respecte l'équation suivante :

$$\frac{\partial S_{M,res}}{\partial (\eta Q_\infty J_M)} = 0 \implies \eta Q_\infty J_M = \Delta B . \quad (6.3)$$

Si cette condition est respectée, il est intéressant de noter comment le coefficient de réflexion S_{11} varie durant la résonance. Si le verrouillage en fréquence est activé de sorte que $\omega_0 = \omega_C$, son expression est celle de l'équation (3.11), détaillée au chapitre 3 :

$$S_{11}(\omega_0 = \omega_c) = \frac{\epsilon + \eta Q_\infty \chi''}{2 + \eta Q_\infty \chi''} , \quad (3.11)$$

où ϵ est l'écart entre le coefficient de couplage à champ élevé et sa valeur critique, et χ'' est la partie imaginaire de la susceptibilité magnétique effective. Si le champ appliqué B_0 est égal au champ de résonance B_{res} , la partie imaginaire de la susceptibilité magnétique atteint sa valeur maximale, telle que $\chi''(B_0 = B_{res}) = 2J_M/\Delta B$, selon sa définition à l'équation (2.37). Si $\epsilon \approx 0$ pour un couplage presque critique, en considérant l'équation (3.11) et la condition (6.3), on trouve que $S_{11}(\omega_0 = \omega_c, B_0 = B_{res}) = 1/2$.

Cela signifie qu'en maximisant la sensibilité du capteur, S_{11} varie entre 0 et 1/2, sans jamais atteindre la valeur de 1 pour $S_{11}(\omega_0 = \omega_c)$. Comme S_{11} tend vers 1 pour des fréquences incidentes très éloignées de la fréquence de résonance ($\omega_0 \gg \omega_c$), peu importe la valeur

de B_0 , cela indique qu'il existe toujours un pic de résonance bien défini en fonction de la fréquence. Il est alors possible de conserver le capteur RPE (ou RFM) dans un état de résonance lorsqu'il est soumis à un champ magnétique $B_0 = B_{res}$.

Si la condition donnée à l'équation (6.3) est respectée, on obtient l'expression suivante pour la sensibilité intrinsèque du capteur :

$$S_{M,res} = \frac{1}{4\Delta B} . \quad (6.4)$$

La sensibilité globale du capteur prend alors la forme suivante, si la condition est respectée :

$$S_M = \frac{1}{5\Delta B} G_{LIA} |S_D| \sqrt{A_{pertes} P_0 (2 - \epsilon)} . \quad (6.5)$$

L'équation (6.5) suggère que minimiser la largeur de résonance ΔB permet de maximiser la sensibilité. Il faut cependant garder en tête les impacts d'un petit ΔB sur la mesure.

Pour un paramagnétique, la largeur de résonance est inversement proportionnelle au temps de relaxation [21, 24]. Un long temps de relaxation signifie que des phénomènes de saturation peuvent subvenir en RPE ; augmenter la puissance incidente ne parviendra plus à augmenter l'amplitude du signal. Si ΔB est trop petit, l'amplitude du signal peut alors être réduite à cause de cette saturation et ce, malgré une puissance incidente élevée. Pour un matériau ferromagnétique, si ΔB est trop petit, il est aussi possible que l'échantillon devienne instable s'il est maintenu à résonance ; ceci se traduit par une nouvelle forme de bruit qui nuit à la performance du capteur. La valeur critique de ΔB qui permet d'éviter ces phénomènes est proportionnelle à $\sqrt{P_0}$; ceci limite donc la sensibilité du capteur, selon l'équation (6.5).

Somme toute, il faut garder en tête que minimiser à tout prix ΔB pour maximiser la sensibilité peut nuire à la performance du capteur à un certain point ; des mesures expérimentales sont recommandées dans les cas limites pour confirmer que ces effets secondaires peuvent être négligés, selon le cas étudié.

De plus, il est pertinent de rappeler que ΔB limite aussi la plage dynamique du capteur. Des pistes d'améliorations seront suggérées à la section 6.3 pour augmenter la plage dynamique du capteur.

Sensibilité maximale pour un échantillon semblable au DPPH

Soit un échantillon magnétique dont la largeur de résonance est semblable au DPPH, soit de $\Delta B \approx 386 \text{ } \mu\text{T}$. Selon l'équation (6.5), la sensibilité globale serait de l'ordre de $S_{M,res} \approx$

600 mV/ μT^{-1} . On calcule cette valeur à partir de l'équation (6.5), en prenant des valeurs de $G_{LIA} = 200$, $|S_D| = 8.54 \text{ V/W}^{1/2}$, $A_{pertes} = 0.362$, $P_0 = 316 \text{ mW}$ et $\epsilon = 0$; ces valeurs seront justifiées à la section 6.1.2.

Ce n'est pas une valeur qu'il est possible d'atteindre expérimentalement avec le DPPH et la cavité rectangulaire présentement utilisée, car la condition (6.3) n'est pas respectée; on a plutôt $\eta Q_\infty J_M \approx 30 \mu\text{T}$, ce qui est plus petit que ΔB , par un facteur d'environ 12.

Pour respecter la condition en utilisant du DPPH, il faudrait utiliser une cavité ayant un bien meilleur facteur de qualité pour augmenter Q_∞ . Il existe des cavités cylindriques opérant dans la même plage de fréquences, tout en ayant des facteurs de qualité de l'ordre de $Q_\infty \approx 20\,000$, donc 2 à 3 fois plus élevés que celui de la cavité qui a été utilisée dans le montage. De plus, des cavités construites avec des matériaux supraconducteurs peuvent également atteindre des facteurs de qualité d'ordres de grandeur très élevés à basse température [35]. Ces basses températures permettent aussi de maximiser l'aimantation du matériau, car $J_M \propto \chi_0 \propto 1/T$, selon les équations (4.1) et (4.2); cependant, réaliser des mesures à quelques K est un défi de taille, et peu compatible avec l'objectif d'un capteur polyvalent comme le *fluxgate*.

Malgré une cavité ayant un facteur de qualité 3 fois plus élevé, il faudrait encore un facteur d'environ 4 pour respecter la condition (6.3). Il faudrait alors se tourner vers un échantillon magnétique dont la densité de spins est 4 fois plus élevée que le DPPH. L'utilisation d'un matériau ferromagnétique ou ferrimagnétique serait alors une solution possible.

Sensibilité maximale pour un échantillon ferrimagnétique

Un échantillon ferro- ou ferrimagnétique ayant une plus forte aimantation $J_M = J_S$ peut potentiellement permettre d'atteindre des sensibilités élevées. Par exemple, une sphère de YIG peut avoir une aimantation à saturation de $J_S = 175 \text{ mT}$, et une largeur de résonance d'environ $\Delta B = 50 \mu\text{T}$ [36]. Avec un tel matériau, une sensibilité globale de l'ordre de $S_{M,res} \approx 4\,600 \text{ mV}/\mu\text{T}$ pourrait être atteinte. On calcule cette valeur à partir de l'équation (6.5), en prenant les mêmes autres valeurs que pour le calcul présenté à la sous-section précédente.

Pour atteindre une telle sensibilité, la condition (6.3) devrait être respectée. Pour une cavité semblable à celle utilisée dans le présent projet, on a $Q_\infty \approx 7540$; le facteur de remplissage de l'échantillon de YIG devrait alors être d'environ 4×10^{-8} . L'utilisation d'une sphère de YIG dans une cavité rectangulaire en mode TE_{102} permet d'utiliser l'équation (2.33) suivante

pour le calcul du facteur de remplissage :

$$\eta = \frac{4}{1 + \left(\frac{d}{2a}\right)^2} \frac{V_{ech}}{V_c}, \quad (2.33)$$

où $d \approx 41.30$ mm et $a \approx 22.68$ mm sont les dimensions de la cavité utilisée. Avec une cavité de volume d'environ 9.6×10^{-6} m³ (selon les dimensions de la cavité mentionnées au chapitre 3), le diamètre de la sphère de YIG devrait être d'environ 70 µm, ce qui est plutôt petit. Avec une sphère un peu plus grande, et un η conséquemment un peu plus grand, il serait quand même possible de respecter la condition (6.3) en utilisant une cavité avec un facteur Q_∞ un peu plus bas, ce qui est plus réaliste.

Les résultats expérimentaux présentés au chapitre 5, plus particulièrement ceux de la section 5.3.4 portant sur l'impact de la masse de DPPH utilisée (et conséquemment, l'impact du volume de l'échantillon), ont ouvert une discussion sur l'impact du volume d'un échantillon sur la sensibilité. Même si le modèle suggère de maximiser le volume de matériau magnétique pour maximiser le signal, un volume trop important de matériau magnétique peut venir dégrader le facteur de qualité de la cavité. Dans le cas d'un matériau ferro- ou ferrimagnétique à forte aimantation, cet effet est encore plus important, car sa forte aimantation peut venir perturber davantage le mode de résonance TE₁₀₂ de la cavité ; il y a alors une situation de fort couplage entre l'échantillon magnétique et la cavité, ce qui affecte fortement la valeur de Q_∞ . Le fonctionnement du capteur RPE se base sur un faible couplage, où l'échantillon magnétique n'affecte peu ou pas les lignes de champ dans la cavité. Si un échantillon ferromagnétique est utilisé, il faut alors limiter le couplage entre la cavité et l'échantillon en choisissant un échantillon de faible volume, ce qui limite le facteur de remplissage η . Cependant, une légère diminution de Q_∞ peut être tolérée si une sphère de YIG de diamètre supérieur à 70 µm est utilisée, en autant que la condition (6.3) soit respectée.

Somme toute, la condition (6.3) peut être atteinte de différentes façons ; il n'existe pas un unique échantillon parfait pour maximiser la performance du capteur. Cette conclusion n'invalide pas le potentiel du capteur à atteindre une sensibilité intéressante ; au contraire, cela démontre une certaine flexibilité dans les paramètres de conception, car plusieurs possibilités permettent d'atteindre un niveau élevé de sensibilité. Le YIG semble cependant être un bon candidat afin d'atteindre une performance idéale du capteur.

6.1.2 Paramètres idéaux pour les autres composantes du circuit

En ce qui a trait à l'optimisation de la sensibilité $S_{M,montage}$, le modèle proposé à l'équation (6.2) permet de bien mettre en lumière les paramètres importants à maximiser, soit la sen-

sibilité de la diode, le facteur de gain du LIA et la puissance incidente. Les impacts de la puissance incidente, du facteur de gain du LIA et du coefficient de couplage sur la sensibilité ont été confirmés aux sections 5.3.1, 5.3.3 et 5.3.5 du chapitre 5 respectivement.

Pour maximiser la sensibilité de la diode à $|S_D| \approx 8.54 \text{ V/W}^{1/2}$, il est suggéré d'opérer à des puissances supérieures à 0.5 mW, d'après la calibration réalisée à la section 4.2. Une technique permettant de s'assurer de toujours opérer à de telles puissances sera discutée plus loin à la section 6.3. Sinon, l'utilisation d'une autre diode avec une sensibilité plus élevée peut être une solution.

Maximiser la puissance incidente permettrait de maximiser la sensibilité. Par contre, tel que discuté plus tôt, des phénomènes de saturation de la RPE suggèrent qu'il existe une puissance de saturation pour laquelle l'amplitude du signal de résonance est maximisée ; expérimentalement, cette limite n'a pas été atteinte en raison de la limite de la source de signal RF à 25 dBm. Conformément à la limite dictée par la source, on conclut que $P_0 \approx 25 \text{ dBm} \approx 316 \text{ mW}$ permet de maximiser la sensibilité, sans atteindre une saturation du DPPH. Si un autre échantillon magnétique est utilisé, il faudrait valider expérimentalement que cette puissance ne sature pas l'échantillon, ou ne dépasse pas le seuil d'instabilité pour un échantillon ferromagnétique. Il est aussi important de considérer la puissance d'entrée limite de la diode pour ne pas l'abîmer ; la diode Anritsu utilisée dans le montage a une puissance limite de 20 dBm. L'utilisation d'une puissance incidente de 25 dBm est appropriée, car moins de 10% du signal est reflété par la cavité.

Un gain du LIA plus élevé permet d'augmenter la sensibilité. Cependant, tel que mentionné à la section 5.3.3, au-delà d'un gain de $G_{LIA} = 200$, le bruit est autant amplifié que le signal. Le ratio SNR demeure plutôt constant pour tout $G_{LIA} \geq 200$, et ne permet plus d'améliorer le bruit magnétique équivalent du capteur. Il est aussi important de noter que peu importe la valeur du gain, l'utilisation d'un amplificateur rajoute toujours un peu de bruit au signal ; par contre, il est difficile de modéliser ce bruit sans avoir recours à une mesure expérimentale de référence.

Finalement, favoriser un coefficient de couplage le plus près possible de la valeur critique, de sorte à minimiser $\epsilon \approx 0$, permet de maximiser la sensibilité. Ceci a pu être confirmé expérimentalement.

En ce qui a trait aux pertes de puissance, on cherche normalement à les minimiser, de sorte à avoir $A_{pertes} \approx 1$, une valeur qui signifie une transmission complète du signal, sans atténuation due aux pertes de puissance. Cette valeur aurait pu être optimisée en testant différentes composantes (câbles SMA plus performants, adaptateurs de meilleure qualité, etc.). Pour demeurer fidèle à l'état actuel du montage, on conserve la valeur caractérisée de

$A_{pertes} \approx 0.362$ au chapitre 4; ces pertes ont principalement lieu dans les câbles SMA et dans le circulateur. De plus, on sait que la puissance réelle, égale au produit ($A_{pertes}P_0$) où $P_0 = 25$ dBm, ne sature pas l'échantillon magnétique (du moins, pour le DPPH), et n'abîme pas la diode.

6.1.3 Bruit minimum avant la diode

Il est possible de faire une approximation du bruit minimal sur une mesure du capteur RPE. Ce bruit minimal est atteint en supposant un spectromètre RPE idéal, de sorte que le bruit dominant soit le bruit thermique du signal réfléchi par la cavité, qui entre dans la diode. Le bruit de toutes les composantes de traitement du signal, soit le bruit du LIA et de la diode, est négligé. Le bruit associé aux fluctuations du champ magnétique appliqué B_0 , le bruit de la source RF et le bruit électronique de la carte d'acquisition sont aussi négligés.

Le bruit minimal $B_{V,min}$ est exprimé par l'équation suivante :

$$B_{V,min} = \sqrt{Fk_B T Z_0}, \quad (6.6)$$

où k_B est la constante de Boltzmann, T est la température du guide d'ondes dans lequel le signal est propagé et $Z_0 \approx 50 \Omega$ est l'impédance caractéristique du guide d'ondes, et donc de la ligne de transmission du signal. F est une figure de bruit; un système bien optimisé pour limiter le bruit aura une figure de bruit qui se rapproche de 1. Si on pose arbitrairement $F = 4$, on peut approximer un bruit minimal à $B_{V,min} \approx 10$ nV/Hz^{1/2} qui atteint la diode à température ambiante. Il est à noter qu'il serait possible de minimiser ce bruit en réduisant la température des guides d'ondes. Or, comme il est peu réaliste de conserver tous les guides d'ondes à de très basses températures (une partie du montage sera éventuellement à température pièce), on conserve l'approximation réalisée à une température ambiante de 300 K.

En réalité, d'autres composantes du montage (générateur de signal RF, diode, instabilité du champ appliqué B_0) rajoutent du bruit qui dépasse ce seuil d'au moins 5 ordres de grandeur, autour de 100 μ V/Hz^{1/2}. Par exemple, l'analyse du spectre de bruit de la diode présentée à la section 4.2 montre un niveau de bruit à environ 200 nV/Hz^{1/2}. Si la tension de la diode est amplifiée d'un facteur $G_{LIA} = 200$ sans changer le rapport signal sur bruit, ceci équivaut à une contribution de 40 μ V/Hz^{1/2} au bruit total par la diode.

6.1.4 Sensibilité fondamentale du capteur

Le seuil de bruit $B_{V,min} = 10 \text{ nV/Hz}^{1/2}$ est celui du signal qui arrive à la diode, et néglige le bruit ajouté par les autres composantes du montage. C'est une figure de bruit intrinsèque au fonctionnement fondamental d'un capteur bien optimisé. Pour calculer un bruit magnétique équivalent, il faudra alors utiliser une sensibilité, en unités V/T, qui décrit le signal incident à la diode.

Pour ce faire, on exclut le gain du LIA de l'expression de la sensibilité. Pour la diode, on doit négliger le gain qu'elle applique au signal au moment de la conversion de la puissance incidente en tension. On pose alors un facteur de conversion de la puissance en tension $\sqrt{Z_0}$, qui remplace la sensibilité de la diode. Ce facteur modélise l'effet d'une composante passive dont l'impédance est adaptée parfaitement à celle de la ligne de transmission ; tout le signal est transmis (et est converti en tension), sans toutefois être amplifié. Il est à noter que les unités demeurent cohérentes, car $\Omega^{1/2} = \text{V/W}^{1/2}$.

La sensibilité fondamentale du capteur est donc définie comme suit, si la condition (6.3) est respectée :

$$S_M = \frac{1}{5\Delta B} \sqrt{A_{pertes} P_0 Z_0 (2 - \epsilon)} . \quad (6.7)$$

Si on admet une puissance incidente $P_0 = 25 \text{ dBm}$, atténuée par un facteur de pertes de $A_{pertes} = 0.362$, une impédance caractéristique de $Z_0 = 50 \Omega$, un couplage critique tel que $\epsilon = 0$ et une largeur de résonance de $50 \mu\text{T}$ typique du YIG, on obtient une sensibilité de $19 \text{ mV}/\mu\text{T}$.

Comme le gain du LIA et de la diode ne sont pas pris en compte, il est normal que la sensibilité soit beaucoup plus petite.

6.1.5 Bruit magnétique équivalent minimal

On veut trouver la figure de mérite du bruit magnétique équivalent propre au capteur RPE opérant à température pièce, donc à environ 300 K . Cette mesure considère la sensibilité fondamentale du capteur et le bruit minimum avant la diode.

Le bruit magnétique équivalent est calculé à partir de l'équation (5.4) définie au chapitre 5 :

$$B_M = \frac{B_V}{S_M} , \quad (5.4)$$

où B_V est le bruit minimum et S_M la sensibilité. On conclut que le bruit magnétique équivalent est de l'ordre de $50 \text{ fT/Hz}^{1/2}$. Pour une mesure avec une bande passante de 1 Hz , le

plus petit champ magnétique pouvant être détecté par le capteur serait de 50 fT.

Dépendamment de la valeur de la figure de bruit F choisie, le bruit magnétique équivalent peut varier entre 25 et 250 fT/Hz^{1/2}. Cette figure de mérite est indépendante des caractéristiques du LIA, ou de la sensibilité de la diode utilisée ; c'est la performance maximale qu'un capteur RPE pourrait atteindre.

Il est possible de comparer la performance du magnétomètre RPE avec d'autres technologies utilisées en magnétométrie ; la figure 6.1 présente le seuil de bruit magnétique équivalent atteint expérimentalement par le magnétomètre RPE, ainsi que le seuil de bruit prédit pour un magnétomètre RPE idéal, en comparaison à d'autres technologies.

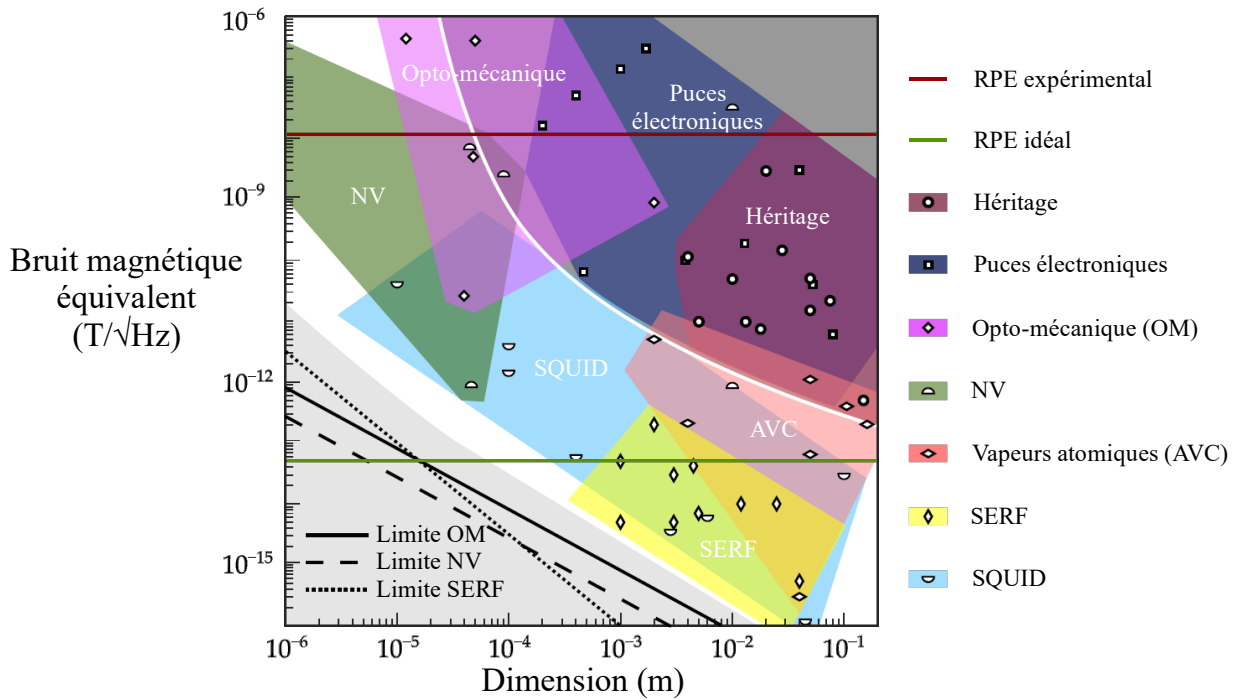


FIGURE 6.1 Comparaison du bruit magnétique équivalent du magnétomètre RPE avec d'autres types de magnétomètres. Expérimentalement, le prototype de magnétomètre RPE réalisé atteint un bruit magnétique équivalent de 11 nT/Hz^{1/2}, tandis que le modèle idéal atteint un bruit magnétique équivalent de 50 fT/Hz^{1/2}. La figure originale est tirée de la référence [5].

Un bruit magnétique équivalent de l'ordre des fT/Hz^{1/2} serait plus petit que le bruit magnétique équivalent typiquement atteint par les capteurs *fluxgate*, qui est de quelques pT/Hz^{1/2} [4, 5]. Il serait donc recommandé d'approfondir les recherches sur les capteurs magnétiques RPE, étant donné leur potentiel. Ces performances sont atteintes en tenant pour acquis que ni la diode, ni le LIA n'ajoutent du bruit ; en réalité, le bruit causé par ces composants serait un facteur limitant, et il faudrait chercher à minimiser ces sources de bruit.

6.2 Défis associés à la mesure RPE quantitative

La validation expérimentale du modèle au chapitre 4 a relevé un écart d'un facteur 4 entre l'amplitude de la tension de la diode modélisée à partir de valeurs théoriques pour le DPPH en comparaison à l'amplitude expérimentale observée. La valeur de la tension du capteur est sensible à de légères variations dans les propriétés de l'échantillon ou dans sa position, entre autres. Deux capteurs RPE conçus de manière identique peuvent avoir des réponses différentes au même champ magnétique, car des différences dans les conditions expérimentales qui vont au-delà de ce qui peut être contrôlé, dans la mesure du possible, peuvent grandement impacter la tension mesurée.

Alger a rapporté dans son ouvrage de 1968 que la mesure RPE quantitative destinée à quantifier la densité de spins $S = 1/2$ dans un même matériau peut varier par un facteur de plus de 50% entre différents laboratoires spécialisés à travers le monde [23]. Aujourd'hui, avec une meilleure compréhension des subtilités de la mesure RPE quantitative, on limite les écarts sur les mesures à environ 3%, mais avec beaucoup de précautions et de corrections [11]. Bien que les techniques RPE aient évolué depuis, ceci témoigne tout de même des défis associés à la répétabilité des mesures RPE quantitatives, qui demeurent l'aspect le plus difficile du domaine.

Dans les prochaines sous-sections, les causes d'erreur liées à l'écart entre le modèle de mesure RPE et les mesures expérimentales seront discutées.

6.2.1 Densité de spins

Le comportement d'un capteur RPE, tel que présenté dans ce mémoire, dépend d'une densité de spins connue qui est difficile à quantifier avec précision. Cette densité de spins est liée à la pureté de l'échantillon paramagnétique.

Les calculs théoriques reposent sur l'hypothèse que le DPPH est pur et qu'il n'est pas du tout dégradé ; dans ce cas, il y a exactement un électron non apparié par molécule de DPPH, donc un spin $S = 1/2$ par molécule. Si la masse de DPPH est connue, la densité de spins peut facilement être calculée avec la densité massique du DPPH et sa masse molaire.

En réalité, si certains électrons libres forment une liaison avec l'électron d'une autre molécule, le ratio de 1 électron libre par molécule diminue, et diminue la densité de spins réelle. Ce phénomène est amplifié si le DPPH est exposé à de hautes températures ou de la lumière, car cela augmente l'énergie de l'électron et lui permet de se lier plus facilement à l'électron d'une autre molécule [11].

La densité de spin affecte le calcul de l'aimantation J_M du matériau paramagnétique. Selon l'équation (3.3), la tension de la diode est proportionnelle à χ'' , la composante imaginaire de la susceptibilité magnétique, qui est proportionnelle à J_M selon la définition donnée à l'équation (2.37). Alors, une surestimation de la densité de spin entraîne directement une surestimation de la tension de la diode. Ceci peut alors expliquer, en partie, l'écart entre le modèle et la mesure RPE de référence.

Bien que le DPPH soit souvent utilisé en spectroscopie RPE en guise d'étalon à cause de son facteur de Landé g très près de celui d'un électron et de son étroite largeur de résonance, il n'est pas l'échantillon le plus fiable pour des mesures RPE quantitatives. En effet, ses propriétés magnétiques qui affectent l'amplitude, et non la largeur de son pic de résonance, ont des comportements imprévisibles [37]. Ceci peut expliquer pourquoi un écart important entre le modèle du capteur RPE et la mesure expérimentale de référence pouvait être observé, avant l'utilisation d'un facteur η calculé de manière expérimental.

6.2.2 Impact du positionnement de l'échantillon

L'autre facteur qui nuit à la répétabilité de la mesure RPE est l'impact massif du positionnement de l'échantillon dans la cavité.

Le facteur de remplissage η est défini par le ratio entre l'intégrale des lignes de champ sur le volume de l'échantillon et l'intégrale des lignes de champs sur le volume de la cavité, selon l'équation (2.29). Selon l'emplacement de l'échantillon dans la cavité, les lignes de champs peuvent varier ; la figure 2.6 illustre bien les lignes de champ pour le mode TE_{102} d'une cavité rectangulaire. La valeur maximale de η est atteinte si l'échantillon ponctuel est placé exactement au centre. Si on déplace l'échantillon de seulement quelques millimètres dans la cavité, η peut diminuer de 30% par rapport à sa valeur maximale au centre de la cavité.

La sensibilité est proportionnelle à η ; si l'échantillon était un peu décalé lors de la mesure expérimentale, cela se traduit par une diminution directe de la sensibilité, et peut expliquer partiellement le facteur 4 d'écart entre le modèle et la mesure RPE de référence.

6.2.3 Rapidité du verrouillage de la fréquence insuffisante

Le verrouillage en fréquence de la fréquence incidente ω_0 sur la fréquence de résonance de la cavité ω_C (AFC) a été mentionné à plusieurs reprises dans les derniers chapitres. Autant dans le modèle que dans les mesures expérimentales, on assume que l'activation du verrouillage en fréquence permet d'atteindre en temps réel $\omega_0 = \omega_C$ et ce, pour toute la mesure. Or, il est possible qu'il y ait malgré tout un léger écart entre ω_0 et ω_C .

La figure 2.10 présentée au chapitre 2 montre que l'AFC fonctionne, au moins, partiellement. Il permet de rendre le pic de résonance plus étroit, ce qui confirme que la partie imaginaire de S_{11} , proportionnelle à l'écart entre la fréquence incidente du signal et celle de la résonance de la cavité, devient plus petite. Par contre, une analyse du signal de correction de la fréquence permet de constater que l'amplitude de la correction est plus petite que prévu.

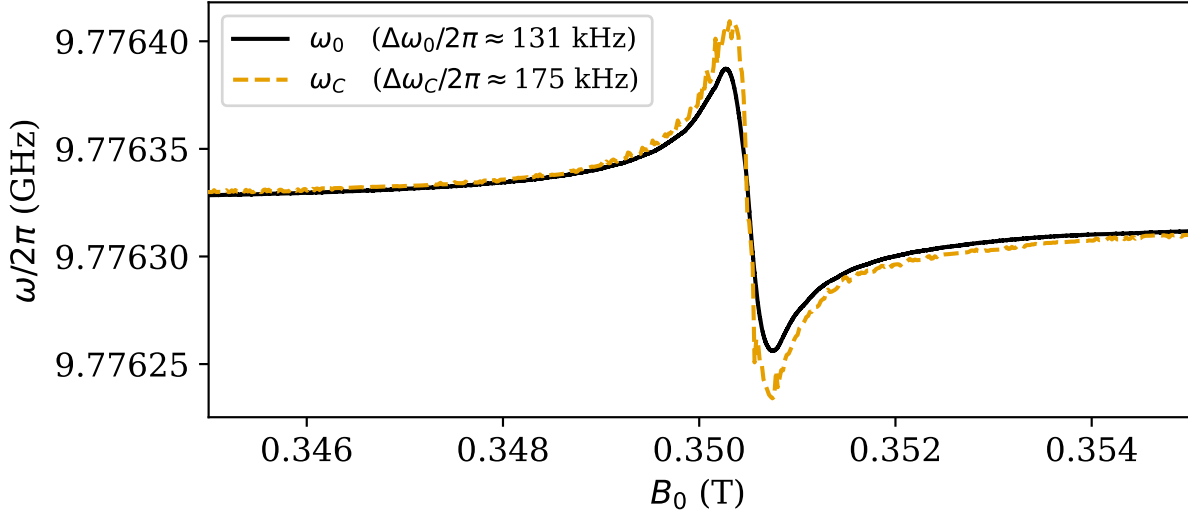


FIGURE 6.2 **Comparaison entre la fréquence incidente ω_0 et la fréquence de résonance ω_C de la cavité.** Tandis que l'amplitude totale de la variation de la fréquence de résonance de la cavité est d'environ 175 kHz, la fréquence incidente ne fait que varier de 131 kHz.

La figure 6.2 montre l'évolution de la fréquence incidente, notée ω_0 , qu'il a été possible de calculer à partir du signal de correction en sortie du LIA B; la fréquence incidente varie d'une amplitude crête-crête de 131 kHz. Une mesure de la résonance du même échantillon de DPPH, avec un coefficient de couplage à champ élevé β_∞ et un facteur de qualité de la cavité Q_∞ identique, a pu être réalisée avec une mesure de S_{11} en fonction du champ magnétique avec le PNA. Cette mesure permet de mesurer l'évolution de la fréquence de résonance de la cavité en fonction du champ magnétique, notée ω_C , et indique une variation totale de 175 kHz, ce qui est supérieur à la correction réalisée par l'AFC. Ceci confirme alors que l'AFC ne parvient pas à complètement verrouiller la fréquence incidente sur celle de la cavité. Ceci fait en sorte que la sensibilité expérimentale n'est pas maximisée, contrairement au modèle qui assume un AFC parfait.

Une étude plus approfondie des mécanismes autour de l'AFC serait recommandée pour mieux comprendre la limite du verrouillage en fréquence du capteur, qui ne peut pas être parfait.

De plus, il serait possible de vérifier si l'AFC peut être amélioré avec un choix plus judicieux de paramètres, comme une constante de temps du LIA B plus adéquate ou une plus grande amplitude de modulation de la fréquence.

Il est à noter qu'on parvient quand même à modéliser la tension de la diode en fonction du champ magnétique de manière très fidèle avec un η expérimental, tel qu'illustré à la figure 4.14. Ceci peut être justifié par une largeur de résonance ΔB surévaluée dans le modèle, qui compense l'écart entre l'AFC modélisé et l'AFC réel.

6.3 Améliorations possibles au montage et au modèle

Plusieurs pistes d'amélioration sont possibles pour maximiser la précision du modèle suggéré au chapitre 3 et augmenter la performance du capteur.

6.3.1 Boucle de rétroaction du champ magnétique

Le capteur RPE, dans son état actuel, fournit une tension proportionnelle au champ magnétique à mesurer. Par contre, le capteur fonctionne seulement sur une très petite plage dynamique, environ équivalente à la largeur de résonance ΔB du matériau magnétique choisi. L'ajout d'un système de rétroaction du champ magnétique permet d'avoir une plus grande plage dynamique. Un exemple d'un tel système est schématisé à la figure 6.3.

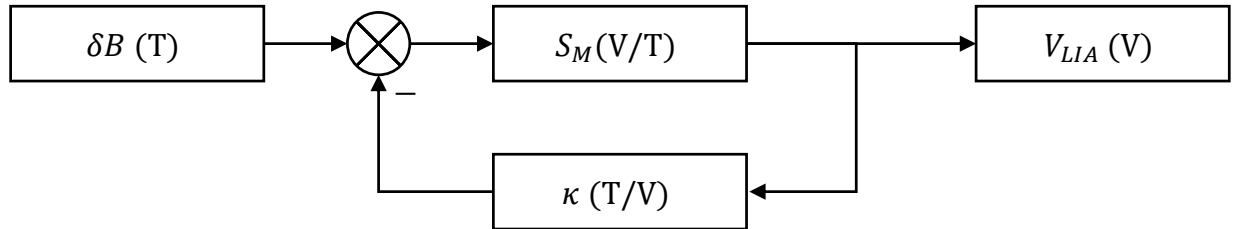


FIGURE 6.3 Schéma conceptuel de la boucle de rétroaction du champ magnétique.

La tension sortante du LIA (celui qui est utilisé pour la modulation du champ magnétique), notée V_{LIA} , peut être envoyée dans une paire de bobines placées de part et d'autre de la cavité résonante ; ce sont les bobines de correction. En plaçant un amplificateur à faible bruit avec un gain ajustable et un déphaseur ajustable entre la sortie du LIA et les bobines, il serait possible de convertir le signal sortant du LIA en signal de correction. Ce signal serait envoyé dans les bobines de correction pour appliquer un champ magnétique parfaitement déphasé de 180° par rapport au champ magnétique à mesurer δB . La capacité de ces bobines à produire

un champ magnétique de correction en fonction d'une tension donnée est notée κ , en T/V. L'amplitude du champ de correction devrait tendre vers la valeur du champ à mesurer si la constante de temps τ du LIA, le gain G_{LIA} du LIA et le déphasage ajouté sont bien ajustés.

La somme du signal de correction et du champ magnétique à mesurer δB serait alors presque nulle, et le champ effectif appliqué sur l'échantillon serait égal au champ B_0 , lui-même égal au champ de résonance de la cavité chargée avec l'échantillon magnétique. Le capteur serait alors maintenu à son point exact de résonance, peu importe le champ magnétique ajouté ; ceci permet d'augmenter la plage dynamique du capteur nettement au-dessus de la largeur de résonance ΔB de l'échantillon magnétique. La plage dynamique serait limitée par le champ magnétique maximal pouvant être produit par les bobines de correction. Ainsi, pour connaître précisément la valeur du champ à mesurer δB , il faut connaître précisément le champ magnétique appliqué par les bobines de correction ainsi que la précision de la rétroaction.

En considérant cette boucle de rétroaction, la tension sortante du LIA, V_{LIA} , en fonction du champ magnétique à mesurer δB serait la suivante :

$$V_{LIA} = \underbrace{\frac{S_M}{1 + S_M \kappa}}_{S'_M} \delta B = S'_M \delta B , \quad (6.8)$$

avec la sensibilité du magnétomètre telle que définie dans la présente version du capteur (S_M), la capacité des bobines à générer un champ magnétique en fonction d'une tension donnée (κ), et la sensibilité du magnétomètre doté de la boucle de rétroaction du champ magnétique (S'_M). Avec $S_M \kappa \gg 1$, on peut approximer que $V_{LIA} \approx \delta B / \kappa$; la sensibilité de cette version du magnétomètre serait alors $S'_M = 1/\kappa$.

6.3.2 Utilisation d'aimants permanents

Il a été mentionné que des fluctuations du champ appliqué $B_0 = B_{res}$ peut augmenter le bruit de la mesure. Pour minimiser les fluctuations de B_0 , il serait possible de remplacer l'électroaimant par une paire d'aimants permanents assez volumineux pour appliquer un champ magnétique uniforme sur tout l'échantillon magnétique.

Ceci permettrait également de minimiser la consommation d'énergie du capteur ; les électroaimants consomment beaucoup d'énergie. De plus, si le capteur était commercialisé, il serait important de réduire sa masse et son volume en utilisant des aimants permanents pour le rendre plus mobile.

Ces aimants devraient cependant avoir une aimantation très bien caractérisée, de sorte qu'un

champ effectif égal à B_{res} puisse être appliqué sur la cavité, lorsqu'elle est placée à une distance connue des aimants.

6.3.3 Optimisation de la sensibilité de la diode

Lorsque la diode a été caractérisée à la section 4.2 du chapitre 4, on a pu observer qu'elle a une sensibilité maximale d'environ $|S_D| = (8.54 \pm 0.01) \text{ V/W}^{1/2}$ pour des puissances incidentes supérieures à 0.5 mW. Comme le coefficient de réflexion S_{11} de la cavité est généralement très bas pour $\omega_0 = \omega_C$, la puissance incidente à la diode est généralement très basse, et inférieure au seuil de 0.5 mW. L'ajout d'un bras de compensation au montage permettrait de toujours rester dans la plage de fonctionnement idéal de la diode ; un schéma est présenté à la figure 6.4.

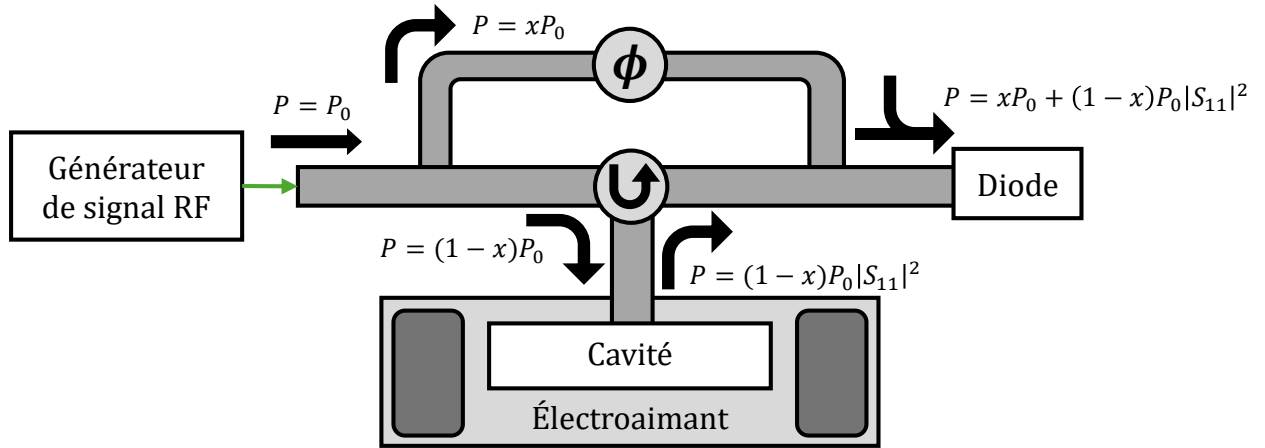


FIGURE 6.4 Schémas du bras de compensation permettant de polariser la diode. Une fraction x du signal est envoyée dans le bras de compensation, et un déphaseur permet d'ajuster la phase ϕ du signal dévié pour qu'il s'additionne de manière constructive avec le signal réfléchi par la cavité.

Le bras de compensation permet d'envoyer, via un coupleur, une fraction x de la puissance incidente qui sort du générateur de signal RF directement vers la diode, sans passer à travers tout le montage RPE. Ceci fait en sorte qu'il y a une puissance en tout temps dans la diode ; la puissance est alors toujours supérieure à 0.5 mW, et la sensibilité de la diode est toujours maximisée.

Il est important d'inclure un déphaseur dans le bras de compensation pour ajuster la phase ϕ du signal de compensation, pour qu'il soit en phase avec le signal réfléchi.

Si la condition (6.3) est respectée, S_{11} est environ égal à $1/2$ à la résonance. Un signal incident à 25 dBm atténué selon un facteur $A_{pertes} = 0.362$ correspondrait alors à un signal incident

à la diode de 30 mW, soit d'environ 15 dBm. Cette puissance serait suffisante pour polariser la diode, et ce, même sans bras de compensation.

6.3.4 Mauvais ajustement du champ appliqué

Au chapitre 5, on mentionne que si le champ appliqué B_0 n'est pas tout à fait égal au champ de résonance B_{res} , il peut y avoir une perte de sensibilité. En effet, la sensibilité est maximisée si le capteur est exactement à résonance. L'ajustement d'une courbe sinusoïdale sur le signal de sortie du LIA à la même fréquence que le champ magnétique à mesurer permet de calculer une composante DC de tension dans la réponse du LIA ; il s'agit du paramètre $B = (-92.8 \pm 0.7)$ mV dans l'équation (5.2), qui a été ajustée sur la mesure présentée à la section 5.2.1. Cette tension est proportionnelle à l'écart entre B_0 et B_{res} , par un facteur égal à la sensibilité du magnétomètre.

La majorité des mesures expérimentales montrent une composante de tension DC non nulle ; cela signifie qu'il faudrait améliorer le contrôle du champ magnétique B_0 , de sorte à pouvoir ajuster plus finement le champ. Il faut aussi garder en tête que les propriétés magnétiques de l'échantillon et de la cavité varient en fonction de la température. Une variation de température entraînera donc également une variation de la valeur du champ de résonance. Même avec un ajustement parfait de $B_0 = B_{res}$, il est possible de voir un désajustement apparaître avec le temps, si la température fluctue légèrement.

L'ajout d'une boucle de rétroaction du champ magnétique permettrait aussi de partiellement corriger cet enjeu. Cependant, il serait difficile de déterminer quelle fraction du signal de correction vient compenser une fluctuation thermique, versus la compensation attendue du champ magnétique à mesurer. Un meilleur contrôle des conditions expérimentales, et donc l'atteinte d'une température plus constante, pourrait diminuer des fluctuations de température et faciliter l'interprétation des valeurs données par le capteur.

6.3.5 Effet de la constante de temps

À plusieurs reprises, il a été mentionné que la constante de temps pouvait avoir un impact sur l'atténuation du signal. Une constante de temps trop élevée va davantage lisser le signal en filtrant le signal incident, et peut lisser la composante oscillante qu'on cherche à mesurer. Afin d'inclure cet effet dans la modélisation de la sensibilité, il aurait fallu bonifier l'expression du gain du LIA, de sorte que la version améliorée du gain, G'_{LIA} , prenne une forme semblable à la suivante :

$$G'_{LIA} = \frac{10 \text{ V}}{S_{LIA}} \left| \frac{1}{1 + i\omega\tau} \right|, \quad (6.9)$$

avec S_{LIA} , la plage dynamique du LIA, ω , la fréquence du champ magnétique à mesurer, et τ , la constante de temps. Une étude plus approfondie de l'effet exact de τ sur le signal de sortie du LIA serait nécessaire afin de valider l'équation (6.9), avant de l'inclure dans le modèle.

CHAPITRE 7 CONCLUSION

7.1 Synthèse des travaux

Le but du projet était d'étudier le potentiel d'un magnétomètre basé sur la résonance paramagnétique électronique (RPE) d'un échantillon magnétique dans une cavité résonante en réflexion. Les quatre sous-objectifs consistaient à modéliser son fonctionnement, à valider son fonctionnement expérimentalement, à mesurer un champ magnétique afin de caractériser la performance du capteur et à émettre des recommandations afin de maximiser sa performance.

Tout d'abord, il a été possible de modéliser le fonctionnement d'un tel capteur ; le premier sous-objectif a été atteint. À partir des équations physiques qui décrivent la résonance paramagnétique, il est possible de décrire le signal sortant du Lock-In Amplifier par une expression analytique qui dépend du champ magnétique. Cette expression a un comportement linéaire autour du champ de résonance ; à partir de la pente du signal autour du champ de résonance, il est possible d'établir une expression analytique de la sensibilité du capteur. Cette expression permet de mettre en lumière les paramètres expérimentaux ayant le plus d'impact sur la sensibilité de l'appareil, soit le facteur de qualité de la cavité, le facteur de remplissage de l'échantillon magnétique dans la cavité, la largeur de résonance de l'échantillon magnétique ainsi que son aimantation.

Au-delà du modèle théorique, un montage expérimental a permis de réaliser des mesures RPE avec un balayage du champ magnétique afin de valider le modèle analytique. Le montage expérimental a été caractérisé en profondeur, et les mesures réalisées ont permis de conclure que le modèle était valide, à un facteur d'amplitude près. L'écart entre le modèle et la mesure expérimentale est principalement dû à une mauvaise estimation des propriétés de l'échantillon magnétique ; le modèle a tout de même pu être validé. En théorie, le modèle suggère que le capteur magnétique peut atteindre une sensibilité de $62 \text{ mV}/\mu\text{T}$ si un échantillon de 6.4 mg de DPPH, un matériau paramagnétique couramment utilisé en RPE, est exploité, tandis que la mesure expérimentale équivalente suggère plutôt une sensibilité de l'ordre de $34 \text{ mV}/\mu\text{T}$. Malgré ces écarts, le modèle est assez conforme à la réalité pour être valide - le second objectif a alors aussi été atteint. En négligeant le gain associé au LIA et à la conversion de la puissance en tension par la diode, ces sensibilités correspondent à une sensibilité intrinsèque du capteur de $257 \text{ }\mu\text{V}/\mu\text{T}$ pour le modèle, et $141 \text{ }\mu\text{V}/\mu\text{T}$ pour la mesure expérimentale de référence.

En soumettant le capteur à un champ magnétique d'environ $14 \text{ }\mu\text{T}$ oscillant à 50 Hz , il a été possible d'évaluer expérimentalement la performance du capteur ; le troisième sous-objectif

a pu être atteint. Quelques paramètres suggérés par le modèle analytique de la sensibilité du capteur ont pu être variés pour valider le comportement prédit par le modèle, et même offrir des nuances complémentaires afin de bonifier la compréhension de l'impact du paramètre sur la sensibilité. Par exemple, une analyse de l'impact de la masse de DPPH utilisée sur la sensibilité a permis de conclure qu'une masse entre 5 et 7 mg maximise la sensibilité, chose que le modèle analytique n'était pas en mesure de quantifier. Avec la mesure la mieux optimisée qu'il a été possible de faire en laboratoire, une sensibilité expérimentale de (9.5 ± 0.9) mV/ μ T a pu être atteinte pour un signal à 50 Hz, en maintenant le bruit à un seuil de 102 μ V/Hz^{1/2}. Dans ce contexte, le bruit magnétique équivalent est de (11 ± 1) nT/Hz^{1/2}; le plus petit champ magnétique pouvant être détecté par le capteur dans son état actuel est de l'ordre des nT.

Cependant, en se penchant sur la version la plus fondamentale du capteur, qui est indépendante de la performance du LIA et de la diode, il est possible de trouver les performances intrinsèques d'un capteur RPE. Cette analyse permet de conclure qu'en théorie, avec un échantillon idéal, la sensibilité théorique pouvant être atteinte par un tel capteur serait de l'ordre des 19 mV/ μ T; cette sensibilité ne prend pas en compte le gain important fourni par le LIA. En combinant cette sensibilité à un seuil de bruit théorique minimal de 10 nV/Hz^{1/2}, associée au bruit thermique du signal réfléchi, le seuil de bruit magnétique équivalent d'un tel capteur serait de l'ordre de 50 fT/Hz^{1/2}. Même avec une figure de bruit à $F = 100$, le bruit magnétique équivalent demeure à un seuil de 240 fT/Hz^{1/2}; cette performance rivalise donc avec celle des capteurs *fluxgate* sur le marché. Par exemple, le *fluxgate Mag-13* de la marque Bartington Instruments a un bruit magnétique équivalent de 7 pT/Hz^{1/2} [38]. Le quatrième sous-objectif a alors été atteint également.

7.2 Limites du projet et travaux futurs

Le présent projet n'a pas pu couvrir toutes les subtilités derrière le fonctionnement et l'optimisation d'un capteur RPE. Cette section relève les limites du projet de recherche et les travaux futurs suggérés dans le but d'augmenter la précision du modèle ou augmenter la performance du capteur.

7.2.1 Écarts entre le modèle et les mesures expérimentales

L'écart entre la sensibilité modélisée et la sensibilité atteinte lors des mesures expérimentales peut être attribué à une mauvaise estimation de certaines propriétés de l'échantillon magnétique. Il est reconnu que les mesures RPE quantitatives ont peu de répétabilité. Le

but premier de ces mesures est de quantifier la densité de spins d'un échantillon, qui est proportionnelle à l'aimantation du matériau ; ce paramètre est important dans la modélisation du capteur. Le manque de répétabilité des mesures RPE quantitatives explique pourquoi il est difficile de prédire avec précision l'amplitude des signaux de mesures RPE. Le modèle est suffisamment valide afin de décortiquer les principes physiques derrière la RPE, mais pourrait tout de même bénéficier de quelques améliorations.

Un positionnement plus précis de l'échantillon au centre de la cavité pour maximiser le facteur de remplissage, ou l'utilisation d'un échantillon magnétique autre que le DPPH (dont certaines propriétés magnétiques sont imprévisibles), sont des pistes d'amélioration pour diminuer l'écart entre les mesures expérimentales et le modèle.

7.2.2 Amélioration de la mesure du courant des bobines

La principale source d'incertitude sur la sensibilité du capteur mesurée expérimentalement ((9.5 ± 0.9) mV/ μ T) provient de la valeur incertaine du champ magnétique appliqué. L'incertitude élevée sur la mesure du courant qui traverse les bobines cause une incertitude non-négligeable sur le champ magnétique appliqué par les bobines ; cette incertitude est causée par l'utilisation d'un ampèremètre pour mesurer le courant, un raccourci méthodologique qui affecte la précision de la mesure. Une amélioration simple afin de limiter cette incertitude serait de remplacer l'ampèremètre en série avec les bobines par une résistance de précision connue, et de mesurer la tension aux bornes de celle-ci pour trouver le courant avec une précision supérieure à ± 1 mA. Cette meilleure méthode de mesure du courant peut aussi être appliquée aux bobines de modulation, afin de réduire l'incertitude sur le champ de modulation. Les différentes mesures présentées dans ce mémoire ont été réalisées avec un champ de modulation de $\Delta B_{mod} = (29 \pm 4)$ μ T ; l'incertitude actuelle sur le champ de modulation est importante, et pourrait être améliorée.

Améliorer la précision sur la mesure du courant permettrait de connaître avec plus de certitude la valeur des champs appliqués par les bobines. Ceci permettrait de mieux valider le modèle, car il serait possible de comparer le modèle avec une mesure de référence dont les valeurs sont plus certaines. De plus, ceci permettrait de définir la performance du capteur avec une plus petite incertitude sur les figures de mérite.

7.2.3 Analyse de l'effet de la constante de temps

La constante de temps du LIA permet de diminuer considérablement le bruit dans le signal à l'aide des filtres du LIA. Cependant, si la constante de temps est trop élevée, elle atténue

également la composante du signal à étudier. La constante de temps idéale de 3 ms pour un champ magnétique à mesurer de 50 Hz a été déterminée expérimentalement ; ce paramètre n'apparaît pas dans le modèle. Avec une analyse plus approfondie de la constante de temps sur le signal sortant du LIA, il serait possible de modéliser l'impact de la constante de temps sur la sensibilité, et ainsi améliorer la justesse du modèle.

7.2.4 Étude des limites du verrouillage en fréquence

Tel que discuté plus tôt, le verrouillage en fréquence du capteur n'est pas parfait. Il parvient à ajuster la fréquence incidente du signal pour se rapprocher de la valeur de la fréquence de résonance de la cavité, mais un écart demeure entre les deux valeurs. Mieux comprendre les limites du verrouillage en fréquence permettrait d'ajuster le modèle en conséquence, et le rendre plus conforme à la réalité.

Si le verrouillage en fréquence est optimisé, il est possible d'exploiter cette partie du montage afin de développer un magnétomètre. En effet, la fréquence de résonance de la cavité varie de façon approximativement linéaire autour du champ magnétique de résonance. Exploiter le signal de correction de la fréquence permettrait aussi d'avoir un magnétomètre RPE.

7.2.5 Analyse de l'effet du champ de modulation

Plus tôt, on a posé que le champ de modulation devait respecter le critère établi à l'équation (6.1) pour ne pas déformer la dérivée de la tension de la diode. Le critère suggère que le champ de modulation doit demeurer inférieur à 20% de la largeur de résonance, et les mesures expérimentales ont été réalisées avec un champ de modulation inférieur à 10% de la largeur de résonance. Il aurait été pertinent de réaliser des mesures avec un champ de modulation plus élevé, voire équivalent à la largeur de résonance, afin d'observer l'impact sur la sensibilité du magnétomètre.

Même si un écart se creuse entre le modèle et les mesures expérimentales en augmentant ΔB_{mod} , le plus important est d'obtenir une sensibilité expérimentale plus élevée. Le modèle théorique ne devrait pas agir comme contrainte ; le modèle sert plutôt de guide afin d'optimiser la sensibilité. Même en s'éloignant de la valeur suggérée par le modèle théorique, il faut prioriser la sensibilité expérimentale du capteur et un ratio de signal sur bruit favorable.

Une analyse plus approfondie de l'effet du champ de modulation sur la sensibilité permettrait peut-être de trouver une amplitude de modulation qui maximise davantage la sensibilité du capteur. De plus, l'effet du champ de modulation sur le bruit pourrait être étudié.

7.2.6 Analyse de l'origine du bruit

Le bruit d'une mesure expérimentale avec le capteur RPE est du niveau de $102 \mu\text{V}/\text{Hz}^{1/2}$, ce qui est plusieurs ordres de grandeurs au-dessus du bruit intrinsèque de la mesure RPE. Une analyse plus approfondie sur l'origine de ce bruit permettrait de mettre en place des dispositifs plus efficaces afin de le minimiser.

La diode est suspectée comme étant la principale source de bruit. En effet, l'analyse de son spectre de bruit à la figure 4.5 montre que son niveau de bruit est de l'ordre de $200 \text{ nV}/\text{Hz}^{1/2}$. Si on considère un gain du LIA de $G_{LIA} = 200$ qui n'affecte pas le SNR, ceci représente un bruit de $40 \mu\text{V}/\text{Hz}^{1/2}$ sur une mesure RPE. Pour diminuer ce seuil de bruit élevé, il faudrait se pencher davantage sur le fonctionnement de la diode Anritsu de modèle 70KC50 [30] et considérer d'autres modèles potentiellement mieux adaptés aux signaux exploités dans les mesures RPE.

Il serait aussi intéressant d'étudier l'ampleur des fluctuations du champ B_0 et leur impact sur le bruit d'une mesure RPE, dans le but d'améliorer la performance du capteur.

7.2.7 Polarisation de la diode

Tel que discuté au chapitre 6, polariser la diode permet d'atteindre un maximum de sensibilité ; la sensibilité de la diode est maximisée pour des puissances incidentes supérieures à 0.5 mW . L'ajout d'un bras de compensation afin de polariser la diode en tout temps permettrait d'augmenter la sensibilité du capteur et de maximiser sa performance.

7.2.8 Échantillons ferrimagnétiques

Le seul échantillon magnétique qui a été utilisé pour des mesures expérimentales est le DPPH. Une analyse plus approfondie de la sensibilité suggère que le YIG pourrait permettre d'atteindre une meilleure sensibilité, entre autres grâce à sa plus forte aimantation et sa plus petite largeur de résonance. Effectuer des mesures RPE avec le YIG permettrait de confirmer ces calculs théoriques. De plus, il serait pertinent de définir quelle est la puissance incidente maximale pouvant être envoyée sans causer d'effets non-linéaires avec le YIG, ce qui pourrait nuire à la sensibilité. Il serait aussi pertinent de confirmer expérimentalement quelle est la masse optimale de YIG à utiliser, soit une quantité suffisante pour avoir une lecture claire de sa résonance, sans trop diminuer le facteur de qualité de la cavité en raison d'un trop fort couplage.

7.2.9 Boucle de rétroaction du champ magnétique

L'ajout éventuel d'une boucle de rétroaction du champ magnétique est parmi les améliorations avec le plus de potentiel. En utilisant le signal sortant du LIA qui est proportionnel au champ magnétique mesuré, on peut alimenter une paire de bobines de correction qui génèrent un champ magnétique en sens opposé. Avec une boucle de rétroaction bien ajustée, le champ généré par les bobines de correction tendrait vers la valeur du champ magnétique à mesurer, ce qui maintiendrait l'échantillon en résonance. Cette rétroaction permettrait d'augmenter la plage dynamique du capteur au-delà de la largeur de résonance de l'échantillon.

RÉFÉRENCES

- [1] J. Coey et F. Mazaleyrat, “History of magnetism,” *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*, 2023.
- [2] J. Rosmorduc, “Aperçu sur l’histoire de l’électricité et du magnétisme,” *Le Bup-Doc*, n°. 696, p. 815–832, 1987.
- [3] K. F. Gauss, “Intensitas vis magneticæ terrestris ad mensuram absolutam revocata,” *Proceedings of the Royal Society of London*, vol. 3, p. 166–174, Décembre 1837.
- [4] M. Díaz-Michelena, “Small magnetic sensors for space applications,” *Sensors*, vol. 9, n°. 4, p. 2271–2288, 2009.
- [5] J. S. Bennett *et al.*, “Precision Magnetometers for Aerospace Applications : A Review,” *Sensors*, vol. 21, n°. 16, p. 5568, 2021.
- [6] D. Robbes, “Highly sensitive magnetometers—a review,” *Sensors and Actuators A : Physical*, vol. 129, n°. 1-2, p. 86–93, 2006.
- [7] C. F. Hempstead, J. T. Sibilis et J. J. Kostelnick, “Precise ferromagnetic resonance magnetometers for differential measurements in fields characterized by large gradients,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 35, n°. 7, p. 785–789, Juillet 1964.
- [8] M. Balinskiy *et al.*, “A spin-wave magnetometer with a positive feedback,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 514, p. 167046, 2020.
- [9] J. F. Barry *et al.*, “Ferrimagnetic oscillator magnetometer,” *Physical Review Applied*, vol. 19, Avril 2023.
- [10] D. T. Burns et B. D. Flockhart, “Application of quantitative EPR,” *Philosophical Transactions A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 333, n°. 1628, p. 37–48, 1990.
- [11] G. R. Eaton *et al.*, *Quantitative EPR*. Springer Science & Business Media, 2010.
- [12] A. Weis, G. Bison et Z. D. Grujić, “Magnetic resonance based atomic magnetometers,” dans *High sensitivity magnetometers*. Springer, 2016, p. 361–424.
- [13] Y. K. Zavoisky, “Spin-magnetic resonance in paramagnetics,” *Journal of Physics of the Academy of Sciences of the USSR*, vol. 9, n°. 3, p. 245, 1945.
- [14] J. H. Griffiths, “Anomalous high-frequency resistance of ferromagnetic metals,” *Nature*, vol. 158, n°. 4019, p. 670–671, 1946.
- [15] G. Fuchs *et al.*, “Spin-torque ferromagnetic resonance measurements of damping in nanomagnets,” *Applied Physics Letters*, vol. 91, n°. 6, 2007.
- [16] D. Jiles, *Introduction to magnetism and magnetic materials*. CRC press, 2015.

- [17] C. Kittel, *Introduction to Solid State Physics*, 8^e éd. Wiley, 2004.
- [18] L. Landau et E. Lifshitz, “On the theory of the dispersion of magnetic permeability in ferromagnetic bodies,” *Phys. Z. Sowjetunion*, vol. 8, n^o. 153, p. 101–114, 1935.
- [19] T. Gilbert et J. Kelly, “Anomalous rotational damping in ferromagnetic sheets,” dans *Conf. Magnetism and Magnetic Materials, Pittsburgh, PA*, 1955, p. 253–263.
- [20] A. Gurevich et G. Melkov, *Magnetization Oscillations and Waves*. CRC Press, 1996.
- [21] D. Menard et R. Barklie, *Electron Paramagnetic and Ferromagnetic Resonance*. Springer, 2020, p. 1–35.
- [22] M. J. Lancaster, *Passive microwave device applications of high-temperature superconductors*. Cambridge University Press, 1997.
- [23] R. S. Alger, *Electron Paramagnetic resonance : Techniques and Applications*. New York, États-Unis : Wiley, 1968.
- [24] C. P. Poole Jr. et H. A. Farach, *Handbook of Electron Spin Resonance*. Springer Science & Business Media, 1999, vol. 2.
- [25] J. Artman et P. Tannenwald, “Measurement of susceptibility tensor in ferrites,” *Journal of Applied Physics*, vol. 26, n^o. 9, p. 1124–1132, 1955.
- [26] C. P. Poole Jr., *Electron Spin Resonance : A Comprehensive Treatise on Experimental Techniques*. Interscience Publishers by John Wiley and Sons Inc., 1967.
- [27] J. Boucherle *et al.*, “Crystal structure determination by neutron diffraction of 2, 2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) benzene solvate (1/1),” *Crystal Structure Communications*, vol. 43, n^o. 9, p. 1769–1773, 1987.
- [28] D. Žilić *et al.*, “Single crystals of DPPH grown from diethyl ether and carbon disulfide solutions—crystal structures, IR, EPR and magnetization studies,” *Journal of Magnetic Resonance*, vol. 207, n^o. 1, p. 34–41, 2010.
- [29] Bruker BioSpin : EPR Division, *Product Description : ER 4102ST Universal X-Band Resonator*, Ettlingen, Allemagne, 2013.
- [30] Anritsu, “Microwave detectors : 70/75 series,” consulté le : 2025-07-22. [En ligne]. Disponible : <https://www.anritsu.com/en-us/components-accessories/products/70-75-series>
- [31] MegaPhase, *RF & Microwave Products Through 110GHZ*, Stroudsburg, États-Unis, consulté le : 2025-07-22. [En ligne]. Disponible : <https://megaphase.com/rf-microwave-products-through-110-ghz/>
- [32] P. J. Petersan et S. M. Anlage, “Measurement of resonant frequency and quality factor of microwave resonators : Comparison of methods,” *Journal of Applied Physics*, vol. 84, n^o. 6, p. 3392–3402, 1998.

- [33] Thermo Fisher Scientific, “DPPH (free radical),” 2025, consulté le : 2025-07-17. [En ligne]. Disponible : <https://www.fishersci.ca/shop/products/2-2-diphenyl-1-picrylhydrazyl-free-radical-95-thermo-scientific/aa44150md>
- [34] R. Ismail et J. H. Tannous, “Investigation of the free radical stability of 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl upon storage in hydrogen- and electron-donating solvents at different temperatures,” *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, vol. 11, p. 101207, 2025.
- [35] A. Gurevich, “Theory of RF superconductivity for resonant cavities,” *Superconductor Science and Technology*, vol. 30, n°. 3, p. 034004, Janvier 2017.
- [36] A. Serga, A. Chumak et B. Hillebrands, “Yig magnonics,” *Journal of Physics D : Applied Physics*, vol. 43, n°. 26, p. 264002, 2010.
- [37] N. Yordanov et A. Christova, “DPPH as a primary standard for quantitative EPR spectrometry,” *Applied Magnetic Resonance*, vol. 6, n°. 1, p. 341–345, 1994.
- [38] B. Instruments, *Mag-13 Three-Axis Magnetic Field Sensors*, Witney, Angleterre, 2021, consulté le : 2025-07-28.
- [39] C. Lacroix, “Propriétés magnétiques de nanoagrégats ferromagnétiques encastrés dans une épicoche semi-conductrice,” Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal, 2010.
- [40] I. Micrel, *MIC5156/5157/5158 : Super LDOTM Regulator Controller*, 2005.
- [41] Infineon, *IRFP7537PbF : StrongIRFETTM*, München, Allemagne, 2024.

ANNEXE A MONTAGE MINIMAL DE MESURE RPE

La figure A.1 présente le montage minimal requis pour effectuer une mesure RPE.

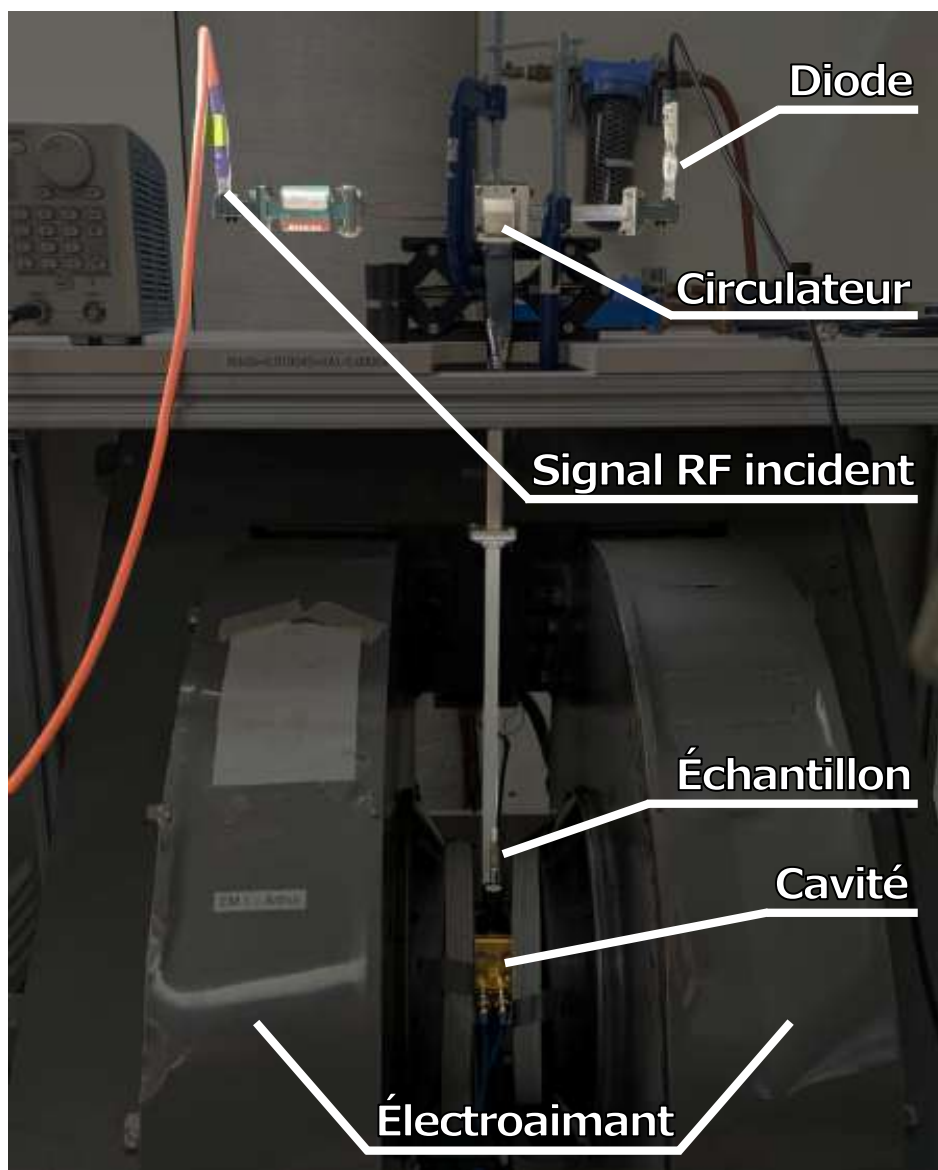


FIGURE A.1 **Photo d'un montage minimal de mesure RPE.** Le signal RF incident passe par un câble SMA pour atteindre le montage. L'échantillon paramagnétique est placé à l'intérieur de la cavité ; une partie du porte-échantillon est visible sur la photo. La diode permet de détecter le signal réfléchi, et sa tension peut être mesurée avec une carte d'acquisition (carte National Instruments *DAQ USB-6211*).

ANNEXE B ÉQUATION DE LA SUSCEPTIBILITÉ ISOTROPE : PARTIE RÉELLE

Soit l'expression de la partie réelle de la susceptibilité isotrope donnée aux équations (2.10) et (2.14) .

$$\chi' = \frac{\omega_M \omega_B (\omega_B^2 - (1 - \alpha^2) \omega^2)}{(\omega_B^2 - (1 + \alpha^2) \omega^2)^2 + 4\alpha^2 \omega^2 \omega_B^2} .$$

On approxime que $\alpha^2 \ll 1 \implies (1 + \alpha^2) \approx 1$:

$$\chi' = \frac{\omega_M \omega_B (\omega_B^2 - \omega^2)}{(\omega_B^2 - \omega^2)^2 + 4\alpha^2 \omega^2 \omega_B^2} .$$

On cherche le comportement près de la résonance. Alors, $\omega_B \approx \omega \implies \omega_B = \omega + \Delta\omega$, où $\Delta\omega = \gamma(B_0 - B_{res})$ est très petit. On peut faire les approximations suivantes :

$$\omega_B \approx \omega , \tag{B.1}$$

$$\omega_B^2 - \omega^2 \approx 2\omega \Delta\omega \tag{B.2}$$

et

$$\omega_B^2 + \omega^2 \approx 2\omega^2 . \tag{B.3}$$

On remplace dans l'équation :

$$\chi' = \frac{2\omega_M \Delta\omega}{4(\Delta\omega)^2 + 4\alpha^2 \omega^2} .$$

On peut remplacer les fréquences par les expressions associées aux champs magnétiques. Tel qu'indiqué dans les équations (2.15) et (2.16), on remplace $\omega_B = \gamma B_0$ et $\omega_M = \gamma J_M$. En ce qui a trait à la fréquence du signal micro-onde incident, on approxime que cette fréquence correspond à la fréquence de résonance de la cavité, donc $\omega \approx \omega_{res} = \gamma B_{res}$.

On remplace dans l'équation :

$$\chi' = \frac{2J_M(B_0 - B_{res})}{4(B_0 - B_{res})^2 + 4\alpha^2 B_{res}^2} .$$

On peut approximer la largeur de résonance, soit la pleine largeur à mi-hauteur du pic de résonance, comme étant $\Delta B = 2\alpha B_{res}$. On obtient alors cette expression pour la partie réelle

de la susceptibilité :

$$\chi' = \frac{2J_M(B_0 - B_{res})}{4(B_0 - B_{res})^2 + (\Delta B)^2} .$$

Dans le cas où le champ appliqué est dans un seul axe, la susceptibilité effective est décrite par $\chi_{eff} = \chi + \chi_a$. Pour un faible amortissement et près de la résonance, on approxime $\chi \approx \chi_a$, et la partie réelle de la susceptibilité effective est notée ainsi :

$$\chi'_{eff} = \frac{4J_M(B_0 - B_{res})}{4(B_0 - B_{res})^2 + (\Delta B)^2} .$$

ANNEXE C ÉQUATION DE LA SUSCEPTIBILITÉ ISOTROPE : PARTIE IMAGINAIRE

La preuve suivante est inspirée de la démarche proposée dans la référence [39].

Soit l'expression de la partie imaginaire de la susceptibilité isotrope donnée aux équations (2.11) et (2.14) :

$$\chi'' = \frac{\alpha\omega_M\omega(\omega_B^2 + (1 + \alpha^2)\omega^2)}{(\omega_B^2 - (1 + \alpha^2)\omega^2)^2 + (2\alpha\omega\omega_B)^2} .$$

On approxime que $\alpha^2 \ll 1 \implies (1 + \alpha^2) \approx 1$, pour obtenir :

$$\chi'' = \frac{\alpha\omega_M\omega(\omega_B^2 + \omega^2)}{(\omega_B^2 - \omega^2)^2 + (2\alpha\omega\omega_B)^2} .$$

On cherche le comportement à proximité de la résonance ; les approximations (B.1), (B.2) et (B.3) peuvent encore être réalisées. On remplace les expressions dans l'équation :

$$\chi'' = \frac{2\alpha\omega_M\omega}{4(\Delta\omega)^2 + (2\alpha\omega)^2} .$$

Remplaçons $\omega = \gamma B_{res}$ (le signal micro-onde est à la fréquence de résonance de la cavité), et $\omega_M = \gamma J_M$:

$$\chi'' = \frac{2\alpha J_M B_{res}}{4(B_0 - B_{res})^2 + (2\alpha\omega)^2} .$$

On peut approximer la largeur de résonance, soit la pleine largeur à mi-hauteur du pic de résonance, comme étant $\Delta B = 2\alpha B_{res}$. On obtient alors cette expression pour la partie imaginaire de la susceptibilité :

$$\chi'' = \frac{J_M \Delta B}{4(B_0 - B_{res})^2 + (\Delta B)^2} .$$

L'expression de la susceptibilité devient alors semblable à celle d'une courbe lorentzienne. Dans le cas où le champ appliqué est dans un seul axe, la susceptibilité effective est décrite par $\chi_{eff} = \chi + \chi_a$. Pour un faible amortissement et près de la résonance, on approxime $\chi \approx \chi_a$, et la partie imaginaire de la susceptibilité effective est notée ainsi :

$$\chi''_{eff} = \frac{2J_M \Delta B}{4(B_0 - B_{res})^2 + (\Delta B)^2} .$$

ANNEXE D CIRCUIT POUR LE CONTRÔLE FIN DU CHAMP MAGNÉTIQUE

La figure D.1 présente le circuit utilisé pour contrôler finement l'alimentation de l'aimant. En faisant varier le potentiomètre, on peut faire varier la tension qui alimente l'aimant. Cette tension est stable grâce au circuit composé du régulateur de tension MIC5156 [40] et un transistor MOSFET de type N [41].

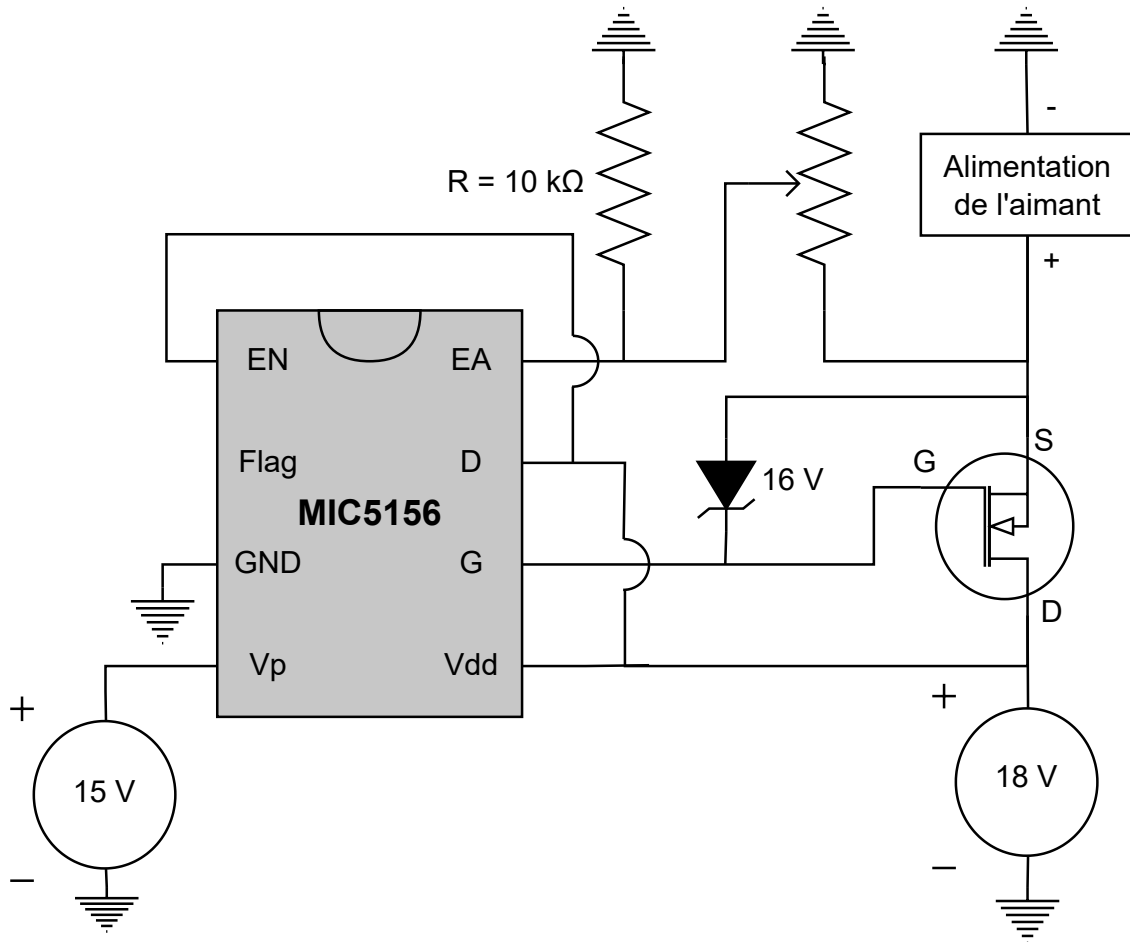


FIGURE D.1 Circuit permettant de contrôler le champ magnétique B_0 avec précision. Le circuit est inspiré de celui suggéré dans la référence [40]. Un régulateur de tension MIC5156 [40] est utilisé, ainsi qu'un transistor de type N [41]. Une diode Zener de 16 V est ajoutée par précaution. La section "Alimentation de l'aimant" contient un second diviseur de tension et une composante de tension DC ajustable pour fournir une tension adéquate à l'aimant. Pour assurer un maximum de stabilité de la source DC de 18 V, une batterie peut être utilisée.